

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20100667

康杰牌蜂胶银杏叶苦瓜铬软胶囊

- 【原料】 银杏叶提取物、苦瓜提取物、蜂胶粉（蜂胶、麦芽糊精、角豆粉、二氧化硅）、吡啶甲酸铬
- 【辅料】 橄榄油、明胶、纯化水、甘油、蜂蜡、二氧化钛、可可壳色
- 【生产工艺】 本品经过筛、混合、均质、压丸、干燥、包装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】 口服固体药用高密度聚乙烯瓶应符合YBB00122002的规定。
- 【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	囊皮呈浅棕色至棕褐色，内容物呈棕褐色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	软胶囊，完整光洁，无异物、无粘连；内容物为油状物
杂质	无正常视力可见外来异物

【鉴别】 无

【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
灰分，g/100g	≤5.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
酸价，mgKOH/g	≤3.0	GB 5009.229
过氧化值，g/100g	≤0.25	GB 5009.227
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0	GB 5009.12
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0	GB 5009.11
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3	GB 5009.17

六六六, mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19
黄曲霉毒素B ₁ , μg/kg	≤10	GB 5009.22

【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	≤30000	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/g	≤0.92	GB 4789.3 “MPN计数法”
霉菌和酵母, CFU/g	≤50	GB 4789.15
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4

【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），mg/100g	≥3910	1 总黄酮的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），mg/100g	≥1150	2 总皂苷的测定
吡啶甲酸铬，mg/100g	39~81	3 吡啶甲酸铬的测定

1 总黄酮的测定

1.1 试剂

1.1.1 聚酰胺粉

1.1.2 芦丁标准溶液：称取5.0mg芦丁，加甲醇溶解并定容至100mL，即得50μg/mL。

1.1.3 乙醇：分析纯。

1.1.4 甲醇：分析纯。

1.2 分析步骤

1.2.1 试样处理：取20粒软胶囊，挤出内容物后混匀，取混匀的内容物1g，精密称定，加入乙醇25.00mL，称重，超声提取35min，加入乙醇补足减失重量，摇匀，静置。吸取上清液0.20mL，于蒸发皿中加1g聚酰胺粉吸附，于水浴上挥去乙醇，转入层析柱。先用20mL苯洗，苯液弃去，然后用甲醇洗脱黄酮，定容至25mL，于360nm波长处比色测定。同时以芦丁为标准品，测定标准曲线，求回归方程，计算试样中总黄酮含量。

1.2.2 芦丁标准曲线：吸取芦丁标准溶液：0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL于10mL比色管中，加甲醇至刻度，摇匀，于波长360nm比色。求回归方程，计算试样中总黄酮含量。

1.3 计算和结果表示：

$$X = \frac{A \times V_2 \times 100}{V_1 \times M \times 1000}$$

式中：

- X—试样中总黄酮的含量，mg/100g；
- A—由标准曲线算得被测液中黄酮量，μg；
- M—试样质量，g；

V_1 —测定用试样体积, mL;

V_2 —试样定容总体积, mL。

计算结果保留二位有效数字。

2 总皂苷的测定

2.1 试剂

2.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂, Sigma化学公司、U. S. A.。

2.1.2 正丁醇: 分析纯。

2.1.3 乙醇: 分析纯。

2.1.4 中性氧化铝: 层析用, 100~200目。

2.1.5 人参皂苷Re: 购自中国食品药品检定研究院。

2.1.6 香草醛溶液: 称取5g香草醛, 加冰乙酸溶解并定容至100mL。

2.1.7 高氯酸: 分析纯

2.1.8 冰乙酸: 分析纯

2.1.9 人参皂苷Re标准溶液: 精确称取人参皂苷Re标准品0.020g, 用甲醇溶解并定容至10.0mL, 即每毫升含人参皂苷Re2.0mg。

2.2 仪器

2.2.1 比色计

2.2.2 层析柱

2.3 实验步骤

2.3.1 试样处理: 取20粒软胶囊, 挤出内容物后混匀, 取混匀的内容物1.5g, 精密称定, 加水超声提取30min后, 定容至100mL, 摇匀, 静置。吸取上清液0.50mL进行柱层析, 先用25mL水洗脱杂质, 后用25mL75%乙醇洗脱皂苷, 收集洗脱液于蒸发皿中, 置于60℃水浴挥干。以此做显色用。

