

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200191

安然众合牌葡萄籽丹参胶囊

【原料】 葡萄籽提取物、胶原蛋白、丹参提取物、山楂提取物、银杏叶提取物、葛根提取物

【辅料】 硬脂酸镁

【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	内容物呈棕黄色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，整洁，无外漏、粘连、变形或破裂；内容物为均匀粉末
杂质	无肉眼可见外来异物

【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
蛋白质，g/100g	≥15.0	GB 5009.5
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤8.0	GB 5009.4
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
镉（以Cd计），mg/kg	≤0.2	GB 5009.15
六六六，mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19

【标志性成分含量测定】应符合表3的规定。

表3 标志性成分含量测定

项 目	指 标	检测方法
总黄酮（以芦丁计），g/100g	≥1.7	1 总黄酮的测定
原花青素，g/100g	≥10	2 原花青素的测定

1 总黄酮的测定

1.1 试剂

1.1.1 聚酰胺粉。

1.1.2 芦丁标准溶液：称取5.0mg芦丁，加甲醇溶解并定容至100mL，即得50μg/mL。

1.1.3 乙醇：分析纯。

1.1.4 甲醇：分析纯。

1.2 分析步骤

1.2.1 试样处理：称取一定量的试样，加乙醇定容至25mL，摇匀后，超声提取20min，放置，吸取上清液1.0mL，于蒸发皿中，加1g聚酰胺粉吸附，于水浴上挥去乙醇，然后转入层析柱。先用20mL苯洗，苯液弃去，然后用甲醇洗脱黄酮，定容至25mL。此液于波长360nm测定吸收值。同时以芦丁为标准品。测定标准曲线，求回归方程，计算试样中总黄酮含量。

1.2.2 芦丁标准曲线：吸取芦丁标准溶液0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL于10mL比色管中，加甲醇至刻度，摇匀，于波长360nm比色。求回归方程，计算试样中总黄酮含量。

1.3 结果计算

$$X = \frac{A \times V_2 \times 100}{V_1 \times M \times 1000}$$

式中：

X—试样中总黄酮的含量，mg/100g；

A—由标准曲线算得被测液中黄酮量，μg；

M—试样质量，g；

V₁—测定用试样体积，mL；

V₂—试样定容总体积，mL。

2 原花青素的测定

2.1 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。

2.2 试剂

- 2.2.1 甲醇：分析纯。
- 2.2.2 正丁醇：分析纯。
- 2.2.3 盐酸：分析纯。
- 2.2.4 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。
- 2.2.5 原花青素标准品：葡萄籽提取物，纯度 95% 。
- 2.3 仪器
- 2.3.1 分光光度计。
- 2.3.2 回流装置。
- 2.4 分析步骤
- 2.4.1 试样的制备：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。
- 2.4.2 提取：称取 $50\sim 100\text{mg}$ 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。
- 2.4.3 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。
- 2.4.4 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 1h 内稳定。
- 2.5 结果计算

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

式中：

X —试样中原花青素的百分含量， $\text{g}/100\text{g}$ ；

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 。

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（ <i>Vitis vinifera</i> L.）的种子 应符合食品安全国家相关标准的规定
制法	经粉碎、提取（7倍量 80% 乙醇回流提取3次，每次 1.5h ）、浓缩、萃取（等量乙酸乙酯萃取4次）、浓缩、精制（上聚酰胺柱， 80% 乙醇洗脱）、浓缩、真空干燥（ 0.06MPa ， 60°C ）、粉碎、包装等主要工艺制成
提取率，%	1.05
感官要求	红棕色粉末，具特有滋味、气味，无异味
目数	80目
原花青素， $\text{g}/100\text{g}$	≥ 70.0
水分，%	≤ 5.0
灰分，%	≤ 2.0

铅（以Pb计），mg/kg	≤1.0
总砷（以As计），mg/kg	≤0.5
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.1
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
加工助剂残留（乙醇），%	≤0.05
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母菌，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

