

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190519

福益德牌葡萄籽当归玫瑰软胶囊

- 【原料】 葡萄籽提取物、当归提取物、玫瑰花提取物
- 【辅料】 亚麻籽油、明胶、纯化水、甘油、蜂蜡、焦糖色、二氧化钛
- 【生产工艺】 本品经过筛、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	囊皮呈棕色，内容物呈棕红色
滋味、气味	具有本品固有的滋味、气味，无异味
性状	软胶囊剂，完整光洁，内容物为油性糊状物
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
阿魏酸，mg/100g	≥15.0	1 阿魏酸的测定
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, mmol/kg	≤6.0	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
六六六, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
黄曲霉素B ₁ , μg/kg	≤5.0	GB 5009.22

1 阿魏酸的测定方法

本方法适用于保健食品中阿魏酸含量的测定。

本方法阿魏酸的检出限为5.0μg/L。

1.1 仪器

1.1.1 Waters600高效液相色谱仪, 配有2487紫外检测器, 2996二极管阵列检测器(PDA), 717自动进样器。

1.1.2 超声波清洗器。

1.2 试剂

1.2.1 阿魏酸对照品(Fluka Ferulic acid, 99%)。

1.2.2 试验用水为超纯水。

1.2.3 甲醇(Fisher 色谱纯)。

1.2.4 乙腈(沃凯 色谱纯)。

1.2.5 冰醋酸(使用前经0.45μm的水系过滤膜过滤)。

1.3 色谱条件

1.3.1 色谱柱:WATERS Xterra RP18(4.6mm×250mm, 5μm)。

1.3.2 流动相为乙腈: 0.5%冰醋酸=28: 72(v/v)。

1.3.3 流速为1.00mL/min; 进样量:10μL。

1.3.4 柱温: 30℃。

1.3.5 2487紫外检测器(检测波长为322nm)。

1.3.6 2996二极管阵列PDA检测器(210nm~400nm)。

1.4 测定方法

1.4.1 标准曲线的制备: 准确称取阿魏酸对照品0.0050g置于50mL棕色容量瓶中, 加入甲醇溶解并定容摇匀, 浓度为0.10mg/mL, 此液为标准溶液储备液。取10mL标准溶液储备液加入100mL容量瓶中, 加入甲醇溶解并定容摇匀, 浓度为10μg/mL, 此液为中间液。分别取中间液0.25、0.5、2.5、5、10、25mL于50mL容量瓶中, 加甲醇定容摇匀。此标准系列浓度分别为0.050、0.10、0.50、1.0、2.0、5.0μg/mL。

1.4.2 样品处理: 准确称取样品0.500 g(约含阿魏酸5μg~500μg), 置于100mL棕色容量瓶中, 加90%甲醇水溶液溶解并定容摇匀, 超声波中提取30min, 放置至室温, 用90%甲醇溶液补足至刻度, 过滤, 滤液过0.45μm有机相滤膜作为样品分析液。

1.4.3 样品测定: 取已制备好的样品分析液和标准系列应用液10μL, 在选定的色谱条件下进样测定, 以保留时间定性, 峰面积定量。根据样品峰的峰面积, 在标准曲线上查出样品分析液中阿魏酸的浓度, 按下式计算样品中阿魏酸含量。

1.5 计算公式

$$X = \frac{C \times V \times 1000}{m \times 1000 \times 10}$$

式中：

X—样品中阿魏酸的浓度，mg/100g；

C—样品分析液中阿魏酸的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

V—样品定容体积，mL；

m—样品重量，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	≤ 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
沙门氏菌	$\leq 0/25\text{g}$	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25\text{g}$	GB 4789.10

【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
原花青素，g/100g	≥ 7.0	1 原花青素的测定
总黄酮（以芦丁计），g/100g	≥ 0.3	2 总黄酮的测定

1 原花青素的测定

1.1 范围

本方法规定了保健食品中原花青素的测定方法。

本方法适用于保健食品中原花青素的含量测定。

本方法最低检出量为 $3\mu\text{g}$ ，最低检出浓度为 $3\mu\text{g/mL}$ 。

本方法最佳线性范围： $3\sim 150\mu\text{g/mL}$ 。

1.2 原理：原花青素是含有儿茶素和表儿茶素单元的聚合物。原花青素本身无色，但经过用热酸处理后，可以生成深红色的花青素离子。本法用分光光度法测定原花青素在水解过程中生成的花青素离子。计算试样中原花青素含量。

