

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20090505

海斯莱福牌艾德布兰软胶囊

- 【原料】 鱼油、银杏叶提取物、红景天提取物
- 【辅料】 大豆油、蜂蜡、明胶、纯化水、甘油
- 【生产工艺】 本品经过筛、混合、均质、压丸、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】 塑料瓶应符合GB 4806.7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	囊皮呈无色透明；内容物呈深棕色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	软胶囊，外观光洁完整，无变形、无粘结、无漏囊现象；内容物为粘稠油状物
杂质	无正常视力可见外来杂质

【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，%	≤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，meq/kg	≤15.0	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
镉（以Cd计），mg/kg	≤0.1	GB 5009.15
六六六，mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
黄曲霉毒素B ₁ ，μg/kg	≤5	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），g/100g	≥2.4	1 总黄酮的测定
红景天苷，mg/100g	≥110	2 红景天苷的测定
二十二碳六烯酸（DHA），g/100g	≥12	GB 28404

1 总黄酮的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

1.1 试剂

1.1.1 芦丁标准品：购自中国食品药品检定研究院。

1.1.2 聚酰胺粉

1.1.3 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。

1.1.4 乙醇：分析纯。

1.1.5 甲醇：分析纯。

1.2 分析步骤

1.2.1 试样预处理：取20粒以上软胶囊样品，挤出内容物，以石油醚清洗若干次，洗去内容物中的油脂，滤去石油醚。

1.2.2 试样处理：称取一定量的试样，加乙醇定容至25mL，摇匀后，超声提取20min，放置，吸取上清液

1.0mL, 于蒸发皿中, 加1g聚酰胺粉吸附, 于水浴上挥去乙醇, 然后转入层析柱。先用20mL苯洗, 苯液弃去, 然后用甲醇洗脱黄酮, 定容至25mL。此液于波长360nm测定吸收值。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。

1.2.3 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 红景天苷的测定 (来源于《保健食品检验与评价技术规范》(2003年版))

第一法 高效液相色谱法

2.1 范围

本方法规定了保健食品中红景天苷的测定方法。

本方法适用于以红景天为主要原料的保健食品中红景天苷的测定。

本方法的检出限: 0.02 μg 。

本方法的线性范围: 0.01~0.50 $\mu\text{g/mL}$ 。

2.2 原理: 将混匀的试样使用甲醇进行提取, 根据高效液相色谱紫外检测器定性定量检测。

2.3 试剂

除非另有说明, 在分析中仅使用双蒸水。

2.3.1 乙酸钠: 分析纯。

2.3.2 甲醇: 优级纯。

2.3.3 石油醚: 分析纯。

2.3.4 红景天苷标准溶液: 准确称量红景天苷标准品0.0200g, 加入甲醇溶解并定容至10mL。此溶液每mL含2.0mg红景天苷。

2.4 仪器

2.4.1 高效液相色谱仪: 附紫外检测器 (UV)。

2.4.2 超声波清洗器。

2.4.3 离心机。

2.5 分析步骤

2.5.1 试样处理

2.5.1.1 液体试样: 准确量取摇匀后的液体试样20mL于50mL容量瓶中, 先加入25mL甲醇, 超声10min后用甲醇定容至刻度, 混匀, 经0.45 μm 滤膜过滤后供液相色谱分析用。

2.5.1.2 固体试样: 取20粒以上片剂或胶囊试样进行粉碎混匀, 准确称取适量试样 (精确至0.001g) 于50mL容量瓶中, 加入甲醇, 超声提取10min。取出后加入甲醇定容至刻度, 混匀后以3000rpm/min离心3min。经0.45 μm 滤膜过滤后供液相色谱分析用。

2.5.2 液相色谱参考条件

2.5.2.1 色谱柱: C_{18} 柱, 4.6 $\times$ 250mm, 5 μm 。

2.5.2.2 柱温: 室温。

2.5.2.3 紫外检测器: 检测波长215nm。

- 2.5.2.4 流动相：甲醇:0.02mol/L乙酸钠溶液=9:91。
- 2.5.2.5 流速：1.0mL/min。
- 2.5.2.6 进样量：10μL。
- 2.5.2.7 色谱分析：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。
- 2.5.3 标准曲线制备：分别配制浓度为0.0、0.01、0.02、0.05、0.20、0.50μg/mL红景天苷标准溶液，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。
- 2.5.4 结果计算