2.3.2 柱层析: 用10mL注射器作层析管, 内装3cmAmberlite-XAD-2大孔树脂, 上加1cm中性氧化铝。先用25mL70%乙醇洗柱, 弃去洗脱液, 再用25mL水洗柱, 弃去洗脱液, 精确加入1.0mL已处理好的试样溶液(见2.3.1), 用25mL水洗柱, 弃去洗脱液, 用25mL70%乙醇洗脱人参皂苷, 收集洗脱液于蒸发皿中, 置于60℃水浴挥干。以此作显色用。

2.3.3 显色: 在上述已挥干的蒸发皿中准确加入0.2mL5%香草醛冰乙酸溶液, 转动蒸发皿, 使残渣都溶解, 再加0.8mL高氯酸, 混匀后移入5mL带塞刻度离心管中, 60℃水浴上加热10min, 取出, 冰浴冷却后, 准确加入冰乙酸5.0mL, 摇匀后, 以1cm比色池于560nm波长处与标准管一起进行比色测定。

2.3.4 标准管: 吸取人参皂苷Re标准溶液(2.0mg/mL)100μL放蒸发皿中, 放在水浴挥干(低于60℃), 或热风吹干(勿使过热), 以下操作从“2.3.2柱层析…”起, 与试样相同。测定吸光度值。

2.4 计算:

$$X = \frac{A_1}{A_2} \times C \times \frac{V}{m} \times \frac{100}{1000} \times \frac{1}{1000}$$

式中:

X—试样中总皂苷含量(以人参皂苷Re计), g/100g;

A_1 —被测液的吸光度值;

A_2 —标准液的吸光度值;

C—标准管人参皂苷Re的量, μg;

V—试样稀释体积, mL;

m—试样质量, g。

计算结果保留二位有效数字。

3 吡啶甲酸铬的测定(来源于《保健食品检验与评价技术规范》(2003年版))

3.1 范围

本方法规定了保健食品中吡啶甲酸铬含量的测定方法。

本方法适用于吡啶甲酸铬作为功效成分添加于片剂、胶囊等试样类型中含量的测定。

本方法的最低检出量10.0mg/kg。

本方法的最佳线性范围: 2.00~100μg/mL。

3.2 原理: 将粉碎的胶囊和片剂试样使用甲醇:水=1:1进行提取和稀释, 根据高压液相色谱紫外检测器外

标法定性定量检测。

3.3 试剂

3.3.1 甲醇：优级纯。

3.3.2 磷酸氢二钾、磷酸二氢钾：分析纯。

3.3.3 吡啶甲酸铬标准溶液：准确称量吡啶甲酸铬标准品0.0100g，加入甲醇：水=1:1并定容至100.0mL，如有少量残渣，可使用超声波加速溶解。此溶液每mL含100μg吡啶甲酸铬。

3.4 仪器设备

3.4.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）。

3.4.2 超声波清洗器。

3.4.3 离心机。

3.5 分析步骤

3.5.1 试样处理：取20粒软胶囊，挤出内容物后混匀，取混匀的内容物1g，精密称定，加入甲醇-水（1:1）50.00mL称重，超声提取30min，用甲醇-水（1:1）补足减失重量，以3000r/min离心后，过0.45μm滤膜过滤后，即得。

3.5.2 液相色谱参考条件

3.5.2.1 色谱柱：C₁₈柱，4.6×250mm。

3.5.2.2 柱温：室温。

3.5.2.3 紫外检测器：检测波长254nm。

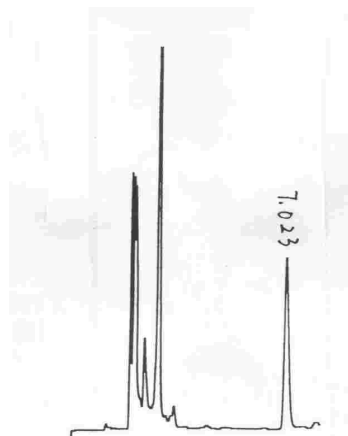
3.5.2.4 流动相：0.125mol/L磷酸盐缓冲溶液：乙腈=425:75。

