

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G20210064

善存®葡萄籽软胶囊

- 【原料】 葡萄籽提取物
- 【辅料】 大豆油、明胶、纯化水、甘油、维生素C（抗坏血酸）、蜂蜡、维生素E（d-α-醋酸生育酚浓缩物）、二氧化钛、焦糖色、胭脂虫红
- 【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，药用聚酯/铝/聚乙烯封口垫片应符合YBB00152005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	囊壳呈紫色，内容物呈棕色
滋味、气味	具本品特有的气味，无异味
性状	软胶囊，表面光滑，无破损，内容物混悬油状物
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
维生素C，g/100g	3.0~5.6	1 维生素C的测定
维生素E（以d-α-生育酚计），g/100g	1.3~2.5	GB 5009.82
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	≤2.0	GB 5009.229
过氧化值，g/100g	≤0.25	GB 5009.227

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	≤0.2	GB/T 5009.19
黄曲霉毒素B ₁ ，μg/kg	≤10	GB 5009.22

1 维生素C的测定

1.1 原理：试样通过直接用草酸提取后用HPLC检测，或通过先用异丙醇进行分散，再用草酸提取后用HPLC检测

1.2 试剂

1.2.1 0.1%草酸（AR）溶液（W/V）：称取1.0g草酸，定容至1000mL。

1.2.2 异丙醇：色谱纯。

1.2.3 维生素C对照品：中国药品生物制品检定所。

1.3 仪器

1.3.1 高效液相色谱仪，带紫外检测器或者二极管阵列检测器。

1.3.2 涡旋振荡器。

1.3.3 离心机。

1.3.4 天平：感量为0.01mg。

1.3.5 超声波提取器。

1.4 标准品溶液的配制

1.4.1 标准储备溶液的配制：准确称取维生素C对照品20mg，置于25mL棕色容量瓶中，用0.1%草酸溶液溶解并稀释至刻度，置于超声波提取器中超声波提取5min，取出，冷却至室温，定容，摇匀。

1.4.2 标准使用溶液的配制：精密移取0.2、0.5、1.0、1.5、2.0mL维生素C标准储备溶液于10mL棕色容量瓶中，用0.1%草酸溶液定容至刻度，摇匀后经0.45μm微孔滤膜过滤后，进样测定。

1.4.3 标准曲线的绘制：分别进样10μL各标准使用液，并记录相应的面积值，以维生素C浓度值为横坐标，面积值为纵坐标，绘制标准曲线。

1.5 样品处理：取软胶囊20粒，剪开，挤出内容物于小烧杯，再将胶皮剪开，将附着于胶皮的内容物刮下合并于烧杯中，混匀。精密称取混合均匀的样品200mg置50mL容量瓶中，加入2mL异丙醇进行分散，加入约30mL0.1%草酸溶液，涡旋振荡5min，充分分散后置于超声波提取器中超声波提取30min，冷却至室温，再加0.1%草酸溶液至刻度，摇匀，离心，精密移取10mL上清液于100mL容量瓶，加0.1%草酸溶液至刻度，摇匀后经0.45μm微孔滤膜过滤后，进样测定。

1.6 色谱参考条件：

1.6.1 色谱柱：SunFire C₁₈ 5μm 4.6×250mm CoLumn，或具同等性能的色谱柱。

1.6.2 流动相：0.1%草酸。

1.6.3 流速：1.0mL/min。

1.6.4 检测波长：254nm。

1.6.5 柱温：35℃。

1.6.6 进样量：10μL。

1.7 结果计算

$$X = \frac{c \times V \times F \times 100}{m \times 1000000}$$

式中：

X—样品中维生素C含量，g/100g；

c—从标准曲线查得的维生素C的质量，μg；

V—样品定容体积，mL；

F—试样稀释倍数；

m—样品质量，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
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
原花青素，g/100g	≥19.2	1 原花青素的测定

1 原花青素的测定

1.1 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。

1.2 试剂

1.2.1 甲醇：分析纯。

1.2.2 正丁醇：分析纯。

1.2.3 盐酸：分析纯。

1.2.4 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。

1.2.5 原花青素标准品：葡萄籽提取物，纯度95%。

1.3 仪器

1.3.1 分光光度计。

1.3.2 50mL比色管。

1.4 标准曲线的制备：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、1.2mL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 试样处理：取软胶囊20粒，剪开，挤出内容物于小烧杯中，再将胶囊皮剖开，将附于胶皮内壁的内容物刮下合并于烧杯中，混匀；精密称取混合均匀的试样150mg置于25mL容量瓶中，加甲醇至容量瓶2/3处，涡旋振荡5min，使样品充分分散后，超声20min，并时时振摇，放冷至室温后，加甲醇至刻度，摇匀，精密量取1.0mL上清液至25mL容量瓶中，加甲醇定容至刻度，摇匀，作为试样溶液。

1.6 试样测定：将正丁醇与盐酸按95:5的体积比混合后，取出6mL置于具塞比色管中，再加入0.2mL硫酸铁铵溶液和1mL试样溶液，混匀，加塞密封比色管，置沸水浴中精确加热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1h内稳定。

1.7 结果计算

试样中原花青素测定结果按下式计算：

$$X = \frac{m_1 \times v \times 1000}{m \times 1000 \times 1000} \times 100$$

式中：

X—试样中原花青素的百分含量，g/100g；

m₁—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。

计算结果保留三位有效数字

【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. 葡萄籽提取物

项 目	指 标
来源	葡萄籽（葡萄 <i>Vitis vinifera</i> L. 的种子） 应符合食品安全国家标准的规定
制法	经提取（8~10、6~8倍量50%乙醇回流提取2次，每次2~3h）、过滤、浓缩、乙酸乙酯萃取、浓缩、真空干燥（温度≤60℃）、包装、灭菌（120℃，15min）等主要工艺制成
得率，%	4~4.5
感官要求	红棕色粉末，具有本品特有的气味、滋味
粒度（100目），%	≥95.0
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
原花青素，%	≥60
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5
砷（以As计），mg/kg	≤1.0
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
乙酸乙酯，g/kg	≤0.5
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌，CFU/g	≤25
酵母，CFU/g	≤25
致病菌（沙门氏菌，志贺氏菌，金黄色葡萄球菌和溶血性链球菌）	不得检出

2. 大豆油：应符合GB/T 1535《大豆油》的规定。
3. 明胶：应符合GB 6783《食品安全国家标准 食品添加剂 明胶》的规定。
4. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
5. 甘油：应符合GB 29950《食品安全国家标准 食品添加剂 甘油》的规定。
6. 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。
7. 蜂蜡：应符合SB/T 10190《蜂蜡》的规定。
8. 维生素E(d-α-醋酸生育酚浓缩物)：应符合GB 1886.233《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素E》的规定。
9. 二氧化钛：应符合GB 25577《食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化钛》的规定。
10. 焦糖色：应符合GB 1886.64《食品安全国家标准 食品添加剂 焦糖色》的规定。
11. 胭脂虫红：应符合SN/T 2360.9《进出口食品添加剂检验规程 第9部分：着色剂》的规定。