

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20070076

华昱牌安然胶囊

【原料】

【辅料】

【生产工艺】 本品经粉碎、提取、浓缩、干燥、混合、制粒、装囊、包装、辐照灭菌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】

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	内容物呈棕色
滋味、气味	味较淡、微苦，具特殊中药香味，无异臭
性状	硬胶囊，应完整光洁，表面光滑，色泽一致，不得有粘结、变形或破裂现象；内容物为干燥粉体，应疏松、混合均匀
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【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
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤10.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30	《中华人民共和国药典》（2010年版）一部

铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5	GB 5009.12
砷（以As计），mg/kg	≤1.0	GB/T 5009.11
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3	GB/T 5009.17
六六六，mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19

【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 /100g	≤40	GB/T 4789.3-2003
霉菌，cfu/g	≤25	GB 4789.15
酵母，cfu/g	≤25	GB 4789.15
致病菌（指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌、溶血性链球菌）	不得检出	GB 4789.4、GB/T 4789.5、GB 4789.10、GB/T 4789.11

【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
粗多糖（以葡聚糖计），mg/100g	≥5000	1 粗多糖的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），mg/100g	≥710	2 总皂苷的测定

μ1 粗多糖的测定

1.1 试剂

除特殊注明外，本方法所用试剂均为分析纯；所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

1.1.1 乙醇溶液（80%）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

1.1.2 氢氧化钠溶液（100g/L）：称取100g氢氧化钠，加水溶解并稀释至1L，加入固体无水硫酸钠至饱和，备用。

1.1.3 铜试剂储备液：称取3.0g五水硫酸铜、30.0g柠檬酸钠，加水溶解并稀释至1L，混匀，备用。

1.1.4 铜试剂溶液：取铜试剂储备液50mL，加水50mL，混匀后加入固体无水硫酸钠12.5g并使其溶解。临用新配。

1.1.5 洗涤剂：取水50mL，加入10mL铜试剂溶液、10mL氢氧化钠溶液，混匀。

1.1.6 硫酸溶液（10%）：取100mL浓硫酸加入到800mL左右水中，混匀，冷却后稀释至1L。

1.1.7 苯酚溶液（50g/L）：称取精制苯酚5.0g，加水溶解并稀释至100mL，混匀。溶液置冰箱中可保存1个月。

1.1.8 葡聚糖标准储备液：准确称取相对分子量 5×10^5 、已干燥至恒重的葡聚糖标准品0.5000g，加水溶解并定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液1mL含葡聚糖10.0mg。

1.1.9 葡聚糖标准使用液：吸取葡聚糖标准储备液1.0mL，置于100mL容量瓶中，加水至刻度，混匀，置冰箱中保存。此溶液1mL含葡聚糖0.10mg。

1.2 仪器

1.2.1 分光光度计

1.2.2 离心机（3000r/min）

1.2.3 旋转混匀器

1.3 样品处理

1.3.1 样品提取：称取混合均匀的固体样品2.0g，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，置沸水浴上加热2h，冷却至室温后补加水至刻度，混匀后过滤，弃去初滤液，收集续滤液供沉淀粗多糖。

1.3.2 沉淀粗多糖：准确吸取1.3.1项下续滤液5.0mL，置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀5min后以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用80%（v/v）乙醇溶液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复操作3~4次。残渣用水溶解并定容至5.0mL，混匀后供沉淀葡聚糖。

1.3.3 沉淀葡聚糖：准确吸取1.3.2项下终溶液2mL，置于20mL离心管中，加入100g/L氢氧化钠溶液2.0mL、铜试剂溶液2.0mL，置沸水浴中煮沸2min，冷却，以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用洗涤液数毫升洗涤，离心后弃去上清液，反复操作3次，残渣用10%（v/v）硫酸溶液2.0mL溶解并转移至50mL容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。此溶液为样品测定液。