3.5.2.5 流速：0.5mL/min。

3.5.2.6 进样量：10μL。

3.5.2.7 色谱分析：量取10μL标准溶液及试样溶液注入色谱仪中，以保留时间定性，以试样峰高或峰面积与标准比较定量。

3.5.3 色谱图



在上述色谱条件下，吡啶甲酸铬的保留时间为7.023。

3.5.4 标准曲线制备 配制浓度为0.0、2.00、5.00、10.0、50.0、100μg/mL吡啶甲酸铬标准溶液，在给定的仪器条件下进行液相色谱分析，以峰高或峰面积对浓度作标准曲线。

3.5.5 分析结果表示

3.5.5.1 计算

$$X = \frac{h_1 \times C \times V}{h_2 \times m \times 1000}$$

式中：

X—试样中吡啶甲酸铬的含量，mg/g；

h₁—试样峰高或峰面积；

C—标准溶液浓度，μg/mL；

V—试样定容体积，mL；

h₂—标准溶液峰高或峰面积；

m—试样量，g。

3.5.5.2 结果表示：检测结果保留三位有效数字。

3.6 技术参数

3.6.1 准确度：方法的回收率在91.5%~98.4%之间

3.6.2 允许差：平行样测定相对误差≤±5%。

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】

应符合《中华人民共和国药典》中“制剂通则”项下胶囊剂的规定。

【原辅料质量要求】

1. 银杏叶提取物

项 目	指 标
来源	银杏叶 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（8倍量65±5%乙醇70~80℃回流提取2次，每次1h）、减压回收乙醇并浓缩、吸附（加在已处理好的大孔吸附树脂上）、洗脱（依次用水及不同浓度的乙醇洗脱）、回收乙醇并浓缩、喷雾干燥（进风温度110~150℃，出风温度80~100℃）、粉碎、混合（加入麦芽糊精调节至所需比例）、包装等主要工艺加工制成
提取率，%	约2
感官要求	浅黄棕色至棕褐色粉末，味微苦，无正常视力可见外来异物
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤0.8
粒度	100目筛的通过率≥90%
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
二乙烯苯，μg/kg	≤50
总黄酮醇苷，%	24~32
总银杏酸，mg/kg	≤10
游离槲皮素，mg/g	≤10
游离山柰素，mg/g	≤10
游离异鼠李素，mg/g	≤4.0
萜类内酯，%	6~12
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

2. 苦瓜提取物

项 目	指 标
来源	苦瓜 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（加10倍量65±5%乙醇70~80℃回流提取2次，每次2h）、减压回收乙醇并浓缩、静置、过滤、喷雾干燥（进风温度110~150℃，出风温度80~100℃）、粉碎、包装等主要工艺加工制成
提取率，%	约12

感官要求	黄色至棕黄色粉末；略呈苦瓜香及微略脂香；无正常视力可见外来异物
水分，%	≤6.5
灰分，%	≤5.0
粒度	100目筛的通过率≥90%
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

3. 蜂胶粉（蜂胶、麦芽糊精、角豆粉、二氧化硅）

项 目	指 标
来源	蜂胶、麦芽糊精、角豆粉、二氧化硅
制法	经冷冻（-15~-20℃）、粗粉碎、加入辅料（麦芽糊精、角豆粉、二氧化硅）、混合、粉碎、过筛、混合、包装等主要工艺加工制成
感官要求	棕黑色粉末，具蜂胶特有的滋味、气味；无正常视力可见外来异物
粒度	100目筛的通过率≥90%
总黄酮（以芦丁计），g/100g	≥15
水分，%	≤5
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

4. 吡啶甲酸铬

项 目	指 标
来源	甲基吡啶
制法	经氧化（加入高锰酸钾75~85℃反应3~4h）、过滤、络合（向滤液中加入氯化铬水溶液，40~45℃搅拌反应20~30min）、冷却析晶、分离、干燥（60~80℃）、包装等主要工艺加工制成
感官要求	紫红色结晶性细小粉末；具有本品特有的滋味、气味；无正常视力可见外来异物
含量，%	98.0~102.0
六价铬	不得检出
水分，%	≤4
粒度	100目筛的通过率≥90%
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0

总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

- 5. 橄榄油：应符合GB/T 23347《橄榄油、油橄榄果渣油》的规定。
 - 6. 明胶：应符合GB 6783《食品安全国家标准 食品添加剂 明胶》的规定。
 - 7. 纯化水、甘油、二氧化钛：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 - 8. 蜂蜡：应符合GB/T 24314《蜂蜡》的规定。
 - 9. 可可壳色：应符合GB 1886.30《食品安全国家标准 食品添加剂 可可壳色》的规定。
-