国家市场监督管理总局保健食品产品技术要求

国食健注G20120690

广和堂牌可立胶囊

【原料】

【辅料】

【生产工艺】 本品经过筛、混合、装囊、包装、辐照灭菌等主要工艺加工制成。

【直接接触产品包装材料种类、名称及标准】

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项目	指标
色泽	内容物呈棕色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味
性状	硬胶囊,完整光洁,无破损; 内容物为粉末
杂质	无肉眼可见外来杂质

[【]鉴别】 1 银杏叶薄层色谱:按《保健食品检验与评价技术规范》(2003年版)中"保健食品中植物类功效成分鉴别试验方法"规定的方法鉴别。

【理化指标】 应符合表2的规定。

表2 理化指标

项目	指 标	检测方法
总蒽醌(以1,8-二羟基蒽醌 计),g/100g	0.14~0.4	1 总蒽醌的测定
水分,%	≤9.0	GB 5009.3
灰分,%	≤10.0	GB 5009. 4
崩解时限, min	≤60	《中华人民共和国药典》(2010年版)一部
铅(以Pb计),mg/kg	≤1.5	GB 5009.12
砷(以As计), mg/kg	≤1.0	GB/T 5009.11

² 葛根薄层色谱:按《保健食品检验与评价技术规范》(2003年版)中"保健食品中植物类功效成分鉴别试验方法"规定的方法鉴别。

汞(以Hg计),mg/kg	≤0.3	GB/T 5009.17
六六六,mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕,mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19

1 总蒽醌的测定

- 1.1 仪器
- 1.1.1 分析天平: 感量0.00001g
- 1.1.2 721型分光光度计
- 1.1.3 水浴锅
- 1.1.4 刻度吸管
- 1.2 试剂
- 1.2.1 1,8-二羟基蒽醌对照品:购自中国食品药品检定研究院
- 1.2.2 5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱液: 10%氢氧化钠溶液与4%氢氧化铵溶液等量混合。
- 1.2.3 标准溶液:精密称取25mg 1,8-二羟基蒽醌对照品,置于200mL容量瓶中,用乙醚溶解并稀释至刻度,摇匀,备用。
- 1.2.4 氯仿
- 1.2.5 乙醚
- 1.2.6 5N硫酸
- 1.2.7 蒸馏水
- 1.3 标准曲线的绘制:精密量取上述标准溶液1、2、3、4、5mL,分别置于25mL容量瓶中,在水浴上挥尽乙醚,放凉,分别加5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱液至刻度,摇匀,以5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱液为空白对照溶液,在520nm波长处,以1cm比色杯测定吸光度值,用回归法求标准曲线方程。
- 1.4 供试品溶液的制备和测定:取样品50粒,倾出内容物,精密称定供试品内容物3g,置于250mL烧瓶中,加5N硫酸45mL,水浴加热水解2h,加入氯仿40mL,萃取3次(40、30、30mL),萃取液用蒸馏水洗涤2次(20、20mL),再用5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱液振摇萃取4次(30、20、20、20mL),合并萃取液,用氯仿洗涤数次至氯仿层无色,弃去氯仿层,用5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱液定容至100mL,摇匀,以5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱液为空白对照溶液,在520nm波长处,以1cm比色杯测定吸光度值,由线性方程计算即得供试品溶液的浓度。
- 1.5 结果计算:

$$X = \frac{C \times V}{m \times 10}$$

式中:

- X一样品中总蒽醌的含量(以1,8-二羟基蒽醌计),g/100g;
- C一由线性方程计算得供试品溶液中总蒽醌的浓度, mg/mL;
- V一样品稀释体积,100mL;
- M一样品质量, g。

【微生物指标】 应符合表3的规定。

表3 微生物指标

项目	指 标	检测方法
菌落总数,cfu/g	≤1000	GB 4789.2
大肠菌群,MPN/100g	≪40	GB/T 4789.3-2003
霉菌,cfu/g	€25	GB 4789.15
酵母,cfu/g	≤25	GB 4789.15
致病菌(指沙门氏菌、志贺氏		

菌、金黄色葡萄球菌、溶血性链球菌)

不得检出

GB 4789.4、GB/T 4789.5、GB 4789.10、GB/T 4789.11

【标志性成分含量测定】 应符合表4的规定。

表4 标志性成分含量测定

项目	指 标	检测方法
总黄酮(以芦丁计), g/100g	≥1.5	《保健食品检验与评价技术规范》(2003年 版)中"保健食品中总黄酮的测定"
葛根素,g/100g	≥0.75	1 葛根素的测定

2 葛根素的测定

- 2.1 色谱条件与系统适用性试验
- 2.1.1 色谱柱: 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂
- 2.1.2 流动相: 甲醇-水=25:75
- 2.1.3 检测波长: 250nm
- 2.1.4 理论板数按葛根素峰计算应不低于4000
- 2.2 对照品溶液的制备:精密称取葛根素对照品10mg,置于25mL容量瓶中,加30%乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取2mL,置于10mL容量瓶中,加30%乙醇至刻度,摇匀,即得。每1mL中含葛根素80μg。
- 2.3 供试品溶液的制备:取样品粉末(过三号筛)0.1g,精密称定,置锥形瓶中,精密加入30%乙醇50mL,称定重量,加热回流30min,放冷,再称定重量,用30%乙醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。
- 2.4 测定: 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μL, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。
- 2.5 结果计算

$$X = \frac{\bar{A}_{\cancel{X}\cancel{J}} \times C_{\cancel{X}\cancel{J}} \times 10^{-6}}{\bar{A}_{\cancel{X}\cancel{J}} \times W \times (1-H_20\%)} \times 50 \times 100$$

式中:

X一样品中葛根素的含量,g/100g; $C_{\overline{\gamma}}$ 一对照品溶液浓度, $\mu g/mL$; W一样品重量,g。

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】

【原辅料质量要求】