

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200113

清大牌红曲苹果提取物胶囊

- 【原料】 苹果提取物、红曲
- 【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】 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	内容物呈红棕色
滋味、气味	具本品固有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，无粘连，内容物为粉末，无吸潮、无结块，无潮解
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
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤6.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30	《中华人民共和国药典》
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
桔青霉素, μg/kg	≤50.0	GB/T 5009.222
黄曲霉毒素B ₁ , μg/kg	≤5.0	GB/T 5009.22
展青霉素, μg/kg	≤50.0	GB/T 5009.185

【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
洛伐他汀, mg/100g	242~500	1 洛伐他汀的测定
苹果多酚, g/100g	≥12.36	2 苹果多酚的测定

1 洛伐他汀的测定（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洛伐他汀含量的测定方法。

本方法适用于洛伐他汀作为功效成分添加于片剂、胶囊以及红曲发酵原料等试样类型中含量的测定。

本方法的最低检出量2.0mg/kg。

本方法的最佳线性范围2.00~300μg/mL。

1.2 原理：将酸性介质中的试样使用三氯甲烷进行提取，挥干提取溶剂，以流动相定容，根据高效液相色谱紫外检测器在238nm处的响应进行定性定量。

1.3 试剂

1.3.1 甲醇：色谱纯。

1.3.2 三氯甲烷：分析纯。

1.3.3 磷酸：分析纯。

1.3.4 洛伐他汀标准储备液：准确称量洛伐他汀标准品0.0400g，加入检测用流动相并定容至100mL。此

溶液每1mL含0.4mg洛伐他丁。

1.3.5 洛伐他丁标准使用液：将洛伐他丁标准储备溶液用流动相稀释10倍。此溶液每1mL含40μg洛伐他丁。

1.4 仪器设备

1.4.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）。

1.4.2 超声波清洗器。

1.4.3 涡旋混匀器。

1.4.4 离心机。

1.4.5 真空泵。

1.5 分析步骤

1.5.1 试样处理：将胶囊粉碎并混合均匀，根据试样中洛伐他丁含量准确称取一定量试样于50mL试管中，加入10.0mL pH=3磷酸水溶液。超声提取10min后再加入10.0mL三氯甲烷，置于涡旋混匀器3min。静置后去掉上层水相，将三氯甲烷层以3000rpm/min离心3min。准确吸取上清液1.0mL至5mL试管中，将试管置于50℃左右水浴中使用真空泵减压干燥至挥去全部溶剂。向试管中加入流动相并定容至5.0mL，彻底混匀，经0.45μm滤膜过滤后待进样。

1.5.2 液相色谱参考条件

1.5.2.1 色谱柱：C₁₈柱，4.6×250mm。

1.5.2.2 柱温：室温。

1.5.2.3 紫外检测器：检测波长238nm。

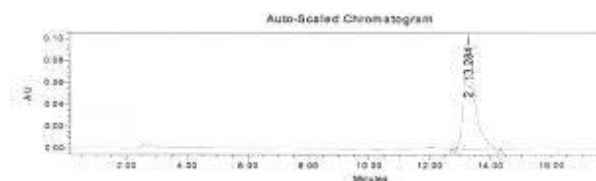
1.5.2.4 流动相：甲醇:水:磷酸=385:115:0.14。

1.5.2.5 流速：1.0mL/min。

1.5.2.6 进样量：10μL。

1.5.2.7 色谱分析：量取10μL标准溶液系列及试样溶液注入色谱仪中，以保留时间定性，以试样峰高或峰面积与标准比较定量。

1.5.2.8 色谱图



色谱图中洛伐他丁浓度为25μg/mL

1.5.3 标准曲线制备：配制浓度为2.0、10、50、100、300μg/mL洛伐他丁标准溶液，在给定的仪器条件下进行液相色谱分析，以峰高或峰面积对浓度作标准曲线。

