

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G20190493

良泉牌牛磺酸西洋参胶囊

【原料】 牛磺酸、西洋参提取物、葡萄籽提取物

【辅料】 淀粉、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经过筛、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】

口服固体药用高密度聚乙烯瓶应符合YBB0012200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	具本品应有滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁；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
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤3.0	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
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	≥1.5	1 总皂苷的测定
原花青素, g/100g	≥10.0	2 原花青素的测定
牛磺酸, g/100g	≥26.0	GB 5009.169

1 总皂苷的测定(来源于《保健食品检验与评价技术规范》(2003年版))

1.1 试剂

1.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂, Sigma化学公司、U.S.A.。

1.1.2 正丁醇: 分析纯。

1.1.3 乙醇: 分析纯。

1.1.4 中性氧化铝: 层析用, 100~200目。

1.1.5 人参皂苷Re: 购自中国食品药品检定研究院。

1.1.6 香草醛溶液: 称取5g香草醛, 加冰乙酸溶解并定容至100mL。

1.1.7 高氯酸: 分析纯

1.1.8 冰乙酸: 分析纯

1.1.9 人参皂苷Re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, 即每毫升含人参皂苷Re2.0mg。

1.2 仪器

1.2.1 比色计

1.2.2 层析柱

1.3 实验步骤

1.3.1 试样处理

1.3.1.1 固体试样：称取1.000g左右的试样（根据试样含人参量定），置于100mL容量瓶中，加少量水，超声30min，再用水定容至100mL，摇匀，放置，吸取上清液1.0mL进行柱层析。

1.3.1.2 液体试样：含乙醇的补酒类保健食品，吸取1.0mL试样放水浴挥干，用水溶解残渣，用此液进行柱层析。

非乙醇类的液体试样：吸取1.0mL试样（假如浓度高、或颜色深，需稀释一定体积后再取1.0mL）进行柱层析。

1.3.2 柱层析：用10mL注射器作层析管，内装3cmAmberlite-XAD-2大孔树脂，上加1cm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（见1.3.1），用25mL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。

1.3.3 显色：在上述已挥干的蒸发皿中准确加入0.2mL5%香草醛冰乙酸溶液，转动蒸发皿，使残渣都溶解，再加0.8mL高氯酸，混匀后移入5mL带塞刻度离心管中，60℃水浴上加热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进行比色测定。

1.3.4 标准管：吸取人参皂苷Re标准溶液（2.0mg/mL）100μL放蒸发皿中，放在水浴挥干（低于60℃），或热风吹干（勿使过热），以下操作从“1.3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

1.4 计算：

$$X = \frac{A_1}{A_2} \times C \times \frac{V}{m} \times \frac{100}{1000} \times \frac{1}{1000}$$

式中：

X—试样中总皂苷含量（以人参皂苷Re计），g/100g；

A₁—被测液的吸光度值；

A₂—标准液的吸光度值；

C—标准管人参皂苷Re的量，μg；

V—试样稀释体积，mL；

m—试样质量，g。

计算结果保留二位有效数字。

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：NH₄Fe(SO₄)₂·12H₂O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. 牛磺酸：应符合GB 14759《食品安全国家标准 食品添加剂 牛磺酸》的规定。

2. 西洋参提取物

项 目	指 标
来源	西洋参为五加科植物西洋参 <i>Panax quinquefolium</i> L.的根 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（12倍量70%乙醇80℃回流提取2次、每次2h）、过滤、减压浓缩、喷雾干燥（进风温度170℃，出风温度90℃）、过筛、包装等主要工艺制成

提取率, %	约16
感官要求	淡黄色至褐色粉末, 具本品应有的滋味、气味, 无异味, 无正常视力可见外来异物
总皂苷, %	≥10.0
水分, %	≤8.0
灰分, %	≤6.0
粒度	95%通过80目筛
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
六六六, mg/kg	≤1.0
滴滴涕, 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
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

3. 葡萄籽提取物

项 目	指 标
来源	葡萄(Vitis)的种子
制法	提取(10倍量75%乙醇60℃回流提取2次, 每次1.5h)、过滤、减压浓缩、喷雾干燥(进风温度175℃, 出风温度95℃)、过筛、包装等主要工艺制成
提取率, %	约5
感官要求	红棕色粉末, 具本品应有的滋味、气味, 无异味, 无正常视力可见外来异物
原花青素, %	≥60.0
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
粒度	95%通过100目筛
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
六六六, mg/kg	≤1.0
滴滴涕, 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
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

4. 淀粉: 应符合《中华人民共和国药典》中“玉米淀粉”的规定。

5. 硬脂酸镁: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

