

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200489

杞明星牌枸杞叶黄素软胶囊

- 【原料】 枸杞提取物、叶黄素油（叶黄素晶体、葵花籽油）
- 【辅料】 维生素E（dl- α -醋酸生育酚）、橄榄油、蜂蜡、卵磷脂、明胶、甘油、纯化水
- 【生产工艺】 本品经混合、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】 聚乙烯塑料瓶应符合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	胶囊皮呈透明淡黄色，内容物呈橘红色至棕红色，色泽均匀
滋味、气味	具本产品特有的滋味、气味，无异味
性状	软胶囊，外壳完整，无破裂；内容物为均匀油性稠状物
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，%	≤ 5	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	≤0.1	GB/T 5009.19
黄曲霉毒素B ₁ ，μg/kg	≤10.0	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
粗多糖（以葡聚糖计），g/100g	≥9	1 粗多糖的测定
叶黄素，g/100g	≥0.65	2 叶黄素的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理：样品中相对分子质量 $>1 \times 10^4$ 的具有葡聚糖结构的多糖高分子物质，用苯酚-硫酸反应以碳水化合物形式比色测定其含量，其显色强度与粗多糖中葡聚糖的含量成正比，以此计算样品中粗多糖含量。

1.2 仪器

1.2.1 分光光度计。

1.2.2 离心机（3000r/min）。

1.2.3 旋转混匀器。

1.3 试剂

除特殊注明外，本方法所用试剂均为分析纯；所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

1.3.1 苯酚溶液（50g/L）：称取精制苯酚5.0g，加水溶解并稀释至100mL，混匀。溶液置冰箱中可保存1个月。

1.3.2 葡聚糖标准储备液：准确称取相对分子质量 5×10^5 已干燥至恒重的葡聚糖标准品0.5000g，加水溶解，并定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液每1mL含10.0mg葡聚糖。

1.3.3 葡聚糖标准使用液：吸取葡聚糖标准储备液1.0mL，置于100mL容量瓶中，加水至刻度，混匀，置冰箱中保存。此溶液每1mL含葡聚糖0.10mg。

- 1.4 样品处理：取胶囊内容物0.4g（精确到0.0001g），置于250mL容量瓶中，用200mL热水溶解，于沸水浴上加热2h，冷却至室温后补加水至刻度，混匀后，过滤，弃去初滤液，收集余下滤液为样品测定液。
- 1.5 标准曲线的绘制：准确吸取葡聚糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL（相当于葡聚糖0、0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10mg），分别置于25mL比色管中，准确补充水至2.0mL，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，在旋转混匀器上混匀，小心加入浓硫酸10.0mL，于旋转混匀器上小心混匀，置沸水浴中煮沸2min，冷却后用分光光度计在485nm波长处以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值。以葡聚糖浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。
- 1.6 样品测定：准确吸取样品测定液适量，用蒸馏水补至2.0mL，置于25mL比色管中，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，在旋转混匀器上混匀，小心加入浓硫酸10.0mL于旋转混匀器上小心混匀，置沸水浴中煮沸2min，冷却至室温，立即用分光光度计在485nm波长处，以试剂空白为参比，1cm比色皿测定吸光度值。从标准曲线上查出葡聚糖含量，计算样品中粗多糖含量。同时做样品空白实验。
- 1.7 结果计算

$$X = \frac{(m_1-m_2) \times V_1}{m_3 \times V_2}$$

式中：

- X—样品中粗多糖含量（以葡聚糖计），mg/g；
- m₁—样品测定液中葡聚糖质量，mg；
- m₂—样品空白液中葡聚糖质量，mg；
- m₃—样品质量，g；
- V₁—样品测定液总体积，mL；
- V₂—测定用样品测定溶液体积，mL。

2 叶黄素的测定

- 2.1 原理：胶囊内容物经甲醇-甲基叔丁基醚混合溶剂提取后，在色谱柱YMC Carotenoid柱上，以甲醇、甲基叔丁基醚为流动相进行梯度洗脱，于445nm波长检测，外标法定量测定叶黄素含量。
- 2.2 样品处理：称取0.2g胶囊内容物，加入甲醇+甲基叔丁基醚（85+15，V/V）混合溶剂10mL超声提取5 min，提取液于-20℃冷冻30min，3500转离心5min，取上清液，经0.45μm滤膜过滤，滤液进HPLC分析。整个提取过程避光完成。
- 2.3 高效液相色谱条件
- 2.3.1 色谱柱：YMC Carotenoid 4.6×250mm，5μm。
- 2.3.2 流动相：A-甲醇，B-甲基叔丁基醚。
- 2.3.3 流速：1mL/min。
- 2.3.4 检测波长：445nm。
- 2.3.5 柱温：35℃。
- 2.3.6 进样量：10μL。

梯度洗脱条件

时间（min）	甲醇（%）	甲基叔丁基醚（%）
0	85	15
10	78	22
11	10	90
16	10	85
23	85	15

2.4 样品测定：取叶黄素标准品适量，配成浓度为1000μg/mL的储备液。取25、50、100、200、300、400μg/mL五个浓度进样，按上述色谱条件测定色谱峰面积，以峰面积为纵坐标、质量浓度（μg/mL）为横坐标，绘制标准曲线，分析得线性回归方程。样品含量以样品峰面积通过校正曲线获得。

【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. 枸杞提取物

项 目	指 标
来源	枸杞干果 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经浸泡（5倍量纯化水浸泡2.5~4h）、打浆、循环超声波提取（10倍量纯化水35℃提取1h）、过滤、冷置沉降、离心、浓缩、醇沉（80%乙醇，5h）、喷雾干燥（进风温度180℃，出风温度≤100℃）、包装等主要工艺制成
得率%	8~11
感官要求	浅黄色至橙黄色粉末，色泽均匀；具有枸杞特有的滋味和气味，无异味；无正常视力可见外来异物
溶解性	溶于80℃水
粗多糖，%	≥50
水分，g/100g	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

2. 叶黄素油（叶黄素晶体、葵花籽油）

项 目	指 标
来源	叶黄素晶体、葵花籽油
制法	经混合等主要工艺制成
感官要求	桔红色悬浮油液体；具特有的滋味和气味，无异味；无正常视力可见外来异物
叶黄素，%	≥20.0
玉米黄质，%	≥1.4
水分，%	≤1.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.1
镉，mg/kg	≤1.0
菌落总数，CFU/g	≤1000
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. 维生素E（d1-α-醋酸生育酚）：应符合GB 14756《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素E（d1-α-醋酸生育酚）》的规定。

4. 橄榄油：应符合GB 23347《橄榄油、油橄榄果渣油》的规定。

5. 蜂蜡：应符合 GB/T 24314《蜂蜡》的规定。
 6. 卵磷脂：应符合GB 28401《食品安全国家标准 食品添加剂 磷脂》和LS/T 3219《大豆磷脂》中“一级品”的规定。
 7. 明胶：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 8. 甘油：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 9. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-