1.5.4 分析结果表示

1.5.4.1 计算

$$X = \frac{h_1 \times c \times 50 \times 100}{h_2 \times m \times 1000}$$

式中：

X—试样中洛伐他丁的含量，g/100g；

h₁—试样峰高或峰面积；

c—标准溶液浓度，mg/mL；

50—试样稀释倍数；

h₂—标准溶液峰高或峰面积；

m—试样量，g。

1.5.4.2 结果表示：检测结果保留三位有效数字。

1.6 技术参数

1.6.1 准确度：方法的回收率在93.3%~108.4%之间。

1.6.2 允许差：平行样测定相对误差 $\leq \pm 5\%$ 。

2 苹果多酚的测定

2.1 仪器

2.1.1 检测仪：UV-VIS 检测仪。

2.1.2 吸收池：1cm直径的石英或玻璃池。

2.1.3 分析天平：精确为0.01mg。

2.1.4 水浴锅。

2.1.5 超声波提取器。

2.1.6 玻璃仪器等。

2.2 试剂

2.2.1 无水 Na_2CO_3 ：分析级。

2.2.2 Folin-Ciocalteu试剂（2N）。

2.2.3 水：蒸馏水。

2.2.4 Na_2CO_3 溶液：20克用蒸馏水溶解于100mL容量瓶中。

2.2.5 标准品：没食子酸（中国食品药品检定研究院）。

2.3 操作过程

2.3.1 空白溶液的制备：加入6~7.5mL蒸馏水于25mL棕色容量瓶中，加入1.25mL Folin-Ciocalteu试剂（2N）且摇匀，在1~8min内加3.75mL Na_2CO_3 溶液并摇匀，加蒸馏水定容，摇匀。

2.3.2 标准曲线所用溶液的制备和测定：精确称取没食子酸适量，用蒸馏水配制成0.1mg/mL标准品溶液（10mg没食子酸置100mL棕色容量瓶中，加入蒸馏水，超声溶解，放冷至室温，定容摇匀）。取标准品溶液0.20、0.40、0.60、0.80mL分别置于10mL的棕色容量瓶中，各加入6~7.5mL的蒸馏水，摇匀。各加0.5mL Folin-Ciocalteu试剂（2N），摇匀。在1~8min内，各加入1.5mL Na_2CO_3 溶液，摇匀。用蒸馏水定容至刻度，边加边摇，使其均匀。将容量瓶置于30℃的水浴中保持2h。以空白溶液调零，于760nm（1~2min内）处测定吸光度。

2.3.3 供试品溶液的制备和测定：精确称取供试品10~15mg，置50mL棕色容量瓶中，加入蒸馏水，超声使其完全溶解，冷却至室温，并定容至刻度，摇匀，配制成样品溶液。取0.2mL样品溶液，置10mL棕色容量瓶中，照2.3.2项中“各加0.5mL Folin-Ciocalteu试剂…”的方法制备和测定供试品溶液。

2.4 计算：用标准品溶液浓度和相应标准品溶液的吸光度绘制标准曲线，并计算出标准曲线的回归方程。测定供试品的吸光度，根据标准曲线方程，可以计算出被测定供试品溶液中的多酚浓度，此浓度与所测定供试品溶液浓度的比值就是所要的结果。

【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. 苹果提取物

项 目	指 标
来源	苹果皮渣 应符合相关食品安全国家标准
制法	经提取（12倍量50%乙醇微沸提取（不低于85℃）2次，每次2h）、过滤、分离（ADS-8大孔树脂，径高比3:25，35%乙醇洗脱）、浓缩、喷雾干燥（进

	口温度150~195℃，出口温度90~105℃）、混合、过筛、强磁排铁、称重、分装等主要工艺制成
提取率（或得率），%	0.2
感官要求	蜡黄至棕色粉末
目数	98%通过100目
多酚（UV），%	≥80.0
根皮苷（HPLC），%	5.0~8.0
绿原酸（HPLC），%	10.0~13.0
二乙烯苯，μg/kg	≤50
干燥失重，%	≤5.0
灰分，%	≤2.0
重金属，mg/kg	≤10
铁（以Fe计），mg/kg	≤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
甲醇	不得检出
乙醇，mg/kg	≤1000
六六六，mg/kg	不得检出
滴滴涕，mg/kg	不得检出
菌落总数，CFU/g	≤1000
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. 红曲：应符合QB/T 2847《功能性红曲米（粉）》的规定。
