

国家食品药品监督管理总局

保健食品产品技术要求

BJG20140766

石药牌尊红软胶囊

shiyaopaizunhongruanjiaonang

【配方】 番茄红素油树脂、绿茶提取物、L-抗坏血酸棕榈酸酯、天然维生素E、葡萄糖酸锌、富硒酵母、大豆油、蜂蜡、明胶、甘油、二氧化钛、胭脂红、纯化水

【生产工艺】 本品经混合、均质、压丸、干燥、包装等主要工艺加工制成。

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	囊皮呈暗红色，内容物呈红褐色
滋味、气味	具该产品特有滋味、气味，无异味
性状	软胶囊，表面光洁，无破损、无粘连；内容物为油状物
杂质	无肉眼可见外来杂质

【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，%	≤3	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》（2010年版）一部
酸价，mgKOH/g	≤3	GB/T 5009.37
过氧化值，g/100g	≤0.25	GB/T 5009.37
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5	GB 5009.12
砷（以As计），mg/kg	≤1.0	GB/T 5009.11
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3	GB/T 5009.17
六六六，mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19

胭脂红, g/kg	≤0.5	GB/T 5009.35
黄曲霉毒素B ₁ , μg/kg	≤5.0	GB/T 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
细菌总数, cfu/g	≤1000	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/100g	≤40	GB/T 4789.3-2003
霉菌, cfu/g	≤25	GB 4789.15
酵母, cfu/g	≤25	GB 4789.15
致病菌(指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌、溶血性链球菌)	不得检出	GB 4789.4、GB 4789.5、GB 4789.10、GB/T 4789.11

【功效成分含量测定】应符合表4的规定。

表4 功效成分含量测定

项 目	指 标	检测方法
番茄红素, g/100g	≥0.97	1 番茄红素的测定
茶多酚, g/100g	≥10.3	2 茶多酚的测定
EGCG, g/100g	≥4.5	3 EGCG的测定
维生素C, g/100g	2.280~4.275	4 维生素C的测定
维生素E(以α、γ、δ-生育酚之和计), g/100g	0.76~1.42	GB/T 5009.82中“第二法 比色法”
锌(以Zn计), g/100g	0.64~1.20	GB/T 5009.14
硒(以Se计), mg/100g	3.92~7.35	GB 5009.93

1 番茄红素的测定

1.1 原理: 根据番茄红素易溶于二氯甲烷等溶剂的理化特性, 试样经2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)-二氯甲烷溶液提取、定容, 过滤后进高效液相色谱仪, 经反相色谱分离后, 由紫外检测器检测, 根据保留时间和峰面积进行定性和定量。

1.2 试剂

1.2.1 乙腈(CH₃CN): 色谱纯

1.2.2 甲醇(CH₃OH): 色谱纯

1.2.3 二氯甲烷(CH₂Cl₂): 分析纯

1.2.4 2,6-二叔丁基对甲酚(BHT): 分析纯

1.2.5 环己烷: 分析纯

1.2.6 番茄红素对照品: 纯度≥90%

1.2.7 BHT-二氯甲烷溶液: 准确称量2.5g BHT, 置于500mL玻璃容器中, 加500mL二氯甲烷溶解, 摇匀, 密闭避光放置, 可稳定储存3个月。

1.2.8 对照品溶液: 精密称取番茄红素对照品适量, 置于50mL棕色容量瓶中, 加10mg BHT, 用二氯甲烷溶解、摇匀, 制成每1mL含番茄红素0.1mg的溶液, 即得。此溶液临用现配。由于番茄红素不

稳定，使用前需使用紫外/可见分光光度计标定其含量（测量方法参考1.5项）。番茄红素对照品溶液在-20℃可储存24h。

1.3 仪器

1.3.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器

1.3.2 超声波清洗器

1.4 色谱条件

1.4.1 色谱柱：ODS C₁₈柱，250mm×4.6mm，5μm。

1.4.2 流动相：甲醇-乙腈=1:1

1.4.3 检测波长：472nm

1.4.4 柱温：30℃

1.4.5 流速：1.0mL/min

1.4.6 进样量：10μL

1.5 试样处理：称取0.1g均匀试样（精确称量至0.001g），置于50mL棕色容量瓶中，加BHT-二氯甲烷溶液40mL，超声提取30min，加BHT-二氯甲烷溶液至刻度，摇匀，过0.45μm滤膜，滤液备用。