1.4 标准曲线的绘制：准确吸取葡聚糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL（相当于葡聚糖0、0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10mg），分别置于25mL比色管中，准确补充水至2.0mL，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，于旋转混匀器上混匀，小心加入浓硫酸10.0mL，于旋转混匀器上小心混匀，置沸水浴中煮沸2min，冷却后用分光光度计于485nm波长处，以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值。以葡聚糖浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

1.5 样品测定：准确吸取样品测定液2.0mL，置于25mL比色管中，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，于旋转混匀器上混匀，小心加入浓硫酸10.0mL，于旋转混匀器上小心混匀，置沸水浴中煮沸2min，冷却至室温，用分光光度计于485nm波长处，以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值。从标准曲线上查出葡聚糖含量，计算样品中粗多糖含量，同时做样品空白试验。

1.6 结果计算

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times V_1 \times V_3 \times V_5}{m_3 \times V_2 \times V_4 \times V_6}$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡聚糖计），mg/g；

m_1 —样品测定液中葡聚糖的质量，mg；

m_2 —样品空白液中葡聚糖的质量，mg；

m_3 —样品质量，mg；

V_1 —样品提取液总体积，mL；

V_2 —沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；

V_3 —粗多糖溶液体积，mL；

V_4 —沉淀葡聚糖所用粗多糖溶液体积，mL；

V_5 —样品测定液总体积，mL；

V_6 —测定用样品测定液体积，mL。

2 总皂苷的测定

2.1 试剂

2.1.1 Amberlite-XAD-16大孔吸附树脂

2.1.2 中性氧化铝，层析用，100~200目

- 2.1.3 乙醇：分析纯
- 2.1.4 冰醋酸：分析纯
- 2.1.5 高氯酸：分析纯
- 2.1.6 香草醛溶液：称取5g香草醛（分析醇），加冰醋酸溶解并定容至100mL。
- 2.1.7 人参皂苷Re标准品（纯度≥98%）：购自中国食品药品检定研究院
- 2.1.8 人参皂苷标准溶液：精确称取人参皂苷Re标准品0.020g，用甲醇溶解并定容至10mL，即每毫升含人参皂苷Re2.0mg。
- 2.2 仪器
- 2.2.1 比色计
- 2.2.2 层析柱（10mL注射器）
- 2.3 样品处理：称取1.000g左右的样品，置于100mL容量瓶中，加80mL水，超声30min，再用水定容至100mL，摇匀，放置，吸取上清液1.0mL进行柱层析。
- 2.4 柱层析：用10mL注射器作层析管，内装3cm Amberlite-XAD-16大孔吸附树脂，上加1cm中性氧化铝。先用25mL70%乙醇洗柱，弃去洗脱液，再用25mL水洗柱，弃去洗脱液。精确加入1.0mL已经处理好的样品溶液，用25mL水洗柱，弃去洗脱液，再用25mL70%乙醇洗脱人参皂苷，收集洗脱液于茄形瓶中，减压回收溶剂至干（水浴温度不得高于60℃）。以此做显色用。
- 2.5 显色：在上述已经蒸干溶剂的茄形瓶中准确加入0.2mL5%香草醛冰乙酸溶液，使残渣都溶解，再加0.8mL高氯酸，混匀后于60℃水浴加热10min，取出，冰浴冷却后，准确加入冰乙酸5.0mL，摇匀后，以1cm比色池，于560nm波长处与标准比色管一起进行比色测定。
- 2.6 标准管：吸取人参皂苷Re标准溶液（2.0mg/mL）100μL于茄形瓶中，减压回收溶剂至干（水浴低于60℃），以下操作从“柱层析……”起，与样品相同，测定吸光度值。
- 2.7 结果计算

$$X = \frac{A_1}{A_2} \times C \times \frac{V}{m} \times \frac{100}{1000} \times \frac{1}{1000}$$

式中：

X—样品中总皂苷的含量（以人参皂苷Re计），g/100g；

A₁—被测液的吸光度值；

A₂—标准液的吸光度值；

C—标准管人参皂苷Re的量，μg；

V—样品稀释体积，mL；

m—样品质量，g。

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】

【原辅料质量要求】

确认打印

显示Office编辑区

返回上一页修改