

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20060240

夕阳之光牌枸杞决明维生素A胶囊

【原料】 桑椹、枸杞子、决明子、牛磺酸、维生素C（L-抗坏血酸）、葡萄糖酸锌、葡萄糖酸亚铁、维生素A（维生素A醋酸酯）

【辅料】 玉米淀粉

【生产工艺】 本品经提取（枸杞子、桑椹，8倍量水浸泡0.5h，第1次煎煮提取1.5h，第2次加6倍量水煎煮提取1h）、浓缩、减压干燥（60℃左右，-0.06~-0.08MPa）、混合、辐照灭菌（⁶⁰Co，6kGy）、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】 口服固体药用高密度聚乙烯瓶应符合YBB00122002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	内容物呈浅棕色
滋味、气味	具本品应有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，整洁，无粘连、变形、囊壳破裂等现象，内容物为粉末
杂质	无正常视力可见外来异物

【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
总蒽醌（以1,8-二羟基蒽醌计），mg/100g	10~50	1 总蒽醌的测定
维生素C，g/100g	1.92~4.32	GB 5009.86
维生素A，mg/100g	8.08~18.18	GB 5009.82
锌（以Zn计），mg/100g	40~70	GB 5009.14
铁（以Fe计），mg/100g	71.4~119	GB 5009.90
水分，%	≤7.0	GB 5009.3

灰分, %	≤9.0	GB 5009.4
崩解时限, min	≤30	《中华人民共和国药典》
铅(以Pb计), mg/kg	≤1.5	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

1 总蒽醌的测定

1.1 原理：食品中蒽醌类成分，用酸水解并萃取所得游离态蒽醌可与醋酸镁显色，用比色测定其含量，其颜色强度与游离态蒽醌的含量成正比，以1,8-二羟基蒽醌为标准参照物并以此计算食品中总蒽醌含量。

1.2 试剂

本方法所用试剂除特殊注明外，均为分析纯；所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

1.2.1 过氧化氢溶液（30%）：取过氧化氢300mL，加水溶解并稀释至1L，混匀。

1.2.2 醋酸镁甲醇溶液（5g/1 L）：称取5.0g醋酸镁，加甲醇溶解并稀释至1 L，混匀。

1.2.3 盐酸溶液（1+1）：量取100 mL的蒸馏水置烧杯中，加入100 mL的浓盐酸，混匀。

1.3.4 1,8-二羟基蒽醌标准溶液：精密称取在干燥器中干燥至恒重的1,8-二羟基蒽醌标准品10.0mg，加甲醇溶解，并定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液每毫升含1,8-二羟基蒽醌0.2mg。

1.3 仪器

1.3.1 分光光度计

1.3.2 水浴锅

1.4 分析步骤

1.4.1 标准曲线制备：精密吸取1,8-二羟基蒽醌标准溶液0.05, 0.10, 0.20, 0.40, 0.60, 0.80, 1.00 mL（相当于1,8-二羟基蒽0.01, 0.020, 0.040, 0.080, 0.120, 0.160, 0.20mg）分别置于10mL比色管中，加5g/L醋酸镁甲醇溶液至10.0mL，摇匀，用分光光度计在520nm波长处以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值。以1,8-二羟基蒽醌浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

1.4.2 试样处理

1.4.2.1 试样提取液：称取混合均匀的固体试样2.0g，置于150mL锥形瓶中，加甲醇50mL，于90℃水浴上加热1h，放冷，滤过，即为试样提取液。

1.4.2.2 试样测定液：精密移取试样提取液10.0mL，置于150mL锥形瓶中，蒸干，残渣加水20 mL使溶解，加3.0mL30%过氧化氢溶液、0.5 mL盐酸溶液（1+1），于90℃水浴上回流30min，放冷，用乙醚提取3次，每次20mL，合并乙醚液，用水洗涤2次，每次10mL，乙醚液挥干，残渣用醋酸镁甲醇溶液溶解并转移至10mL容量瓶中，加醋酸镁甲醇溶液稀释至刻度，混匀，此溶液为试样测定液。

