

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190396

山雄牌葡萄籽软胶囊

- 【原料】 葡萄籽提取物
- 【辅料】 明胶、纯化水、大豆油、甘油、蜂蜡、红曲红色素、二氧化钛、维生素E（ α -生育酚）
- 【生产工艺】 本品经过筛、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】
- 口服固体药用聚酯瓶应符合YBB00262002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	囊皮呈红色至棕红色，内容物呈棕色至红棕色
滋味、气味	具有本品特有的气味，无异味
性状	软胶囊，外观应整洁，不得有黏结、变形、破裂现象；内容物为油状物
杂质	无肉眼可见外来杂质

【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
酸值，mg/g	≤ 2.0	GB/T 5009. 37
过氧化值（以脂肪酸计），g/100	≤ 0.2	GB/T 5009. 37

g		
崩解时限, min	≤60	《中华人民共和国药典》
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
黄曲霉毒素B ₁ , μg/kg	≤5.0	GB/T 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	≤0.92	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	≥9	1 原花青素的测定

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：NH₄Fe(SO₄)₂·12H₂O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 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%。

【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 应符合相关食品安全国家标准的规定
制法	经提取（65%乙醇溶液85~95℃提取2次，每次2h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度150~195℃，出风温度95~105℃）、混合、过筛、包装等主要工艺加工制成
提取率	2~2.5

感官要求	黄棕色至红棕色粉末
原花青素, g/100g	≥60.0
灰分, g/100g	≤5.0
干燥失重, g/100g	≤5.0
粒度	98%通过100目
堆积密度, g/mL	0.25~0.40
拍后密度, g/mL	0.41~0.50
重金属, mg/kg	≤10
铅（以Pb计）, mg/kg	≤1.5
砷（以As计）, mg/kg	≤1.0
汞（以Hg计）, mg/kg	≤0.3
镉（以Cd计）, mg/kg	≤0.5
乙醇, mg/kg	≤1000
六六六, mg/kg	≤0.2
滴滴涕, mg/kg	≤0.2
黄曲霉毒素B ₁ , μg/kg	≤5
菌落总数, CFU/g	≤1000
大肠菌群, MPN/g	≤0.3
霉菌和酵母, CFU/g	≤25
金黄色葡萄球菌	不得检出
沙门氏菌	不得检出
志贺氏菌	不得检出
溶血性链球菌	不得检出

2. 明胶、纯化水、大豆油、甘油、蜂蜡、二氧化钛：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
3. 红曲红色素：应符合GB 1886.181《食品安全国家标准 食品添加剂 红曲红》的规定。
4. 维生素E（α-生育酚）：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。