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

式中：

X—试样中红景天苷的含量，mg/g；

h_1 —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；

h_2 —标准溶液峰高或峰面积；

m—试样质量，g。

计算结果保留三位有效数字。

2.6 技术参数

- 2.6.1 准确度：方法的回收率在91.7~98.6%之间。
- 2.6.2 允许差：在重复性条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的±10%。

第二法 极谱法

2.1 范围

本方法规定了保健食品中红景天苷的测定方法。

本方法适用于以红景天苷为主要功效成分的保健食品中红景天苷的含量测定。

本方法的最低检出量为0.05μg。若取1.00mL液体类试样，其最低检出浓度为0.05mg/L；若取0.25g固体类试样、则最低检出浓度为0.2mg/kg。

本方法的最佳线性范围为0.1μg/mL~1.0μg/mL。

2.2 原理：保健食品中红景天苷用甲醇提取，D-101型大孔吸附树脂净化处理，经亚硝基化后，其衍生物在硼砂溶液中具有电活性，在滴汞电极上还原产生极谱波。用峰电位定性，以试样与标准的峰电流(I_p)比较定量。

2.3 试剂

除注明外，试剂为分析纯，实验用水为重蒸馏水。

- 2.3.1 甲醇。
- 2.3.2 D-101型大孔吸附树脂。
- 2.3.3 饱和硼砂溶液。
- 2.3.4 0.2%盐酸溶液。
- 2.3.5 2mol/L亚硝酸钠溶液。
- 2.3.6 1.0mg/mL红景天苷标准贮备溶液：准确称取0.1000g红景天苷对照品（中国食品药品检定研究院）于烧杯中，加水溶解并定容至100mL容量瓶。此溶液每毫升含红景天苷1.0mg，冰箱保存。
- 2.3.7 10.0μg/mL红景天苷标准使用溶液：准确吸取红景天苷标准贮备溶液1.00mL于100mL容量瓶中，用水稀释至刻度。此溶液每毫升含红景天苷10.0μg。

2.4 仪器

- 2.4.1 极谱分析仪。

2.4.2 超声波清洗机。

2.4.3 $\Phi 10\text{mm} \times 150\text{mm}$ 玻璃层析柱。

2.5 分析步骤

2.5.1 试样的制备及预处理

2.5.1.1 液体类试样（如保健酒、口服液、饮料等）

准确吸取摇匀的试样液1.00mL于50mL容量瓶中，加水稀释至刻度、摇匀，供测定用。

2.5.1.2 一般固体类试样（如保健茶、蜜片、胶囊等）

准确称取经粉碎并过20目筛的试样0.25g，置50mL三角瓶中，加入10mL甲醇，于超声波清洗机超声提取10min、过滤，滤液收集于50mL容量瓶中。再加入10mL甲醇于三角瓶中，重复超声提取一次，合并滤液于上述容量瓶中，用水稀释至刻度，供测定用。

2.5.1.3 个别组分复杂的固体类试样

个别组分复杂的固体类试样需经柱层析净化处理。

层析柱制备。取适量D—101型非极性大孔吸附树脂于烧杯中，加水洗涤数次，缓缓倾入 $\Phi 10\text{mm} \times 150\text{mm}$ 玻璃层析柱内，湿法装柱、树脂约高50mm，10mL甲醇注入层析柱上端进行淋洗，弃淋洗液。

净化。按5.1.2节处理、提取试样，准确吸取10.0mL提取试液，缓缓注入层析柱上端，用玻璃蒸发皿收集流出液。再吸取10mL甲醇分两次注入层析柱进行淋洗、合并流出液于蒸发皿中，置70℃恒温水浴挥干，用水溶解移入10mL容量瓶中，水稀释至刻度，供测定用。

2.5.2 极谱分析参考条件：单扫描极谱法（SSP法）。选择起始电位为—400mV，终止电位—900mV，扫描速度250mV/S，三电极，二次导数，静置时间5s及适当量程。于峰电位（ E_p ）—600mV（vs. SCE）处，记录红景天苷的峰电流（ I''_p ）nA。

