

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20130386

金奥力牌葛根苦瓜铬胶囊

- 【原料】 葛根提取物、苦瓜提取物、吡啶甲酸铬
- 【辅料】 硬脂酸镁
- 【生产工艺】 本品经过筛、混合、装囊、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	内容物呈黄褐色
滋味、气味	具本品固有的滋味、气味，无异味
状态	硬胶囊，完整，无破裂；内容物为粉末；无正常视力可见异物

【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
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤8.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30	《中华人民共和国药典》
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	≤0.2	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	≤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	≤0/25g	GB 4789. 4
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	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
总黄酮（以芦丁计），g/100g	≥0. 60	1 总黄酮的测定
吡啶甲酸铬，mg/100g	55~117	2 吡啶甲酸铬的测定

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 吡啶甲酸铬的测定（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吡啶甲酸铬含量的测定方法。

本方法适用于吡啶甲酸铬作为功效成分添加于片剂、胶囊等试样类型中含量的测定。

本方法的最低检出量10.0mg/kg。

本方法的最佳线性范围：2.00~100μg/mL。

2.2 原理：将粉碎的胶囊和片剂试样使用甲醇:水=1:1进行提取和稀释，根据高压液相色谱紫外检测器外标法定性定量检测。

2.3 试剂

2.3.1 甲醇：优级纯。

2.3.2 磷酸氢二钾、磷酸二氢钾：分析纯。

2.3.3 吡啶甲酸铬标准溶液：准确称量吡啶甲酸铬标准品0.0100g，加入甲醇:水=1:1并定容至100.0mL，如有少量残渣，可使用超声波加速溶解。此溶液每mL含100μg吡啶甲酸铬。

2.4 仪器设备

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：取20粒片剂或胶囊试样进行粉碎或混匀，准确称取一定量试样于刻度试管中，加入甲醇:水=1:1并定容至20.0mL，超声提取5min后以3000rpm/min离心3min。经0.45μm滤膜过滤后，备用。

2.5.2 液相色谱参考条件

2.5.2.1 色谱柱：C₁₈柱，4.6×250mm。

2.5.2.2 柱温：室温。

2.5.2.3 紫外检测器：检测波长254nm。

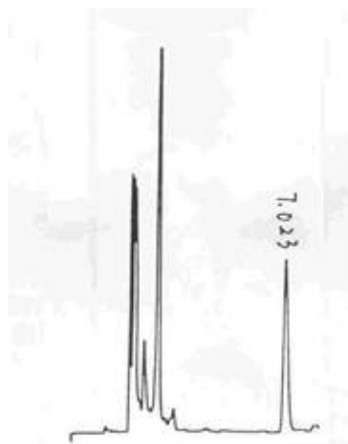
2.5.2.4 流动相：0.125mol/L磷酸盐缓冲溶液:乙腈=425:75。

2.5.2.5 流速：0.5mL/min。

2.5.2.6 进样量：10μL。

2.5.2.7 色谱分析：量取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 色谱图



在上述色谱条件下，吡啶甲酸铬的保留时间为7.023。

2.5.4 标准曲线制备 配制浓度为0.0、2.00、5.00、10.0、50.0、100μg/mL吡啶甲酸铬标准溶液，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。

2.5.5 分析结果表示

2.5.5.1 计算

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

式中：

X—试样中吡啶甲酸铬的含量，mg/g；

h₁—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；

h₂—标准溶液峰高或峰面积；

m—试样量，g。

- 2.5.5.2 结果表示：检测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91.5%~98.4%之间
- 2.6.2 允许差：平行样测定相对误差 $\leq \pm 5\%$ 。

【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. 葛根提取物

项 目	标 准
来源	葛根 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
制法	经粉碎、提取（10倍量70%食用酒精回流提取2次，每次2h）、过滤、浓缩、真空干燥（0.05MPa，70℃，至含水 $\leq 5\%$ ）、粉碎、过筛、金属探测、包装等主要工艺制成。
感官要求	棕黄色粉末或棕色粉末
总黄酮，g/100g	≥ 2
提取率，%	12
水分，%	≤ 5.0
灰分，%	≤ 6.0
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	≤ 1000
大肠菌群，MPN/g	≤ 0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤ 50
沙门氏菌	$\leq 0/25g$
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25g$

2. 苦瓜提取物

项 目	指 标
来源	苦瓜 应符合食品安全国家相关标准。
制法	经粉碎、提取（加14倍60%食用酒精回流提取3次，每次3h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进口温度140~190℃，出口温度75~85℃）、粉碎、过筛、金属探测、包装等主要工艺制成。
感官要求	淡黄色至棕黄色粉末
水分，g/100g	≤ 5.0
灰分，g/100g	≤ 7.0
苦瓜苷，g/100g	≥ 3.0
提取率，%	6
六六六，mg/kg	≤ 0.1
滴滴涕，mg/kg	≤ 0.1
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
菌落总数，CFU/g	≤ 1000
酵母和霉菌，CFU/g	≤ 50
大肠菌群，MPN/g	≤ 0.92
沙门氏菌	$\leq 0/25g$

金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25g$
---------	--------------

3. 吡啶甲酸铬

项 目	指 标
来源	2-吡啶甲酸，三氯化铬
制法	先将2-吡啶甲酸于常温溶解于水中，加入活性炭进行脱色处理，然后过滤，同时将三氯化铬常温下溶解于水中，过滤，蒸发掉部分水份，降温至10℃以下，将三氯化铬结晶出来，将结晶出来的三氯化铬投入到经过处理的吡啶甲酸溶液中，加热到30~40℃，反应8h，反应结束后，得到吡啶甲酸铬，然后经离心、干燥、筛分等工艺制成。
含量 $[Cr(C_6H_4NO_2)_3]$ 干基计]，g/100g	98.0~102.0
氯化物(Cl)，g/100g	≤ 0.06
重金属(以Pb计)，g/100g	≤ 0.005
干燥失重(105℃)，g/100g	≤ 2.0
六价铬	不得检出

4. 硬脂酸镁：符合《中华人民共和国药典》的规定。

5. 明胶空心胶囊：符合《中华人民共和国药典》的规定
