

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G20140110

华信牌玫瑰花葡萄籽提取物珍珠粉软胶囊

【原料】 当归提取物、葡萄籽提取物、红花提取物、玫瑰花提取物、珍珠粉

【辅料】 月见草油、明胶、纯化水、甘油、蜂蜡、黑氧化铁

【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	囊皮呈黑色，内容物呈红褐色，色泽均匀
滋味、气味	具本产品特有气味，无异味
性状	软胶囊，完整光洁；内容物为粘稠油状物
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，mgKOH/g	≤5.0	GB 5009.229
过氧化值，g/100g	≤0.25	GB 5009.227
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

镉（以Cd计），mg/kg	≤0.5	GB 5009.15
铜（以Cu计），mg/kg	≤10	GB 5009.13
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

【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	≤0.4	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
原花青素，g/100g	≥4.3	1 原花青素的测定
总黄酮（以芦丁计），mg/100g	≥27.6	2 总黄酮的测定

1 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））

1.1 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。

1.2 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。

1.3 试剂

1.3.1 甲醇：分析纯。

1.3.2 正丁醇：分析纯。

1.3.3 盐酸：分析纯。

1.3.4 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。

1.3.5 原花青素标准品：葡萄籽提取物，纯度95%。

1.4 仪器

1.4.1 分光光度计。

1.4.2 回流装置。

1.5 分析步骤

1.5.1 试样的制备

1.5.1.1 片剂：取20片试样，研磨成粉状。

1.5.1.2 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。

1.5.1.3 口服液：摇匀后取样。

1.5.2 提取

1.5.2.1 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。

1.5.2.2 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。

1.5.2.3 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。

1.5.3 测定

1.5.3.1 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。

1.5.3.2 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。

1.6 分析结果表述：试样中原花青素测定结果按（1）式计算。

1.6.1 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。

1.6.2 结果表示：计算结果保留三位有效数字。

1.7 技术参数

1.7.1 相对标准偏差：<10%。

1.7.2 回收率：84.6~94.4%。

2 总黄酮的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

2.1 试剂

2.1.1 聚酰胺粉

2.1.2 芦丁标准溶液：称取5.0mg芦丁，加甲醇溶解并定容至100mL，即得50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

2.1.3 乙醇：分析纯。

2.1.4 甲醇：分析纯。

2.2 分析步骤

2.2.1 试样处理：称取一定量的试样，加乙醇定容至25mL，摇匀后，超声提取20min，放置，吸取上清液1.0mL，于蒸发皿中，加1g聚酰胺粉吸附，于水浴上挥去乙醇，然后转入层析柱。先用20mL苯洗，苯液弃去，然后用甲醇洗脱黄酮，定容至25mL。此液于波长360nm测定吸收值。同时以芦丁为标准品，测定标准曲线，求回归方程，计算试样中总黄酮含量。

2.2.2 芦丁标准曲线：吸取芦丁标准溶液0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL于10mL比色管中，加甲醇至刻度，摇匀，于波长360nm比色。求回归方程，计算试样中总黄酮含量。

2.3 计算和结果表示：

$$X = \frac{A \times V_2 \times 100}{V_1 \times M \times 1000}$$

式中：

X—试样中总黄酮的含量，mg/100g；

A—由标准曲线算得被测液中黄酮量， μg ；

M—试样质量，g；

V_1 —测定用试样体积，mL；

V_2 —试样定容总体积，mL。

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. 当归提取物

项 目	指 标
来源	当归 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（15倍70%乙醇回流提取2次，每次2h， $\geq 85^{\circ}\text{C}$ ）、浓缩、喷雾干燥（进口温度 $170\sim 195^{\circ}\text{C}$ ，塔内温度 $90\sim 100^{\circ}\text{C}$ ）、混合、包装等主要工艺制成
提取率，%	38~40
感官要求	棕黄色粉末，具特殊气味
阿魏酸，%	≥ 0.5
水分，%	≤ 5
灰分，%	≤ 5
铅（以Pb计），mg/kg	≤ 0.5
总砷（以As计），mg/kg	≤ 0.3
总汞（以Hg计），mg/kg	≤ 0.3
农药残留，mg/kg	≤ 2
网筛孔径，目	80
菌落总数，CFU/g	≤ 1000
霉菌和酵母，CFU/g	≤ 50
大肠菌群，MPN/g	≤ 0.4
沙门氏菌	$\leq 0/25\text{g}$
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25\text{g}$