2.5.3 标准曲线的绘制：准确吸取10.0 $\mu\text{g/mL}$ 红景天苷标准使用溶液0，0.10，0.20，0.40，0.60，0.80，1.00mL于7支10mL比色管中（相当于含0，1.0，2.0，4.0，6.0，8.0，10.0 μg 红景天苷）。各管加入2.0mL 2mol/L亚硝酸钠溶液及1.0mL 0.2%盐酸溶液置沸水浴10min，取出冷却至室温后各管再加入1.0mL饱和硼砂溶液，加水稀释至刻度，摇匀。将各管溶液依次移入电解池，置三电极系统。按上述极谱分析参考条件（5.2）下测定，记录各管红景天苷的峰电流（ I''_p ）。以红景天苷含量为横座标，其对应的峰电流为纵座标，绘制标准曲线。

2.5.4 试样测定

2.5.4.1 标准曲线法：准确吸取上述待测液0.1mL~0.5mL于10mL比色管中，（视其含量高、低而定）加入2mL 2.0mol/L亚硝酸钠溶液，以下操作同5.3节标准曲线绘制项下测定试液中红景天苷的峰电流（ I''_p ）。

2.5.4.2 标准加入法：分别吸取上述待测液0.1~0.5mL于2支10mL比色管中（视其含量高、低而定）。其中一管加入所吸取待测液中红景天苷含量大致相当的红景天苷标准使用溶液（可先预测一次），各管再加入2mL 2.0mol/L亚硝酸钠溶液，以下操作步骤同5.3节标准曲线绘制项下。测定两管溶液中红景天苷的峰电流（ I''_p ）。

2.6 结果计算

2.6.1 标准曲线法

$$X = \frac{A}{m \times v_1 / v \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X—试样中红景天苷含量，mg/g（或mg/mL）；

A—从标准曲线上查得的含量， μg ；

V—试样的定容体积，mL；

V_1 —测定用试样溶液体积，mL；

m—试样的质量（或体积），g（或mL）。

2.6.2 标准加入法

$$X = \frac{B \times h_1}{h_2 \times m \times v_1 / v \times 1000} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- B—加入红景天苷标准含量， μg ；
 h_1 —未加红景天苷标准管中溶液的峰电流，nA；
 h_2 —加红景天苷标准管中溶液的峰电流，nA；
X—试样中红景天苷含量，mg/g（或mg/mL）；
V—试样的定容体积，mL；
 V_1 —测定用试样溶液体积，mL；
m—试样的质量（或体积），g（或mL）。

2.6.3 结果表示：计算结果保留3位有效数字。

2.7 技术参数

2.7.1 准确度：本方法的平均添加回收率为92.5%。

2.7.2 精密度：相对标准偏差（RSD）<7.0%

2.7.3 干扰因素：若试样中共存黄酮苷，有正干扰，测定时加入1%硝酸铝溶液0.5mL，即可消除此干扰。

【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. 鱼油：应符合SC/T 3502《鱼油》的规定。

2. 银杏叶提取物：

项 目	指 标
来源	干燥的银杏叶 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经除杂、提取（加入8倍量70%乙醇80℃回流提取3次，每次1h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进口温度140～160℃，出口温度60～70℃）、过筛、包装等工艺制成。
感官要求	棕黄色粉末，具有原料特有的滋味、气味
粒度，目	100
提取率，%	5～15
总黄酮醇苷，g/100g	15～28
萜类内酯，g/100g	4～10
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
水分，%	≤8.0
灰分，%	≤8.0
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	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
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

3. 红景天提取物：

项 目	指 标
来源	大花红景天的干燥根和根茎 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（加入8倍量70%乙醇80℃回流提取3次，每次1h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度：140～160℃，出风温度：60～70℃）、过筛、包装等工艺制成。
感官要求	棕色细粉，具原料特有的滋味、气味
提取率，%	6～15
粒度，目	100
红景天苷，%	≥1.0
水分，%	≤9.0
灰分，%	≤8.0
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	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
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. 大豆油：应符合GB/T 1535《大豆油》的规定。

5. 蜂蜡：应符合GB 1886.87《食品安全国家标准 食品添加剂 蜂蜡》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：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

8. 甘油：应符合GB 29950《食品安全国家标准 食品添加剂 甘油》的规定。

确认打印

显示Office编辑区

返回上一页修改