1.4.3 试样测定：取试样测定液用分光光度计在520nm波长处，以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值。从标准曲线上查出1,8-二羟基蒽醌含量，计算试样中总蒽醌含量。同时作试样空白实验。

1.4.4 结果计算

$$X = \frac{C \times V_1 \times V_2}{m \times 0.01L} \times 100$$

式中：

X—试样中总蒽醌含量（以1,8-二羟基蒽醌计），mg/100g；

m—试样质量，g；

C—由回归方程计算所得试样测定液蒽醌的浓度，mg/L；

V₁—试样提取液总体积，L

V₂—试样测定液总体积，L

【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	$\leq 0/25g$	GB 4789.10
沙门氏菌	$\leq 0/25g$	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
粗多糖(以葡萄糖计), g/100g	≥ 5.8	1 粗多糖的测定
牛磺酸, g/100g	≥ 5.87	GB 5009.169

1 粗多糖的测定

1.1 原理：食品中相对分子量大于10000的高分子物质在80%乙醇溶液中沉淀，与水溶液中单糖和低聚糖分离，用碱性二价铜试剂选择性的从其他高分子物质中沉淀具有葡萄糖结构的多糖，用苯酚-硫酸反应，以碳水化合物形成比色测定其含量，其颜色强度与粗多糖中葡萄糖的含量成正比，以此计算食品中粗多糖含量。

1.2 仪器

1.2.1 分光光度计。

1.2.2 离心机。

1.2.3 旋转混匀器。

1.3 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。

1.3.1 乙醇溶液（80%）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

1.3.2 NaOH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。

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

1.3.4 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。

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

1.3.6 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。

1.3.7 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。

1.3.8 葡萄糖标准储备液：精密称取相对分子质量 5×10^5 、干燥至恒重的葡萄糖标准品0.5000g，加水溶解并定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液1mL含10.0mg葡萄糖。

1.3.9 葡萄糖标准使用液：吸取葡萄糖标准储备液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含葡萄糖0.10mg。

1.4 标准曲线的绘制：准确吸取葡萄糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL（相当于葡萄糖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，在旋转混匀器上混匀，小心加入浓硫酸10.0mL，于旋转混匀器上小心混匀，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。以葡萄糖浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

1.5 试样处理

1.5.1 试样处理：称取混合均匀的固体试样2.0g，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，于水浴上加热2h，冷却至室温后补加水至刻度。混匀，过滤，弃去初滤液，收集续滤液供沉淀多糖。

1.5.2 沉淀粗多糖：准确吸取1.5.1项终滤液5.0mL置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀5min，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，混匀后供沉淀葡萄糖。

1.5.3 沉淀葡萄糖：精密取1.5.2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，沸水浴中煮沸2min，冷却后以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用洗涤液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复3次操作后，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。此溶液为试样测定液。

1.6 试样测定：精密吸取试样测定液2.0mL置于25mL比色管中，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，在旋转混匀器上混匀，小心加入浓硫酸10.0mL于旋转混匀器上小心混匀，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。从标准线上查出葡萄糖含量，计算试样中粗多糖含量。同时作试样空白实验。

1.7 结果计算

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

式中：

X—试样中粗多糖含量（以葡萄糖计），mg/g；

m₁—试样测定液中葡萄糖的质量，mg；

m₂—试样空白液中葡萄糖的质量，mg；

m—试样质量，g；

V₁—试样提取液总体积，mL；

V₂—沉淀粗多糖所用粗多糖溶试样提取液体积，mL；

V₃—粗多糖溶液体积，mL；

V₄—沉淀葡萄糖所用粗多糖溶液体积，mL；

V₅—试样测定液总体积，mL；

V₆—测定用试样测定溶液体积，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】

桑椹、枸杞子、决明子、牛磺酸、维生素C（L-抗坏血酸）、葡萄糖酸锌、葡萄糖酸亚铁、维生素A（维生素A醋酸酯）、玉米淀粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
