

附2

国家市场监督管理总局 保健食品产品技术要求

国食健注G20160468

康煦源牌三七蜂胶葡萄籽片

【原料】 三七粉、蜂胶粉（含蜂胶 70%、碳酸钙 30%）、葡萄籽提取物、叶黄素

【辅料】 羟丙基纤维素、聚维酮、羧甲基淀粉钠、硬脂酸镁、羟丙甲纤维素、滑石粉、二氧化钛、聚乙二醇6000、可可壳色

【生产工艺】 本品经过筛、混合、制粒、干燥、压片、包衣、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；固体药用纸袋装硅胶干燥剂应符合YBB00122005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	包衣呈浅棕色，片芯呈棕黄色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味
状态	圆形包衣片，完整光洁，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，%	≤10	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5	GB 5009.12
总砷（以As计），mg/kg	≤0.3	GB 5009.11
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.1	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

【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/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	≤0/25g	GB 4789.10
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.4
志贺氏菌	不得检出	GB 4789.5
β型溶血性链球菌	不得检出	GB 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	≥2	1 总黄酮的测定
原花青素, g/100g	≥5	2 原花青素的测定

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 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：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。

1.2.2 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;
- V₁—测定用试样体积, mL;
- V₂—试样定容总体积, mL。

计算结果保留二位有效数字。

2 原花青素的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

2.1 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3μg，最低检出浓度为3μg/mL。

本方法最佳线性范围：3~150μg/mL。

2.2 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。

2.3 试剂

2.3.1 甲醇：分析纯。

2.3.2 正丁醇：分析纯。

2.3.3 盐酸：分析纯。

2.3.4 硫酸铁铵：NH₄Fe(SO₄)₂·12H₂O溶液：用浓度为2mol/L盐酸配成2%（w/v）的溶液。

2.3.5 原花青素标准品：葡萄籽提取物，纯度95%。

2.4 仪器

2.4.1 分光光度计。

2.4.2 回流装置。

2.5 分析步骤

2.5.1 试样的制备：取20片试样，研磨成粉状。

2.5.2 提取

2.5.2.1 粉状试样：称取50~100mg试样，置于50mL容量瓶中，加入30mL甲醇，超声处理20min，放冷至室温后，加甲醇至刻度，摇匀，离心或放置至澄清后取上清液备用。

2.5.2.2 含油试样：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。

2.5.3 测定

2.5.3.1 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。

2.5.3.2 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。

2.6 分析结果表述：试样中原花青素测定结果按（1）式计算。

2.6.1 计算：

$$X(\%) = \frac{m_1 \times v \times 1000}{m \times 1000 \times 1000} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

- X—试样中原花青素的百分含量, g/100g;
- m₁—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。

2.6.2 结果表示：计算结果保留三位有效数字。

2.7 技术参数

2.7.1 相对标准偏差：<10%。

【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”项下片剂的规定。

【原辅料质量要求】

1. 三七粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 蜂胶粉（蜂胶70%，碳酸钙30%）

项 目	指 标
来源	蜂胶（蜜蜂科昆虫意大利蜂 <i>Apis mellifera</i> L. 工蜂采集的植物树脂与其上颚腺、蜡腺等分泌物混合形成的具有黏性的固体胶状物）、碳酸钙
制法	经冷冻粉碎（-18℃预冻2h后冷冻24h，粉碎温度控制在0℃以下）、乙醇浸提（95%以上乙醇浸提4天以上）、澄清过滤、真空低温浓缩（温度≤60℃，浓缩10h，浓缩完真空保持5h）、粉碎（过120目筛）等工艺制成
提取率，%	10
感官要求	棕黄色粉末（遇热遇湿易结块），具有蜂胶特有芳香气味，味苦，略带辛辣味
蜂胶含量，%	70
总黄酮含量，%	≥15
碳酸钙含量，%	30
水分，g/100g	≤5
粒度	100%通过120目
铅，mg/kg	≤1.0
总砷，mg/kg	≤0.3
总汞，mg/kg	≤0.3
农药残留	不得检出
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌及酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

3. 葡萄籽提取物

项 目	指 标
来源	葡萄籽 应符合相关食品安全国家标准
制法	经提取（7倍量60%乙醇85℃提取2次，每次2.5h）、浓缩、吸附（吸附剂为大孔吸附树脂，速度4BV/h）、解析（洗脱剂为70%乙醇，速度2BV/h）、浓缩、喷雾干燥（进口温度185~195℃，出口温度95~105℃）等工艺制成

提取率, %	5
感官要求	红棕色粉末状、具有葡萄籽固有的气味和涩味
原花青素(以干品计), %	≥95
水分, %	≤5
灰分, %	≤2
粒度	100%通过100目
铅, mg/kg	≤0.5
总砷, mg/kg	≤1.0
总汞, mg/kg	≤0.1
溶剂残留	不得检出
农药残留	不得检出
菌落总数, CFU/g	≤1000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌及酵母, CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

4. 叶黄素：应符合GB 26405《食品安全国家标准 食品添加剂 叶黄素》的规定。
 5. 羟丙基纤维素、聚维酮、羧丙甲纤维素、聚乙二醇6000：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 6. 羧甲基淀粉钠：应符合GB 29937《食品安全国家标准 食品添加剂 羧甲基淀粉钠》的规定。
 7. 硬脂酸镁：应符合GB 1886.91《食品安全国家标准 食品添加剂 硬脂酸镁》的规定。
 8. 滑石粉：应符合GB 1886.246《食品安全国家标准 食品添加剂 滑石粉》的规定。
 9. 二氧化钛：应符合GB 25577《食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化钛》的规定。
 10. 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。
-