1.3 试剂

1.3.1 甲醇：分析纯。

1.3.2 正丁醇：分析纯。

1.3.3 盐酸：分析纯。

1.3.4 硫酸铁铵： $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 溶液：用浓度为 2mol/L 盐酸配成2%（w/v）的溶液。

1.3.5 原花青素标准品：葡萄籽提取物，纯度95%。

1.4 仪器

1.4.1 分光光度计。

1.4.2 回流装置。

1.5 分析步骤

1.5.1 试样的制备：挤出20粒胶囊内容物，应将内容物尽可能挤出，研磨或搅拌均匀。

1.5.2 提取：称取50mg试样置于小烧杯中，用20mL甲醇分数次搅拌，将原花青素洗入50mL容量瓶中，直至甲醇提取液无色，加甲醇至刻度，摇匀。

1.5.3 测定

1.5.3.1 标准曲线：称取原花青素标准品10.0mg溶于10mL甲醇中，吸取该溶液0、0.1、0.25、0.5、1.0、1.5mL，置于10mL容量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀。各取1mL测定。与试样测定方法相同。

1.5.3.2 试样测定：将正丁醇与盐酸按95:5的体积比混合后，取出6mL置于具塞锥形瓶中，再加入0.2mL硫酸铁铵溶液和1mL试样溶液，混匀，置沸水浴回流，精确加热40min后，立即置冰水中冷却，在加热完毕15min后，于546nm波长处测吸光度，由标准曲线计算试样中原花青素的含量。显色在1小时内稳定。

1.6 分析结果表述：试样中原花青素测定结果下式计算。

$$X(\%) = \frac{m_1 \times v \times 1000}{m \times 1000 \times 1000} \times 100$$

式中：

X—试样中原花青素的百分含量，g/100g；

m_1 —反应混合物中原花青素的量， μg ；

v—待测样液的总体积，mL；

m—试样的质量，mg。

2 总黄酮的测定

2.1 试剂

2.1.1 聚酰胺粉。

2.1.2 芦丁标准溶液：称取5.0mg芦丁，加甲醇溶解并定容至100mL，即得50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

2.1.3 乙醇：分析纯。

2.1.4 甲醇：分析纯。

2.2 分析步骤

2.2.1 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。

2.2.2 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。

2.3 计算和结果表示：

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

式中：

X—试样中总黄酮的含量，g/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。

【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. 葡萄籽提取物

项 目	指 标
来源	葡萄（ <i>Vitis vinifera</i> L.）种子 应符合相关食品安全国家标准的规定
制法	经提取（6倍量70%乙醇煮沸回流提取2次，每次1 h）、过滤、浓缩、过柱、洗脱（先用水洗脱、后用70%乙醇洗脱）、浓缩（60℃，-0.06~-0.09MPa，至相对密度1.10左右）、喷雾干燥（进风温度150~170℃，出风温度70~80℃）、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成
提取率，%	5
感官要求	红棕色；具本品特有滋味和气味，无异味；粉末状，无正常视力可见外来异物
原花青素，%	≥60
粒度	80目
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
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

2. 当归提取物

项 目	指 标
来源	伞形科植物当归 <i>Angelica sinensis</i> （Oliv.）Diels的干燥根 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（分别8、6倍量水煮沸回流提取2次，每次1.5h）、过滤、浓缩（60℃，-0.06~-0.09MPa，至相对密度1.10左右）、喷雾干燥（进风温度150~170℃，出风温度70~80℃）、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成
提取率，%	16
	棕色；具本品特有滋味和气味，无异味；粉末状，

感官要求	无正常视力可见外来异物
阿魏酸，%	≥0.16
粒度	80目
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
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	≤0.2
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
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

3. 玫瑰花提取物

项 目	指 标
来源	蔷薇科植物玫瑰花（重瓣红玫瑰Rose rugosa cv. Plena） 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（20倍量水煮沸回流提取2次，每次1.0 h）、过滤、浓缩（60℃，-0.06~-0.09MPa，至相对密度1.10左右）、喷雾干燥（进风温度150~170℃，出风温度70~80℃）、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成
提取率，%	8
感官要求	棕红色；具本品特有滋味和气味，无异味；粉末状，无正常视力可见外来异物
总黄酮，%	≥5
粒度	80目
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
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	≤0.2

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
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

4. 亚麻籽油：应符合GB/T 8235《亚麻籽油》的规定。
 5. 明胶：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 6. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 7. 甘油：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 8. 蜂蜡：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 9. 焦糖色：应符合GB 1886.64《食品安全国家标准 食品添加剂 焦糖色》的规定。
 10. 二氧化钛：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-