

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20120511

天奇牌葡萄籽维生素E胶囊

【原料】 葡萄籽提取物、大豆提取物、韭菜子、维生素E粉（d1- α -醋酸生育酚、辛烯基琥珀酸淀粉钠）

【辅料】 玉米淀粉、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经粉碎、过筛、辐照灭菌（ ^{60}Co ， $\leq 6\text{kGy}$ ）、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】

聚乙烯瓶应符合YBB00122002的规定，封口垫片应符合YBB00152005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	内容物呈棕色
滋味、气味	具本品特有的气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，无粘结、变形、囊壳破裂等现象；内容物为粉末状
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
水分，g/100g	≤ 9.0	GB 5009.3
灰分，g/100g	≤ 25.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤ 60	《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	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤0.1	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
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4

【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
大豆异黄酮（以染料木素、大豆苷元、染料木苷、大豆苷计），mg/g	≥40.0	1 大豆异黄酮、大豆苷、大豆苷元、染料木素、染料木苷的测定
大豆苷，mg/g	≥31.0	1 大豆异黄酮、大豆苷、大豆苷元、染料木素、染料木苷的测定
染料木苷，mg/g	≥7.6	1 大豆异黄酮、大豆苷、大豆苷元、染料木素、染料木苷的测定
大豆苷元，mg/g	≥1.2	1 大豆异黄酮、大豆苷、大豆苷元、染料木素、染料木苷的测定
染料木素，mg/g	≥0.2	1 大豆异黄酮、大豆苷、大豆苷元、染料木素、染料木苷的测定
原花青素，g/100g	≥12	2 原花青素的测定
维生素E，mg/g	64~144	GB/T 5009.82

1 大豆异黄酮的测定

1.1 试剂

所用试剂均为色谱纯，水为重蒸水。

1.1.1 无水甲醇。

1.1.2 冰醋酸。

1.1.3 甲醇。

1.1.4 标准储备液：分别称取染料木素、大豆苷元、染料木苷、大豆苷标准品各10mg，用甲醇溶解并定容至10mL。

1.1.5 标准使用液：分别取上述标准储备液0.01、0.05、0.10、0.30、0.50、1.25mL，置于容量瓶中，用甲醇定容至10mL，即得含上述各标准品1.0、5.0、10.0、30.0、50.0、125.0μg/mL的标准系列溶液。

1.2 仪器：Waters-2690 HPLC，附SPD-6AV紫外检测器。

1.3 色谱条件

1.3.1 检测波长：254nm。

1.3.2 色谱柱：C18柱，250×4.6mm，5μm。

1.3.3 柱温：45℃。

1.3.4 流动相：300mL甲醇-700mL乙酸溶液（12.5mL冰醋酸溶于700mL水中）。

1.3.5 流速：1.0mL/min。

1.3.6 进样量：10μL。

1.4 样品处理：取样品适量（约含大豆异黄酮1.5mg），用80mL50%甲醇（v/v）超声提取10min，用50%甲醇定容至100mL，放置，过滤，再用0.45μm滤膜过滤，即得样品处理液。

1.5 标准曲线的制备：在1.3项色谱条件下，分别进样标准系列溶液各10μL，以峰面积对浓度制备标准曲线。

1.6 样品测定：进样样品处理液10μL，在1.3项色谱条件下测定，以相对保留时间定性，以峰面积外标法定量。

1.7 结果计算

$$X = \frac{(C_1 + C_2 + C_3 + C_4) \times V}{M \times 1000}$$

式中：

X—样品中大豆异黄酮的含量（以染料木素、大豆苷元、染料木苷、大豆苷计），mg/g；

C₁、C₂、C₃、C₄—根据标准曲线查得的样品处理液中染料木素、大豆苷元、染料木苷、大豆苷的浓度，μg/mL；

M—样品称取量，g；

V—样品处理液体积，mL。

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： $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 溶液：用浓度为2mol/L盐酸配成2%（w/v）的溶液。
- 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
- 2.5.1.1 片剂：取20片试样，研磨成粉状。
- 2.5.1.2 胶囊：挤出20粒胶囊内容物，研磨或搅拌均匀，如内容物含油，应将内容物尽可能挤出。
- 2.5.1.3 口服液：摇匀后取样。
- 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。
- 2.5.2.3 口服液：吸取适量样液（取样量不超过1mL），置于50mL容量瓶中，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；
- 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。

- 2.6.2 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%。
- 2.7.2 回收率：84.6~94.4%。

【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	葡萄籽

	应符合食品安全国家相关标准
制法	经提取（8倍量水95℃提取3次，每次6h）、过滤、减压浓缩、喷雾干燥（进口温度220℃，出口温度95℃）、分装、包装等主要工艺制成。
提取率，%	≥70
原花青素，%	≥50
感官要求	棕红色到棕褐色粉末，淡芬芳，味苦涩
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤3.0
粒度（目数）	40~200
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	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

2.大豆提取物：应符合NY/T 1252《大豆异黄酮》的规定。

3.韭菜子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

4.维生素E粉

4.1 来源：dl- α -醋酸生育酚、辛烯基琥珀酸淀粉钠

4.2 制法：经溶解、混合、乳化、均质、喷雾干燥、过筛、金属探测、包装等工艺制成。

4.3 维生素E(dl- α -醋酸生育酚)应符合GB 14756《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素E(dl- α -醋酸生育酚)》的规定，辛烯基琥珀酸淀粉钠应符合GB 28303《食品安全国家标准 食品添加剂 辛烯基琥珀酸淀粉钠》的规定。

5.玉米淀粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6.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。
