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G20100450

中山堂牌苜蓿大蒜油软胶囊

【原料】 苜蓿提取物、大蒜油

【辅料】 大豆油、大豆磷脂、蜂蜡、明胶、纯化水、甘油、焦糖色、二氧化钛

【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。

【直接接触产品包装材料种类、名称及标准】 口服固体药用聚酯瓶应符合YBB00262002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	囊皮呈棕色至棕褐色，内容物呈棕褐色，颜色均匀一致
滋味、气味	具大蒜特有的气味和辛辣味，无异味
性状	软胶囊，表面光滑，无破损、无粘连、无变形；内容物为混悬油状物
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
灰分, %	≤8	GB 5009.4
崩解时限, min	≤60	《中华人民共和国药典》
酸价, mgKOH/g	≤3.0	GB 5009.229
过氧化值, g/100g	≤0.25	GB 5009.227
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

黄曲霉毒素B ₁ , μg/kg	≤5	GB/T 5009.22
六六六, mg/kg	≤0.05	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.05	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
总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥0.4	1 总皂苷的测定
大蒜素（以三硫二丙烯计），mg/100g	≥160	2 大蒜素的测定

1 总皂苷的测定

1.1 原理：保健食品中人参皂苷能与香草醛冰乙酸-高氯酸反应显紫红色，其颜色深浅与含量成正比，以此计算保健食品中人参皂苷的含量。

1.2 试剂

1.2.1 D-101非极性大孔树脂。

1.2.2 中性氧化铝：层析用（100~200目）。

1.2.3 乙醇：分析纯。

1.2.4 高氯酸：分析纯。

1.2.5 冰乙酸：分析纯。

1.2.6 香草醛溶液：称取0.5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至10mL，临用新配。

1.2.7 人参皂苷标准溶液：精确称取人参皂苷Re标准品0.020g，用甲醇溶解并定容至10.0mL，即每1mL含人参皂苷Re2.0mg。

1.3 仪器

1.3.1 分光光度计。

1.3.2 层析柱。

1.3.3 蒸发皿。

1.3.4 容量瓶。

1.4 试样处理：精密称取软胶囊内容物0.5000g，置离心试管中，加约5倍体积的石油醚，振荡，置离心机中离心，弃去离心液，再加入约5倍体积的石油醚，重复上述操作2次，吹干离心所得沉淀物，用约40mL水分次洗涤沉淀物，将沉淀物和洗涤液全部转移至50mL容量瓶中，超声30min至沉淀物完全溶解，放冷，再用水定容至50mL，摇匀，放置，吸取上清液1.0mL进行柱层析。

1.5 柱层析：用10mL注射器作为层析管，内装3cm D-101非极性大孔树脂，上加0.5cm中性氧化铝。先用25mL70%乙醇洗柱，弃去洗脱液，再用25mL水洗柱，弃去洗脱液，精确加入1.0mL已处理好的试样溶液，用2

5mL水洗柱，弃去洗脱液，用25mL70%乙醇洗脱人参皂苷，收集洗脱液于蒸发皿中，置于60℃水浴挥干。以此作显色用。

1.6 显色：在上述已挥干的蒸发皿中准确加入0.2mL 5%香草醛冰乙酸溶液，转动蒸发皿，使残渣溶解，再加0.8mL高氯酸，混匀后移入5mL带塞刻度离心管中，60℃水浴加热10min，取出，冰浴冷却后，准确加入冰乙酸5.0mL，摇匀后，以1cm比色池于560nm波长处与标准管一起比色测定。

1.7 测定：分别吸取人参皂苷20、40、60、80、100 μ L于5支具塞离心管中，60℃挥干，以下操作从“柱层析起…”，与试样相同。测定吸光度值。

1.8 结果计算

$$W = \frac{P \times V \times 100}{M \times 1000}$$

式中：

W—试样中总皂苷含量（以人参皂苷Re计），mg/100g；

P—被测液中人参总皂苷含量， μ g；

M—样品称样量，g；

V—试样被稀释体积倍数。

2 大蒜素的测定

2.1 原理：大蒜油可经丙酮提取，用气相色谱仪分析，采用外标法定量。

2.2 试剂

2.2.1 丙酮：分析纯。

2.2.2 大蒜素标准品：购自中国食品药品检定研究院，0.5mL/支，按三硫二丙烯计含量为88.4%。

2.2.3 标准溶液：称取0.100g大蒜素标准品，置于10mL容量瓶中，用丙酮定容至刻度，该溶液中含大蒜素10.0mg/mL。取该溶液1.0mL，置于10mL容量瓶中，用丙酮定容至刻度，此液中含大蒜素1.0mg/mL。临用新配。

