国家食品药品监督管理总局

保健食品产品技术要求

BJG20130415

红阳牌盐藻叶黄素枸杞菊花片

hongyangpaiyanzaoyehuangsuqouqijuhupian

【配方】 盐藻、枸杞子提取物、菊花提取物、叶黄素、磷酸氢钙、乳糖、预胶化淀粉、羟丙基甲基纤维素、交联聚维酮、硬脂酸镁、包衣粉（羟丙基甲基纤维素、三乙酸甘油酯、二氧化钛、胭脂红铝色淀、柠檬黄铝色淀、氧化铁红、黄氧化铁、滑石粉）

【生产工艺】 本品经过筛、混合、制粒、压片、包衣、包装、辐照灭菌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	外观呈铁红色，片芯呈棕色
滋味、气味	具本品固有的滋味、气味，无异味
性状	薄膜衣片
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【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
粗多糖（以葡聚糖计），g/100g	≥ 0.8	1 粗多糖的测定
水分，%	≤ 9.0	GB 5009.3-2010
灰分，%	≤ 9.0	GB 5009.4-2010
崩解时限，min	≤ 60	《中华人民共和国药典》（2010年版）一部
铅（以Pb计），mg/kg	≤ 0.5	GB 5009.12-2010
砷（以As计），mg/kg	≤ 0.3	GB/T 5009.11-2003
汞（以Hg计），mg/kg	≤ 0.3	GB/T 5009.17-2003
六六六，mg/kg	≤ 0.1	GB/T 5009.19-2008

滴滴涕, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19-2008
柠檬黄, g/kg	≤0.1	GB/T 5009.35-2003
胭脂红, g/kg	≤0.1	GB/T 5009.35-2003

1 粗多糖的测定

1.1 仪器

1.1.1 分光光度计

1.1.2 离心机: 3000r/min

1.1.3 旋涡混合器

1.2 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。

1.2.1 乙醇溶液 (80%): 20mL水中加入无水乙醇80mL, 混匀。

1.2.2 氢氧化钠溶液 (100g/L): 称取100g氢氧化钠, 加水溶解并稀释至1L。加入固体无水硫酸钠至饱和, 备用。

1.2.3 铜试剂储备液: 称取3.0g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、30.0g枸橼酸钠, 加水溶解并稀释至1L, 混匀, 备用。

1.2.4 铜试剂溶液: 取铜试剂储备液50mL, 加水50mL, 混匀后加入固体无水硫酸钠12.5g并使其溶解。临用新配。

1.2.5 洗涤剂: 取水50mL, 加入10mL铜试剂溶液、50mL氢氧化钠溶液, 混匀。

1.2.6 硫酸溶液 (10%): 取100mL浓硫酸加入到800mL左右水中, 混匀, 冷却后稀释至1L。

1.2.7 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。

1.2.8 葡聚糖标准储备液: 准确称取相对分子量 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1mL含葡聚糖10.0mg。

1.2.9 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1mL含葡聚糖0.10mg。

1.3 样品处理

1.3.1 样品提取: 称取混合均匀的样品2.0g, 置于100mL容量瓶中, 加水80mL左右, 置沸水浴上加热2h, 冷却至室温后补加水至刻度, 混匀后过滤, 弃去初滤液, 收集续滤液供沉淀粗多糖。

1.3.2 沉淀粗多糖: 准确吸取1.3.1项下续滤液5.0mL, 置于50mL离心管中, 加入无水乙醇20mL, 混匀5min后以3000r/min离心5min, 弃去上清液, 残渣用80% (v/v) 乙醇溶液数毫升洗涤, 离心后弃上清液, 反复操作3~4次。残渣用水溶解并定容至5.0mL, 混匀后供沉淀葡聚糖。

1.3.3 沉淀葡聚糖: 准确吸取1.3.2项下终溶液2mL, 置于20mL离心管中, 加入100g/L氢氧化钠溶液2.0mL、铜试剂溶液2.0mL, 置沸水浴中煮沸2min, 冷却, 以3000r/min离心5min, 弃去上清液。残渣用洗涤剂数毫升洗涤, 离心后弃去上清液, 反复操作3次, 残渣用10% (v/v) 硫酸溶液2.0mL溶解并转移至50mL容量瓶中, 加水稀释至刻度, 混匀。此溶液为样品测定液。

1.4 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, 于旋涡混合器上混匀, 小心加入浓硫酸10.0mL, 于旋涡混合器上小心混匀, 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。

1.5 样品测定: 准确吸取样品测定液2.0mL, 置于25mL比色管中, 加入50g/L苯酚溶液1.0mL, 于旋涡混合器上混匀, 小心加入浓硫酸10.0mL, 于旋涡混合器上小心混匀, 置沸水浴中煮沸2min, 冷却至室温, 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, 同时做样品空白试验。

1.6 结果计算

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times V_1 \times V_3 \times V_5}{m_3 \times V_2 \times V_4 \times V_6}$$

