

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G20230076

思问牌杨梅提取物胶囊

【原料】 杨梅提取物

【辅料】 无

【生产工艺】 本品经装囊、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	内容物呈紫红至紫黑颜色，色泽均匀
滋味、气味	具有相应水果的香气及滋味，味涩，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，无变形无破裂等现象，内容物为均匀一致的粉末，无结块
杂质	无正常视力可见杂质

【鉴别】

颜色反应：于白瓷比色板上分别滴入1%样品50%乙醇液1-2滴，颜色应为紫红色；加入10%强酸（盐酸）或弱酸（乙酸）溶液1滴，颜色均变为鲜红色；加入10%强碱（氢氧化钠）溶液1滴，颜色应变为黄色。

最大吸收峰鉴别：取样品约0.1g，加50%乙醇定容到100mL。从中取10mL，再以0.02M盐酸溶液定容至100mL，此液在515±5nm附近有最大吸收峰。

【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, g/100g	≤3.0	GB 5009.4
水分, g/100g	≤9.0	GB 5009.3中“第二法 减压干燥法”
崩解时限, min	≤60	《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	≤0.1	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	≤1000	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

【功效成分含量测定】应符合表4的规定。

表4 功效成分含量测定

项 目	指 标	检测方法
花青素(按干燥品计), g/100g	≥40.0	GB/T 22244
矢车菊素-3-0-葡萄糖苷(按干燥品计), g/100g	≥6.0	1 矢车菊素-3-0-葡萄糖苷的测定

1 矢车菊素-3-0-葡萄糖苷的测定

1.1 原理: 采用HPLC法测定单体成分矢车菊素-3-0-葡萄糖苷含量

1.2 试剂和对照品

1.2.1 乙腈, 色谱纯。

1.2.2 盐酸, 分析纯。

1.2.3 甲醇, 色谱纯。

1.2.4 甲酸, 分析纯。

1.2.5 0.02M盐酸溶液: 取盐酸2 mL, 置于1000mL容量瓶中, 加水定容至刻度, 摇匀。

1.2.6 对照品: 矢车菊素-3-0-葡萄糖苷, HPLC纯≥98%

1.3 仪器和设备

1.3.1 高效液相色谱仪; 十万分之一分析天平; 超声波清洗器。

1.4 试样制备

1.4.1 对照品溶液的制备: 称取矢车菊素-3-0-葡萄糖苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每1ml各含0.04 mg的混标溶液, 冷冻保存, 临用前以0.02M盐酸溶液稀释3倍, 即得。

1.4.2 供试品溶液的制备: 称取100 mg试样, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇100mL, 称定重量, 超声处理10分钟, 放冷, 补足减失重量, 用微孔滤膜(0.45μm)滤过, 冷冻保存, 临用前以0.02M盐酸溶液稀释3倍, 即得。

1.5 操作步骤

1.5.1 色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基键合硅胶为填充剂; 乙腈-甲酸-水(15: 1: 100)为流动相; 检测波长为515nm。分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各20μL, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

1.6 结果计算

矢车菊素-3-葡萄糖苷质量百分含量按式(1)计算:

$$\text{矢车菊素-3-葡萄糖苷 (\%)} = \frac{A_1 \times C \times 3 \times 100}{A_2 \times M} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A₁—供试品的峰面积;

A₂—对照品的峰面积;

C—对照品的浓度, mg/mL;

M—供试品重量, mg。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

【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. 杨梅提取物: 应符合下表规定, 其余指标应符合GB 31622《食品安全国家标准 食品添加剂 杨梅红》的规定

项 目	指 标
制法	取新鲜杨梅脱核挤压去汁、取绞碎果肉、浸提(2倍量90%乙醇溶液于常温浸泡24h)、抽滤、回收乙醇、浓缩液以5%盐酸调pH1-3、过LSA-33大孔吸附树脂柱吸附(先水洗2倍柱体积、再用60%乙醇3倍洗脱)、浓缩、喷雾干燥(进风温度110℃, 出风温度80℃)等主要工艺制成
得率, %	0.2-0.4
感官要求	紫红色至红黑色粉末
花青素(按干燥品计), g/100g	≥40.0
矢车菊素-3-O-葡萄糖苷(按干燥品计), g/100g	≥6.0
灰分, g/100g	≤3.0
水分, g/100g	≤9.0
铅(以Pb计), mg/kg	≤1.5
总砷(以As计), mg/kg	≤1.0
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.3
大孔树脂残留二乙烯苯, μg/kg	≤50
农残(六六六和滴滴涕), mg/kg	≤0.1
菌落总数, CFU/g	≤1000
大肠菌群, MPN/100g	≤92
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	不得检出
沙门氏菌	不得检出