

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20220244

庆优牌灵芝孢子油葡萄籽提取物软胶囊

- 【原料】 灵芝孢子油、葡萄籽提取物
- 【辅料】 明胶、纯化水、甘油、蜂蜡
- 【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	囊皮呈浅黄色透明，内容物呈棕红色至红褐色
滋味、气味	具有本品应有的滋味和气味，无异味
性状	卵圆形软胶囊，整洁、无粘结、无变形、无渗漏或囊壳无破损；内容物为粘稠液体
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
灰分，%	≤5.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
酸价（以脂肪计），mgKOH/g	≤17	GB 5009.229
过氧化值（以脂肪计），gKOH/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
六六六, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
黄曲霉毒素B ₁ , μg/kg	≤10	GB 5009.22
二乙烯苯, μg/kg	≤50	GB/T 24396

【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
三萜类化合物（以胶囊内容物计）， g/100g	≥26.5	1 三萜类化合物的测定
原花青素（以胶囊内容物计）， g/100g	≥13.5	2 原花青素的测定

1 三萜类化合物的测定

1.1 试剂与仪器

1.1.1 试剂：对照品：熊果酸≥98%（由中国食品药品检定研究院提供）、高氯酸（分析纯）、甲醇（分析纯）、无水乙醇（分析纯）、香草醛（分析纯）、冰乙酸（分析纯）。

1.2 仪器：紫外可见分光光度计、水浴锅。

1.3 对照品溶液的制备与标准曲线的绘制：精密称取熊果酸对照品适量、加乙醇制成每1mL含0.2mg的溶液；分别精密吸取熊果酸对照品溶液（0.2mg/mL）0.10mL、0.20mL、0.30mL、0.40mL、0.5mL，分别置于塞式试管中，于100℃水浴上加热蒸干后，再加入0.4mL新制的5%香草醛-冰乙酸溶液及1.0mL高氯酸在60℃恒温水浴中加热15min后移入冰水浴中冷却，再加入5.0mL冰乙酸，摇匀后置于室温，15min后用紫外可见分光光度计于548nm波长下，以相应的试剂为空白，分别测定各对照品溶液的吸光度，以浓度和吸光度为坐标绘制标准曲线。

1.4 样品检测：取样品10粒，挤出内容物于烧杯中，混合均匀后精密称取0.1g置于100mL的容量瓶中，用无水乙醇溶解并稀释至刻度，摇匀、过滤、作为供试品溶液。精密吸取该供试品溶液1.0mL，于100℃水浴上加热蒸干后，再加入0.4mL新制的5%香草醛-冰乙酸溶液及1.0mL高氯酸在60℃恒温水浴中加热15min后移入冰水浴中冷却，再加入5.0mL冰乙酸，摇匀后置于室温，15min后用紫外可见分光光度计于548nm波长下，以相应的试剂为空白，分别测定样品的吸光度。

1.5 计算

$$C \times V \times 100$$

$$X = \frac{\text{—————}}{m \times 1000}$$

式中:

- X—样品中三萜类化合物含量, g/100g;
C—标准曲线上查得样品中熊果酸的浓度, mg/mL;
V—样品的稀释体积, mL;
m—样品的称样量, g。

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置于具塞锥形瓶中, 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. 灵芝孢子油

项 目	指 标
来源	灵芝孢子粉
制法	经破壁（超气流粉碎机破壁）、造粒（20-40目）、烘干、超临界CO ₂ 萃取（压力15MPa，38℃，3-4h）、分离等主要工艺制成
萃取率，%	20±5
破壁率，%	≥98
感官要求	金黄色透明液体，具有孢子油自身的清香、微苦
萜类化合物，g/100g	≥10
过氧化值，g/100g	≤0.20
水分，%	≤1.0
灰分，%	≤2.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5
总砷（以As计），mg/kg	≤0.5
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/100g	≤30
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
致病菌（肠道致病菌或致病性球菌）	不得检出

2. 葡萄籽提取物

项 目	指 标
来源	葡萄籽
制法	经提取（6-10倍量水80-95℃浸提2次，每次1h）、过滤（200目）、柱层析（50-85%乙醇梯度洗脱）、浓缩、喷雾干燥（进风温度185-195℃，出风温度85-95℃）、粉碎、过筛、混合等主要工艺制成
提取率，%	4.0-7.0
感官要求	浅棕红色至红褐色粉末
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
粒度（80目筛），%	≥90
原花青素，g/100g	≥95
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/100g	≤40
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
致病菌（沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌）	不得检出

3. 明胶：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

4. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

5. 甘油：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 蜂蜡：应符合GB 1886.87《食品安全国家标准 食品添加剂 蜂蜡》的规定。