2. 葡萄籽提取物

项 目	指 标
来源	葡萄籽 应符合相关食品安全国家标准的规定
制法	经提取（70%乙醇回流提取3次，分别是4倍量提取2h、3倍量提取1h、3倍量提取1h， $\geq 85^{\circ}\text{C}$ ）、浓缩、喷雾干燥（进口温度 $170\sim 195^{\circ}\text{C}$ ，塔内温度 $90\sim 100^{\circ}\text{C}$ ）、混合、包装等主要工艺制成
提取率，%	3.5~4.0
感官要求	棕红色粉末，具特殊气味
原花青素，%	≥ 60
水分，%	≤ 5
灰分，%	≤ 5
重金属，mg/kg	≤ 10
网筛孔径，目	≤ 100
菌落总数，CFU/g	≤ 1000
霉菌和酵母，CFU/g	≤ 50
大肠菌群，MPN/g	≤ 0.4
沙门氏菌	$\leq 0/25\text{g}$
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25\text{g}$

3. 红花提取物

项 目	指 标
来源	红花 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（水提取3次，分别8倍量提取2h、6倍量提取1.5h、6倍量提取1.5h， $\geq 95^{\circ}\text{C}$ ）、浓缩、喷雾干燥（进口温度 $170\sim 195^{\circ}\text{C}$ ，塔内温度 $90\sim 100^{\circ}\text{C}$ ）、混合、包装等主要工艺制成
提取率，%	25~30
感官要求	棕黄色粉末，特殊气味
羟基红花黄色素A，mg/g	≥ 0.5
规格	20: 1
水分，%	≤ 5
灰分，%	≤ 5
重金属，mg/kg	≤ 10
总砷（以As计），mg/kg	≤ 2
农药残留，mg/kg	≤ 2
网筛孔径，目	100
菌落总数，CFU/g	≤ 1000
霉菌和酵母，CFU/g	≤ 50
大肠菌群，MPN/g	≤ 0.4
沙门氏菌	$\leq 0/25\text{g}$
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25\text{g}$

4. 玫瑰花提取物

项 目	指 标
来源	玫瑰花 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（ 95°C 水提取3次，分别8倍量提取2h、6倍量提取1.5h、6倍量提取1.5h）、浓缩、喷雾干燥（进口温度 $170\sim 195^{\circ}\text{C}$ ，塔内温度 $90\sim 100^{\circ}\text{C}$ ）、混合、包装等主要工艺制成
提取率，%	30~35
感官要求	棕红色粉末，具特殊气味
总黄酮（以芦丁计），mg/g	≥ 5.0
规格	10: 1
水分，%	≤ 5
灰分，%	≤ 5
重金属，mg/kg	≤ 10
总砷（以As计），mg/kg	≤ 2
铅（以Pb计），mg/kg	≤ 2
网筛孔径，目	100
菌落总数，CFU/g	≤ 1000
霉菌和酵母，CFU/g	≤ 50
大肠菌群，MPN/g	≤ 0.4
沙门氏菌	$\leq 0/25\text{g}$
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25\text{g}$

5. 珍珠粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 月见草油：应符合WS-10001-（HD-0598）-2002《国家药品标准 月见草油》的规定。

7. 明胶：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

8. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

9. 甘油：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 10. 蜂蜡：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 11. 黑氧化铁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-