

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20220091

天昱棠牌低聚异麦芽糖低聚木糖胶囊

- 【原料】 低聚异麦芽糖、低聚木糖、火麻仁提取物
- 【辅料】 无
- 【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】 塑料瓶应符合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	内容物呈浅黄色
滋味、气味	具有本品特有的滋味和气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，无破裂、变形；内容物为粉末状
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
崩解时限, min	≤30	《中华人民共和国药典》
水分, %	≤9.0	GB 5009.3
灰分, %	≤3.0	GB 5009.4
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	≤0.2	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
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
低聚木糖, g/100g	≥14.1	1 低聚木糖的测定
低聚异麦芽糖, g/100g	≥66.7	2 低聚异麦芽糖的测定

1 低聚木糖的测定

1.1 原理：样品用乙醇水溶液沉淀大分子多糖及高聚合度木糖，溶液经硫酸水解，使低聚木糖组分解变为木糖。采用高效液相色谱定量测定样品中原有木糖的含量和样品中低聚木糖经硫酸水解后木糖的含量，二者之差除以平均转化系数即得到样品中低聚木糖的含量。

1.2 仪器

1.2.1 高效液相色谱仪，配示差折光检测器。

1.2.2 恒温水浴锅。

1.3 试剂

除非另有说明，所有试剂均为分析纯。

1.3.1 水：GB/T 6682规定的一级水。

1.3.2 4mol/L硫酸：98%硫酸用水稀释而成。

1.3.3 10%氢氧化钠：取10.0g氢氧化钠，加入90mL水溶解即可。

1.3.4 无水乙醇。

1.3.5 乙腈：色谱纯。

1.3.6 木糖对照品：纯度99%。

1.3.7 木糖标准溶液：准备称取0.4g木糖（精确到0.0001g），用超纯水溶解，并定容到100mL，摇匀。然后用一级水稀释成浓度分别为0.10mg/mL、0.50mg/mL、1.00mg/mL、2.00mg/mL、4.00mg/mL的系列标准溶液。

1.4 测定步骤

1.4.1 样品处理

1.4.1.1 水解前待测液的制备：准确称取约1.0g样品，置于50.0mL烧杯中，加15.0mL水溶解样品，并转入50mL容量瓶中，再加水10.0mL（分2次）洗涤烧杯并转入容量瓶中，最后用无水乙醇定容至刻度（乙醇占溶液体积的50%），摇匀，离心，取上清液10.0mL，置于小烧杯中，放于50℃水浴锅中挥去乙醇，然后用水定容至10.0mL比色管中。该溶液为样品水解前试样溶液。取1mL水解前试样液用0.45μm水相滤膜过滤，供高效液相色谱仪分析。

1.4.1.2 水解后待测液的制备：取水解前待测液5.0mL，置于50mL三角瓶中，加入4mol/L硫酸0.9mL，加盖封口膜，于100℃水解2h后冷却至室温，用10%NaOH溶液中和水解液至PH值6~7，转入25.0mL的容量瓶，

加水定容至刻度，混匀后得水解后试样液。取1mL水解后试样液用0.45μm水相滤膜过滤，供高效液相色谱仪分析。

1.4.2 色谱条件

1.4.2.1 色谱柱：氨基液相色谱柱，250mm×4.60mm，5μm。

1.4.2.2 流动相：乙腈+水（75+25，V/V）。

1.4.2.3 流速：1.0mL/min。

1.4.2.4 柱温：35℃。

1.4.2.5 进样量：20μL。

1.4.3 色谱测定：分别取水解前后待测液及系列标准溶液20μL进液相色谱分离测定，以保留时间定性，以木糖质量浓度与相对应的峰面积绘制工作曲线，获得线性回归方程及相关系数，以此计算水解前后待测液中木糖的浓度。

1.5 计算结果

试样水解前试样中木糖的含量，按下式计算：

$$X_1 = \frac{c_1 \times V}{m}$$

式中：

X_1 —试样水解前试样中木糖的含量，mg/g；

c_1 —水解前待测液木糖的质量浓度，mg/mL；

V —定容体积，50mL；

m —样品的质量，g。

试样水解后试样中木糖的含量，按下式计算：

$$X_2 = \frac{c_2 \times V \times 5}{m}$$

式中：

X_2 —试样水解后试样中木糖的含量，mg/g；

c_2 —水解后待测液木糖的质量浓度，mg/mL；

V —定容体积，50mL；

5—样品水解过程中的稀释倍数；

m —样品的质量，g。

试样中低聚木糖含量，按下式进行计算：

$$X = \frac{X_2 - X_1}{1.06}$$

式中：

X —样品中低聚木糖含量（以木二糖计），mg/g；

X_1 —试样水解前试样中木糖的含量，mg/g；

X_2 —试样水解后试样中木糖的含量，mg/g；

1.06—低聚木糖和木糖的平均转化系数。

2 低聚异麦芽糖的测定

2.1 原理：低聚糖各组分用高效液相色谱法分离并定量测定。以乙腈、水作流动相，在碳水化合物分析柱上糖的分离顺序是先单糖后双糖，先低聚后多聚，以示差折射检测器检测。