2.3 仪器

2.3.1 气相色谱仪：附氢火焰（FID）检测器、气相工作站或数据处理机。

2.3.2 分析天平：万分之一。

2.3.3 超声清洗机。

2.4 试样提取：精密称取软胶囊内容物2.000g，置10mL容量瓶中，加丙酮适量，反复振荡1min，加丙酮至刻度，摇匀，静置，过滤，进样。

2.5 色谱条件

2.5.1 色谱柱：毛细管柱，填料为聚乙二醇，30m $\times$ 0.25mm $\times$ 0.25 μ m。

2.5.2 柱箱温度：140℃保持8min，以20℃每分钟的速度升温至230℃，保持27min。

2.5.3 进样口温度：250℃。

2.5.4 检测口温度：270℃。

2.5.5 载气：氮气（1mL/min）。

2.5.6 氢气：40mL/min。

2.5.7 空气：400mL/min。

2.5.8 分流进样，分流比1：25。

2.5.9 进样量：0.5 μ L。

2.5.10 大蒜素峰塔板数： $\geq$ 30000。

2.5.11 分离度： $\geq$ 1.5。

2.6 定量分析：外标法，试样中大蒜素色谱峰面积响应值与标准品的色谱峰面积响应值按以下公式计算含量。

2.7 结果计算

$$X = \frac{A_1 \times M_2 \times V_1}{A_2 \times M_1 \times V_2}$$

式中：

X—样品中大蒜素含量，mg/g；

A₁—试样色谱峰面积响应值；

A₂—标准样色谱峰面积响应值；

M₁—样品的称样量，g；

M₂—对照品的称样量，mg；

V₁—试样的定容体积，mL；

V₂—标准溶液的定容体积，mL。

【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. 苜蓿提取物

项 目	指 标
来源	紫花苜蓿 应符合食品安全国家相关标准。
制法	提取（分别10、8倍量50%乙醇80~85℃回流提取2次，每次2h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度180~200℃，出风温度80~100℃）、包装等主要工艺制成。
感官要求	黄色或棕色粉末，具其特有的滋味和气味，无肉眼可见的外来杂质
得率	约15%
总皂苷（以人参皂苷Re计），%	≥1.0
泡沫反应	应产生持久性泡沫
醋酐-硫酸反应	应产生红色环
干燥失重，%	≤9.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
砷（以As计），mg/kg	≤1.0
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

2. 大蒜油

项 目	指 标
来源	食用大蒜
制法	经超临界CO ₂ 萃取（20~25MPa，45~50℃）、包装等主要工艺制成。
感官要求	淡黄色或橙红色，具强烈的大蒜油滋味和气味，无肉眼可见的外来杂质
大蒜素（以三硫二丙烯计），%	≥25.0
比重（20℃）	1.040~1.090
折光度（20℃）	1.559~1.579
水分及挥发物，%	≤0.5
酸价，mgKOH/g	≤3.0
过氧化值，%	≤2.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
砷（以As计），mg/kg	≤1.0
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50

3. 大豆油：应符合GB/T 1535《大豆油》的规定。

4. 大豆磷脂：符合GB 28401《食品安全国家标准 食品添加剂 磷脂》的规定。

5. 蜂蜡：应符合GB/T 24314《蜂蜡》的规定。

6. 明胶：应符合GB 6783《食品安全国家标准 食品添加剂 明胶》的规定。

7. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

8. 甘油：应符合GB 29950《食品安全国家标准 食品添加剂 甘油》的规定。

9. 焦糖色：应符合GB 1886.64《食品安全国家标准 食品添加剂 焦糖色》的规定。

10. 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。