1.6 番茄红素对照品溶液的标定：转移1.0mL（V_D）番茄红素对照品溶液于100mL（V_E）棕色容量瓶中，环己烷定容至刻度。以环己烷作参比，于476nm波长处测量对照品溶液吸光度值，按下列公式计算对照品溶液番茄红素浓度C_{ST}。

$$C_{ST} (\mu\text{g/mL}) = 1000 \times A \times D / 331$$

式中：

C_{ST}—对照品溶液中番茄红素浓度，μg/mL；

A—对照品溶液于476nm波长处的吸光度值；

D—稀释因子V_E/V_D；

1000—比例因子；

331—番茄红素在环己烷中的吸光系数。

1.7 标准曲线的制备：分别吸取番茄红素对照品溶液，用二氯甲烷稀释，并在棕色容量瓶中定容，得浓度分别为0.2、0.5、1.0、5.0、10.0、20.0、50.0、100.0μg/mL标准系列。

1.8 测定：取对照品溶液及试样溶液注入色谱仪中，以保留时间定性，以试样峰面积与对照品峰面积比较定量。

1.9 结果计算

$$X = C \times V \times 100 / (m \times 1000)$$

式中：

X—试样中番茄红素的含量，g/100g；

C—根据标准曲线查得试样溶液中番茄红素浓度，μg/mL；

V—试样的定容体积，mL；

m—试样质量，mg。

2 茶多酚的测定

2.1 原理：多酚类物质能与亚铁离子生成紫蓝色络合物。用分光光度法测定其含量。虽然各种儿茶素的呈色度不同，但茶多酚中的儿茶素组成范围大致相同，在此范围内，对吸光度的影响不大，故用一条标准曲线即可。此标准曲线与（-）表没食子儿茶素没食子酸酯的标准曲线一致，但因（-）表没食子儿茶素没食子酸酯不易得到，故用没食子酸乙酯。因10mg没食子酸乙酯的吸光度与15mg（-）表没食子儿茶素没食子酸酯的吸光度相等，故规定从没食子酸乙酯的标准曲线得到的量乘以1.5作为茶多酚的换算系数。

注：“（-）表”表示“左旋顺式”。

2.2 试剂

除特殊规定外，所用试剂均为分析纯，水为纯化水。

2.2.1 酒石酸铁溶液：称取硫酸亚铁1.0g，酒石酸钾钠5.0g，加水溶解并定容至1L，此液可稳定10天。

2.2.2 pH7.5的磷酸缓冲液：取1/15mol/L的磷酸氢二钠溶液（称取磷酸氢二钠23.877g，加水溶解并稀释至1L）-1/15mol/L的磷酸二氢钾溶液（称取经110℃烘干2h的磷酸二氢钾9.078g，加水溶解

至1L)=85:15 (v/v)，混匀，即得。

2.2.3 标准溶液：精确称取没食子酸乙酯（100℃干燥1h）250mg，溶于100mL水中作为母液，分别吸取母液2、4、6、8、10mL于10mL容量瓶中，用水定容配制成100mL中含没食子酸乙酯50、100、150、200、250mg五种不同浓度的标准溶液。

2.3 仪器

2.3.1 电热恒温干燥箱

2.3.2 超声波清洗器

2.3.3 分光光度计

2.4 标准曲线的制备：准确吸取不同浓度的没食子酸乙酯标准溶液1mL和酒石酸铁试剂5mL，置于一系列25mL的容量瓶中，用pH7.5的磷酸缓冲液定容。用水代替没食子酸乙酯作为对照，用1cm的比色皿，于540nm波长处测定吸光度值。所测的吸光度值与对应的没食子酸乙酯浓度绘制成标准工作曲线。

2.5 供试液的制备：精确称取1.0g样品（精确至0.001g），置于100mL烧杯中，加适量90℃以上的沸水溶解，冷却至室温，移入100mL容量瓶中，定容、过滤，弃去最初的滤液约20mL，所剩滤液为供试液。

2.6 测定：准确吸取供试液1mL，置于25mL容量瓶中，加酒石酸铁溶液5mL，充分混匀，用pH7.5的磷酸缓冲液定容。以试剂空白液作参比，于540nm波长处测定吸光度值。

2.7 结果计算

$$X = E \times 1.5 \times \frac{100}{m \times (1-G)}$$

式中：

X—样品中茶多酚的含量，g/100g；

m—试样质量，mg；

G—试样水分，%；浸膏样G=0；

E—根据试样测得的吸光度值，从标准曲线上查得的没食子酸乙酯相应含量，mg/100mL；

1.5—茶多酚的换算系数。

3 EGCG（表没食子儿茶素没食子酸酯）的测定

3.1 原理：根据EGCG易溶于水的理化特性，试样经0.1%磷酸水超声提取、过滤后，进高效液相色谱仪，经反相色谱分离后，由紫外检测器检测，根据保留时间和峰面积进行定性和定量。