2.2 仪器

2.2.1 高效液相色谱仪：WatersHPLC，510泵，410示差折射检测器，数据处理装置。

2.2.2 超声波振荡器。

2.2.3 微孔过滤器（0.45μm滤膜）。

2.3 试剂

2.3.1 乙腈：色谱纯。

2.3.2 水：三蒸水并经Milli-Q超纯处理。

2.3.3 低聚糖对照品：低聚糖难得纯品，故可用厂家提供的基料为对照品。异麦芽低聚糖有液体、固

状，一般含量>50%。

2.3.4 对照样品溶液：根据保健食品所强化的品种，准确称取异麦芽低聚糖基料分别置于100mL的容量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，配成异麦芽低聚糖5~10mg/mL的对照品溶液。

2.4 测定步骤

2.4.1 样品处理：用精度0.0001g的分析天平准确称取已均匀的样品（由于低聚糖原料含量不一，样品中的强化量也不同，所以样品的称量应控制在使低聚糖最终的进样浓度5~10mg/mL为宜），置于100mL容量瓶中，加水约80mL，于超声波振荡器中振荡提取30min，加水至刻度，摇匀，用0.45μm滤膜过滤后直接进样测定。

2.4.2 色谱条件

2.4.2.1 色谱柱：Waters碳水化合物分析柱，300mm×3.9mm。

2.4.2.2 柱温：35℃。

2.4.2.3 流动相：乙腈+水（75+25，V/V）。

2.4.2.4 流速：1~2mL/min。

2.4.2.5 检测器灵敏度：16X。

2.4.2.6 进样量：10~25μL。

2.4.3 样品测定：取样品处理液和对照品溶液各10~25μL注入高效液相色谱仪进行分离。以对照品峰的保留时间定性，以其峰面积计算出样液中被测物质的含量。异麦芽低聚糖的分离顺序为：葡萄糖、麦芽糖、异麦芽糖、潘糖（panose）、异麦芽三糖、异麦芽四糖、异麦芽四糖以上。

2.5 结果计算

2.5.1 异麦芽低聚糖占总糖的百分比含量：因为各组分为同系物，所以可用面积归一法计算各组分总面积值及各组分占固形物（总糖）的百分含量。

$$\text{异麦芽低聚糖占总糖的含量 (\%)} = \frac{S_3 + S_4 + \cdots S_7}{S_1 + S_2 + S_3 + S_4 + \cdots S_7} \times 100$$

式中：

S_1 —葡萄糖的峰面积；

S_2 —麦芽糖的峰面积；

$S_3 + \cdots S_7$ ——异麦芽糖、潘糖、异麦芽三糖、异麦芽四糖、异麦芽四糖以上的峰面积。

注：以上数值均可在积分仪中直接读出。

2.5.2 异麦芽低聚糖在样品中的百分含量：

$$\text{异麦芽低聚糖含量 (\%)} = \frac{S \times m_1 \times V \times c}{S_1 \times m \times V_1} \times 100$$

式中：

S—样品中各异麦芽低聚糖组分的峰面积总和；

S_1 —对照样品溶液中各异麦芽低聚糖组分的峰面积总和；

m_1 —对照样品质量，g；

c—对照样品中各异麦芽低聚糖组分占固形物（总糖）实测的百分含量；此项由结果计算2.5.1求出；

V—样品定容体积，mL；

V_1 —对照样品定容体积，mL；

m—样品质量，g。

【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. 低聚异麦芽糖：应符合GB/T 20881《低聚异麦芽糖》的规定。

2. 低聚木糖：应符合QB/T 2984《低聚木糖》的规定。

3. 火麻仁提取物

项 目	指 标
-----	-----

来源	火麻仁
制法	经粉碎、投料、提取（8倍量水80℃回流提取2次，每次2h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度180-190℃，出风温度75-85℃）、粉碎、包装等主要工艺加工制成
提取率	10: 1
感官要求	棕红色粉末、无异味、无肉眼可见的外来杂质
总黄酮，mg/g	≥5.0
干燥失重，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
颗粒目数	100%过80目
重金属，mg/kg	≤10
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
总砷（以As计），mg/kg	≤2.0
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤30000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠杆菌	不得检出
沙门氏菌	不得检出