

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G20210108

润龙牌绞股蓝茶多酚胶囊

- 【原料】 纳豆粉、茶多酚、绞股蓝提取物、何首乌提取物
- 【辅料】 玉米淀粉
- 【生产工艺】 本品经过筛、混合、辐照灭菌（⁶⁰Co，4kGy）、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	内容物呈棕黄色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，无粘连、变形、漏囊等现象；内容物为粉末
杂质	无肉眼可见的外来异物

【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	50~150	1 总蒽醌的测定
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
水分，%	≤9	GB 5009.3
灰分，%	≤7.0	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	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
黄曲霉毒素B ₁ , µg/100g	≤10	GB 5009.22

1 总蒽醌的测定

1.1 试剂

1.1.1 混合碱溶液: 取体积的10%氢氧化钠溶液-4%氨溶液混合。

1.1.2 混合酸溶液: 25%盐酸溶液2mL, 加冰醋酸18mL。

1.2 仪器

1.2.1 725型分光光度计。

1.2.2 沸水浴箱。

1.2.3 全波回流装置。

1.3 对照品溶液的制备: 配制成含1, 8-二羟基蒽醌对照品0.08mg/mL的溶液(先用冰醋酸配成含1, 8-二羟基蒽醌对照品0.8mg/mL, 临用时再用冰醋酸稀释10倍)。

1.4 供试品溶液的制备: 精密称取样品0.125g, 置于100mL圆底烧瓶中, 加混合酸溶液6mL, 在沸水浴中回流15min, 放冷, 加乙醚30mL提取, 提取液通过脱脂棉滤入分液漏斗中, 继续用乙醚洗涤残渣二次, 每次5mL, 残渣再加混合酸4mL, 在沸水浴中回流15min, 放冷, 用乙醚20mL提取, 并用乙醚洗涤残渣二次, 每次5mL, 合并乙醚液于分液漏斗中, 分别用水30, 20mL振摇二次, 弃去水洗液, 乙醚液用混合碱溶液50, 20, 20mL提取三次, 合并碱提取液, 置之于100mL容量瓶中, 加混合碱溶液至刻度, 混匀后取约50mL置100mL锥形瓶中, 称重(准确至0.01g), 置沸水浴中回流30min, 取出, 迅速冷至室温, 称重, 补加10%氨水液到原来重量, 混匀待测。

1.5 标准曲线的制备: 分别精密吸取含蒽醌0.08mg/mL的标准液0.00、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL, 分别置于10mL量瓶中, 加混合碱溶液至刻度, 混匀, 于暗处放置30min, 以混合碱溶液为空白, 在525nm波长处, 分别测定样品和标准液的吸光度, 以浓度为横坐标、吸收度为纵坐标制作标准曲线, 求回归方程并计算样品中总蒽醌的含量。

1.6 结果计算

$$\text{样品中总蒽醌含量 (mg/100g)} = \frac{A \times 10 \times 100}{W}$$

式中:

A—样品相当于标准系列中的蒽醌的量, mg;

W—样品重, g。

【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
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
茶多酚, %	≥7	GB/T 8313
总皂苷（以人参皂苷Re计）， g/100g	≥0.8	1 总皂苷的测定

1 总皂苷的测定

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：称取1g左右的试样，精密称定，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。
- 1.3.2 柱层析：用10mL注射器作层析管，内装3cmXAD-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，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（158μg）100μL放蒸发皿中，放在水浴挥干（低于60℃），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）；
- 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；
- V—试样稀释体积；
- m—试样质量。

计算结果保留二位有效数字。

【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. 纳豆粉

项 目	指 标
-----	-----

来源	黄豆
工艺	经清洗、浸泡、蒸煮、接种（80~90℃无菌接种枯草芽孢杆菌）、发酵（37℃，培养24h，再放入4℃环境中，培养24h）、真空冷冻干燥（-35℃~-40℃）、粉碎、过筛等主要工艺制成
感官要求	棕色或棕黄色粉末，有轻微豆香
水分，%	≤10
蛋白质	≥35
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
黄曲霉毒素B ₁ ，μg/100g	≤10
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
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

2. 茶多酚

项 目	指 标
来源	绿茶
制法	经粉碎、过筛、提取（60%乙醇70℃提取3次，每次2h）过滤、减压浓缩、减压干燥（温度60℃~70℃，真空度0.04~0.05MPa）、粉碎、过筛、包装等
感官要求	棕黄色粉末
提取得率，%	16~24
网筛孔径	80
含量，%	≥60
灰分，%	≤5
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
干燥失重，%	≤5
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
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

3. 绞股蓝提取物

项 目	指 标
来源	绞股蓝 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、过筛、提取（6倍量70%乙醇70℃提取3次，每次1h）、过滤、减压浓缩、减压干燥（60℃~70℃，0.04~0.05MPa）、粉碎、过筛、包装等主要工艺制成
感官要求	棕黄色粉末，具有特的气味
提取率，%	11.9~13.3
筛网孔径	80目
总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥10
灰分，%	≤5
水分，%	≤5
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
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g

金黄色葡萄球菌	≤0/25g
---------	--------

4. 何首乌提取物

项 目	指 标
来源	何首乌 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、过筛、提取（7倍量纯化水、100℃提取3次、每次1.5h）、过滤、减压浓缩、喷雾干燥（进风温度150℃，出风温度80℃）、粉碎、过筛、包装等主要工艺制成
感官要求	棕黄色粉末，具特有气味
提取率，%	13.5~15.2
筛网孔径	80目
总蒽醌（以1, 8-二羟基蒽醌计），g/100g	0.4~1.2
灰分，%	≤5
水分，%	≤5
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
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

5. 玉米淀粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
