

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190413

合辉牌大蒜油软胶囊

- 【原料】 大蒜油
- 【辅料】 大豆油、明胶、纯化水、甘油
- 【生产工艺】 本品经混合、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	囊皮无色透明，内容物呈淡黄色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味
性状	软胶囊，外观光洁，无粘连、无破损；内容物为油状液体
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，%	≤4.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
酸价，mg/g	≤3.0	GB/T 5009.37
过氧化值，g/100g	≤0.25	GB/T 5009.37

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/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	≤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
大蒜素，g/100g	≥2.57	1 大蒜素的测定

1 大蒜素的测定

1.1 范围

本方法规定了保健食品中大蒜素（三硫二丙烯，C₆H₁₀S₃）的测定方法。

1.2 原理：根据大蒜素为挥发性油成分，经有机溶剂提取，用气相色谱仪分析，采用外标法定量。

1.3 试剂

1.3.1 无水乙醇：分析纯。

1.3.2 正己烷：分析纯。

1.3.3 标准溶液配制：称取0.1000g标准，置于10mL容量瓶中，用正己烷定容至刻度，该溶液中含大蒜素浓度为10.0mg/mL。此溶液可在冰箱中保存七天。取该溶液1.0mL，置于10mL容量瓶中，用正己烷定容至刻度，此溶液含大蒜素浓度为1.0mg/mL。

1.4 仪器

1.4.1 气相色谱仪，附氢火焰（FID）检测器。

1.4.2 数据处理机，或积分仪。

1.4.3 分析天平：万分之一。

1.4.4 超声清洗机。

1.4.5 离心机，3000r/min。

1.5 分析方法

1.5.1 试样提取

1.5.1.1 固体试样：精密称取试样0.100g，加无水乙醇2.5mL，密塞，超声70min，取出冷却，加正己烷定容（调节大蒜素含量约为1.0mg/mL左右），振摇，静置分层后，取上层液进样。

1.5.1.2 液体试样：精密吸取20.0mL试样，于分液漏斗中，加5mL正己烷振摇提取1min，静置（或离心）分层后，取上层液进样。

1.5.2 气相色谱参考条件

1.5.2.1 色谱柱：玻璃色谱柱长：2米，内装担体：硅藻土（Chromosorb W（AW）），60～80目；固定相：0.5%己二酸乙二醇酯（Ethylene Glycol Adipate）。

1.5.2.2 柱箱温度：90℃。

1.5.2.3 进样口温度：150℃。

1.5.2.4 鉴定器温度：150℃。

1.5.2.5 载气：氮气（55mL/min）。

1.5.2.6 氢气：50mL/min；空气：500mL/min。

1.5.2.7 鉴定器灵敏度：2；记录仪衰减：3。

1.5.2.8 进样量1μL。

1.5.3 定性分析：在参考操作条件下，以对照品与试样比较保留时间定性。

1.5.4 定量分析：试样中大蒜素色谱峰面积或峰高与标准的色谱峰面积或峰高比较定量。

1.5.5 分析结果表述：试样中大蒜素的含量按式（1.5.5.1）计算。

1.5.5.1 计算

$$W = \frac{A_1 \times C \times V}{A_2 \times m \times 1000} \times 100$$

式中：

W—大蒜素的含量，%；

A₁—试样使用液色谱峰面积或峰高；

A₂—标准使用液峰面积或峰高；

C—标准使用液浓度，mg/mL；

V—试样定容体积，mL；

m—试样的质量，g。

1.5.5.2 结果表示：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. 大蒜油

项 目	指 标
来源	大蒜
制法	经粉碎、酶解（加4倍量水，50～55℃，2～3 h）、蒸馏（50～55℃，回流1.5～2h）、蒸馏、包装等主要工艺加工制成。
感官要求	黄色至红橙色澄清液体，强烈刺激的大蒜特征香气和香味
得率	约0.3%

大蒜素，%	≥ 40
比重	1.050~1.095
折光率	1.550~1.580
六六六，mg/kg	≤ 0.2
滴滴涕，mg/kg	≤ 0.2
菌落总数，CFU/g	≤ 30000
大肠菌群，MPN/g	≤ 0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤ 50
沙门氏菌	$\leq 0/25g$
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25g$

2. 大豆油：应符合GB/T 1535《大豆油》的规定。
 3. 明胶：应符合《中华人民共和国药典》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《中华人民共和国药典》的规定。
-