2. 胶原蛋白

项 目	指 标
来源	鱼皮
制法	经润胀、粉碎、调浆、乳化、酶解（枯草芽孢杆菌和地衣芽孢杆菌产生的蛋白酶，50℃，pH 6.5~8，2h）、分离、浓缩、脱色（活性炭）、灭菌（超高温瞬时灭菌，115~135℃，20s）、过滤、喷雾干燥（进风温度180±5℃，出风温度90±5℃）、包装等主要工艺制成
感官要求	淡黄色或黄色粉末，具特有滋味、气味，无异味
胶原蛋白，%	≥85
羟脯氨酸，μg/mg	≥18
总氮，%	≥14
脂肪，%	≤1.0
水分，%	≤7.0
灰分，%	≤8.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5
无机砷（以As计），mg/kg	≤0.5
甲基汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
镉（以Cd计），mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤5000
大肠菌群，MPN/g	≤0.72
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

3. 丹参提取物

项 目	指 标
来源	丹参（ <i>Salvia miltiorrhiza</i> Bge.）的干燥根和根茎 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（10、8、8倍量95%乙醇回流提取3次，每次2h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度180±5℃，出风温度70±5℃）、包装等主要工艺制成
提取率，%	3
感官要求	棕色粉末，具特有滋味、气味，无异味
目数	80目
丹参酮，g/100g	≥5
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤10.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5

总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
加工助剂残留（乙醇），%	≤0.05
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.72
霉菌和酵母菌，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

4. 山楂提取物

项 目	指 标
来源	山楂（ <i>Crataegi Fructus</i> ）的果实 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（10、8、8倍量75%乙醇回流提取3次， 每次2h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度180± 5℃，出风温度70±5℃）、包装等主要工艺制 成
提取率，%	3.0
感官要求	棕色粉末，具有有气味、滋味，无异味
目数	80目
总黄酮，g/100g	≥10
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤10.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
展青霉素，μg/kg	≤50
加工助剂残留（乙醇），%	≤0.05
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.72
霉菌和酵母菌，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

5. 银杏叶提取物

项 目	指 标
来源	银杏（ <i>Gingko Biloba</i> L.）的干燥叶 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（6、4、4倍量70%乙醇回流提取3次， 每次2~3h）、浓缩、精制（上聚酰胺柱，70% 乙醇洗脱）、浓缩、喷雾干燥（进风温度180 ±5℃，出风温度70±5℃）、包装等主要工艺 制成
提取率，%	4.0
感官要求	浅棕黄色至棕褐色粉末，具有有气味、滋味， 味微苦，无异味
目数	80目
总黄酮醇苷，g/100g	24.0~32.0
萜类内酯，g/100g	6.0~12.0
总银杏酸，ppm	≤10
游离槲皮素，mg/g	≤10
游离山柰素，mg/g	≤10

游离异鼠李素, mg/g	≤4
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤0.8
铅(以Pb计), mg/kg	≤1.5
总砷(以As计), mg/kg	≤1.0
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.3
六六六, mg/kg	≤0.2
滴滴涕, mg/kg	≤0.2
加工助剂残留(乙醇), %	≤0.05
菌落总数, CFU/g	≤1000
大肠菌群, MPN/g	≤0.72
霉菌和酵母菌, CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

6. 葛根提取物

项 目	指 标
来源	野葛 (<i>Pueraria lobata (Willd.) Ohwi</i>) 的根 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取(10、8、8倍量70%乙醇回流提取3次, 每次2h)、浓缩、喷雾干燥(进风温度180±5℃, 出风温度70±5℃)、包装等主要工艺制成
提取率, %	5.0
感官要求	浅棕色粉末, 具特有气味、滋味, 无异味
目数	80目
葛根黄酮, g/100g	≥15
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤7.0
铅(以Pb计), mg/kg	≤1.5
总砷(以As计), mg/kg	≤1.0
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.3
六六六, mg/kg	≤0.2
滴滴涕, mg/kg	≤0.2
加工助剂残留(乙醇), %	≤0.05
菌落总数, CFU/g	≤1000
大肠菌群, MPN/g	≤0.72
霉菌和酵母菌, CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

7. 硬脂酸镁: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
