

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20090313

千拜儿牌葡琪胶囊

【原料】 葡萄籽提取物、茶多酚、壳聚糖、维生素C（抗坏血酸）、维生素E醋酸酯干粉（d1- α -琥珀酸生育酚、辛烯基琥珀酸淀粉钠、二氧化硅）

【辅料】 玉米淀粉

【生产工艺】 本品经粉碎、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	内容物呈棕色
滋味、气味	具有本品特有的香气，味苦，无异味
性状	硬胶囊，应整洁，不得有粘结、变形或破裂现象；内容物为粉末，应干燥、疏松、混合均匀
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
崩解时限, min	≤ 30	《中华人民共和国药典》
水分, %	≤ 9.0	GB 5009.3
灰分, %	≤ 9.0	GB 5009.4
维生素C, g/100g	0.728~1.638	GB 5009.86
维生素E, g/100g	0.448~1.008	GB 5009.82
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
原花青素, g/100g	≥6.9	1 原花青素的测定
儿茶素(以EGCG计), g/100g	≥8.0	2 儿茶素的测定

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。

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 结果计算：

$$X(\%) = \frac{m_1 \times v \times 1000}{m \times 1000 \times 1000} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

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 儿茶素的测定

2.1 试剂

2.1.1 甲醇（色谱纯）。

2.1.2 磷酸（分析纯）。

2.1.3 乙醇（分析纯）。

2.1.4 超纯水：用超纯水器制备。

2.1.5 EGCG标准溶液：准确称取EGCG标准品（sigma公司）0.0050g，置于10mL容量瓶中，加甲醇溶解并定容到刻度，混匀后，即得标准储备液，于-20℃低温冰箱保存。临用时，分别吸取上述标准储备液1.0、3.0、5.0mL，置于10mL容量瓶中，用超纯水定容、混匀后，即为标准溶液。

2.2 仪器

2.2.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器。

2.2.2 超声波清洗器。

2.2.3 分析天平（万分之一）。

2.3 样品处理：准确称取样品内容物0.1g，置于100mL容量瓶中，加入80mL提取液[乙醇-水=7:3(v/v)]，超声提取30min，冷却后以提取液定容到刻度，混匀，经0.45 μm 滤膜过滤后待进样。

2.4 色谱条件

2.4.1 色谱柱：C₁₈柱，150×4.6mm，5 μm 。

2.4.2 流动相：0.1% H_3PO_4 的水溶液-甲醇=80:20(v/v)。

2.4.3 流速：1.0mL/min。

2.4.4 柱温：35℃。

2.4.5 检测波长：210nm。

2.4.6 进样量：10.0 μL 。

2.5 样品测定：量取10.0 μL 标准系列溶液及样品液，注入色谱仪中，以保留时间定性，以峰面积外标法定量。

2.6 结果计算：

$$X = \frac{C}{m/V \times 1000} \times 100$$

式中：

X—样品中儿茶素的含量（以EGCG计），g/100g；

C—样品待测液中EGCG的浓度，mg/mL；

V—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. 葡萄籽提取物：

项 目	指 标
来源	葡萄籽 应符合食品安全国家相关标准
制法	经粉碎、提取（80%乙醇回流提取3次，每次1.5 h）、减压浓缩、软水溶解萃取三次、大孔树脂柱层析、洗脱、浓缩、过滤、喷雾干燥（进风温度140~190℃，出风温度75~85℃）、粉碎、混合、包装等主要工艺加工制成。
提取率，%	7
感官要求	红棕色粉末，具产品特殊气味
原花青素（UV），%	≥60.0
粒度，目	80
干燥失重，%	≤5.0
灰分，%	≤1.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤3.0
总砷（以As计），mg/kg	≤2.0
镉（以Cd计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.1
溶剂残留，%	≤0.5
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌和酵母，CFU/g	≤100
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	0/25g
金黄色葡萄球菌	0/25g

2. 茶多酚：应符合GB 1886.211《食品安全国家标准 食品添加剂 茶多酚（又名维多酚）》的规定。

3. 壳聚糖：应符合GB 29941《食品安全国家标准 食品添加剂 脱乙酰甲壳素（壳聚糖）》的规定。

4. 维生素C（抗坏血酸）：应符合GB 14754《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素C（抗坏血酸）》的规定。

5. 维生素E醋酸酯干粉（dl-α-琥珀酸生育酚、辛烯基琥珀酸淀粉钠、二氧化硅）：

项 目	指 标
来源	dl-α-琥珀酸生育酚、辛烯基琥珀酸淀粉钠、二氧化硅
制法	经溶解、乳化、喷雾干燥（进风温度140~180℃，出风温度75~85℃）、混合、过筛、等主要工艺加工制成。
感官要求	白色至类白色流动性粉末
粒度，目	80

干燥失重, %	≤5.0
维生素E, %	≥50.0
铅(以Pb计), mg/kg	≤2.0
总砷(以As计), mg/kg	≤2.0
重金属(以Pb计), mg/kg	≤10.0
菌落总数, CFU/g	≤1000
霉菌和酵母, CFU/g	≤100
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	0/25g
金黄色葡萄球菌	0/25g

6. 玉米淀粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