式中:

X—样品中粗多糖含量（以葡聚糖计），mg/g；
 m_1 —样品测定液中葡聚糖的质量，mg；
 m_2 —样品空白液中葡聚糖的质量，mg；
 m_3 —样品质量，g；
 V_1 —样品提取液总体积，mL；
 V_2 —沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；
 V_3 —粗多糖溶液体积，mL；
 V_4 —沉淀葡聚糖所用粗多糖溶液体积，mL；
 V_5 —样品测定液总体积，mL；
 V_6 —测定用样品测定液体积，mL。

【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 4789.2-2010
大肠菌群，MPN/100g	≤40	GB/T 4789.3-2003
霉菌，cfu/g	≤25	GB 4789.15-2010
酵母，cfu/g	≤25	GB 4789.15-2010
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 4789.4-2010、GB/T 4789.5-2003、GB 4789.10-2010、GB/T 4789.11-2003

【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
β-胡萝卜素，g/100g	1.2~1.52	GB/T 5009.83-2003
叶黄素，g/100g	≥0.8	1 叶黄素的测定

1 叶黄素的测定

1.1 原理：样品中的叶黄素用无水乙醇抽提后，在高效液相色谱仪中于446nm波长处检测，外标法定量。

1.2 仪器

- 1.2.1 高效液相色谱仪
- 1.2.2 超声波提取器
- 1.2.3 旋涡混合器
- 1.2.4 1万转高速离心机
- 1.2.5 紫外分光光度计
- 1.2.6 高纯氮气

1.3 试剂

- 1.3.1 叶黄素标准品：FluKa~90%（HPLC）
- 1.3.2 乙腈：色谱纯
- 1.3.3 甲醇：色谱纯
- 1.3.4 二氯甲烷：分析纯
- 1.3.5 无水乙醇：HPLC级
- 1.3.6 水：超纯水

1.4 色谱条件

1.4.1 色谱柱: Kromasil 100A C₁₈, 250mm×4.6mm, 5μm。

1.4.2 流动相: 乙腈-二氯甲烷-甲醇=85:10:5 (v/v/v)

1.4.3 检测波长: 446nm

1.4.4 流速: 0.8mL/min

1.4.5 进样量: 10μL

1.5 样品处理: 取20片样品, 粉碎, 准确称取适量样品约1.000g, 置于100mL棕色容量瓶中, 加5mL60℃的水, 于60℃水浴中超声波提取5min, 冷却后加无水乙醇至100mL刻度, 于旋转混合器中充分振荡均匀, 静置, 吸取上清液置于小塑料离心管中, 10000r/min离心3min, 取出一定量(0.20~0.5mL)上清液于10mL具塞试管中, 用高纯氮气小心吹干, 加1.0mL甲醇溶解, 在高效液相色谱仪中进样测定。

1.6 叶黄素标准溶液的标定和配制: 取叶黄素标准品约1mg, 用无水乙醇溶解并定容至5mL棕色容量瓶中, 用下法标定其准确浓度。准确吸取0.06mL标准溶液于5.0mL无水乙醇中, 用紫外分光光度计以无水乙醇调零点, 用1cm比色皿于446nm波长处测定吸光度值(吸光度值约在0.4左右), 并计算叶黄素标准液的浓度, 平行测定三份, 取均值。

$$X = \frac{A \times 5.06}{0.2560 \times 0.06}$$

式中:

X—叶黄素标准溶液的浓度, mg/mL;

A—标准溶液于446nm波长处的吸光度值;

0.2560—叶黄素在水乙醇溶液中, 入射光线波长446nm, 比色皿厚度为1cm, 溶液浓度为1mg/L的吸光系数;

5.06

——测定过程中稀释倍数的换算系数。

0.06

测定前将叶黄素标准贮备液用甲醇稀释再配成2.0~18.0μg/mL的标准使用液。

1.7 测定: 分别吸取浓度为2.0、6.0、10.0、14.0、18.0μg/mL的叶黄素标准使用液及样品液各10μL注入高效液相色谱仪中进行分离, 以标准液出峰的保留时间定性, 记录相应的峰面积, 绘制标准曲线图, 外标法定量。

1.8 结果计算

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

式中:

X—样品中叶黄素含量, mg/100g;

C—从标准曲线查得样品液中叶黄素的浓度, μg/mL;

M—样品质量, g;

V₁—样品定容体积, mL;

V₂—样品测定液体积, mL;

1000—μg转换成mg的换算系数。

【保健功能】 增强免疫力、缓解视疲劳

【适宜人群】 免疫力低下者、视力易疲劳者

【不适宜人群】 少年儿童、孕妇、乳母、血糖偏高者

【食用方法及食用量】 每日2次, 每次1片, 口服

【规格】 0.5g/片

【贮藏】 密闭，置通风、阴凉干燥处

【保质期】 24个月