3.2 试剂

除特殊规定外，所用试剂均为分析纯，水为纯化水。

3.2.1 乙腈：色谱纯

3.2.2 磷酸：分析纯

3.2.3 EGCG对照品：含量>95%

3.2.4 对照品溶液：精密称取EGCG对照品适量，加0.1%磷酸水溶解，制成每1mL含EGCG 0.2mg的溶液，即得。

3.3 仪器

3.3.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器

3.3.2 超声波清洗器。

3.4 色谱条件

3.4.1 色谱柱：ODS C₁₈柱，250mm×4.6mm，5μm。

3.4.2 流动相：乙腈-0.1%磷酸水溶液=15:85

3.4.3 检测波长：280nm

3.4.4 柱温：30℃

3.4.5 流速：0.8mL/min

3.4.6 进样量：5μL

3.5 试样处理：称取0.1g均匀试样（精确至0.001g），置于25mL容量瓶中，加20mL0.1%磷酸水溶解，超声提取15min，冷却至室温，用0.1%磷酸水定容至刻度，摇匀，取上清液，过0.45μm滤膜，滤液备用。

3.6 测定：取对照品溶液及试样溶液注入色谱仪中，以保留时间定性，以试样峰面积与对照品峰

面积比较定量。

3.7 结果计算

$$X = \frac{A_{\text{样}} \times C_{\text{对}} \times V}{A_{\text{对}} \times M_{\text{样}}}$$

式中：

- X—试样中EGCG的含量，g/100g；
- A_样—试样中EGCG峰面积；
- C_对—EGCG对照品溶液浓度，mg/mL；
- V—试样定容体积，mL；
- A_对—对照品峰面积；
- M_样—试样质量，mg。

4 维生素C的测定

4.1 原理：根据维生素C棕榈酸酯易溶于甲醇的理化特性，试样经甲醇提取剂超声提取、过滤后，进高效液相色谱仪，经反相色谱分离后，由紫外检测器检测，根据保留时间和峰面积进行定性和定量。以维生素C分子量除以维生素C棕榈酸酯分子量得0.425为换算系数，测得的维生素C棕榈酸酯含量乘以换算系数得维生素C含量。

4.2 试剂

除特殊规定外，所用试剂均为分析纯，水为纯化水。

4.2.1 甲醇：色谱纯

4.2.2 甲醇：分析纯

4.2.3 维生素C棕榈酸酯对照品：含量>95%

4.2.4 甲醇提取剂：称取柠檬酸和异抗坏血酸各1.0g，置于1L容量瓶中，用甲醇溶解并定容至刻度。

4.2.5 对照品溶液：精密称取维生素C棕榈酸酯对照品10mg，加甲醇提取剂溶解并定容至100mL，摇匀，制成每1mL含维生素C棕榈酸酯0.1mg的溶液，即得。

4.3 仪器

4.3.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器

4.3.2 超声波清洗器

4.4 色谱条件

4.4.1 色谱柱：ODS C₁₈柱，250mm×4.6mm，5μm。

4.4.2 流动相A：1%磷酸；流动相B：甲醇-乙腈=1:1，按下表规定进行梯度洗脱。

时间，min	流动相A，%	流动相B，%
0~1	60	40
1~5	40	60
5~12	5	95
12~20	5	95
20~25	60	40
25~30	60	40

4.4.3 检测波长：243nm

4.4.4 柱温：30℃

4.4.5 进样量：10μL

4.5 试样处理：称取0.1g均匀试样（精确称量至0.001g），置于50mL容量瓶中，加40mL甲醇提取剂溶解，超声提取20min后，冷却至室温，用甲醇提取剂定容至刻度，摇匀，过0.45μm滤膜，滤液备用。

4.6 测定：取对照品溶液及试样溶液注入色谱仪中，以保留时间定性，以试样峰面积与对照品峰面积比较定量。

4.7 结果计算

$$X = \frac{A_{\text{样}} \times C_{\text{对}} \times V}{A_{\text{对}} \times M_{\text{样}}} \times 0.425$$

式中：

- X—样品中维生素C的含量，g/100g；

$A_{\text{样}}$ —试样中维生素C棕榈酸酯峰面积；
 $C_{\text{对}}$ —维生素C棕榈酸酯对照品溶液浓度，mg/mL；
 V —试样定容体积，mL；
 $A_{\text{对}}$ —维生素C棕榈酸酯对照品峰面积；
 $M_{\text{样}}$ —试样质量，mg；
0.425—维生素C与维生素C棕榈酸酯换算系数。

【保健功能】 抗氧化

【适宜人群】 中老年人

【不适宜人群】 婴幼儿、少年儿童、孕妇、乳母

【食用方法及食用量】 每日1次，每次3粒，口服

【规格】 350mg/粒

【贮藏】 阴凉干燥处保存

【保质期】 24个月
