国家食品药品监督管理总局

保健食品产品技术要求

BJG20150559

同仁堂牌安欣胶囊

tongrentangpaianxin jiaonang

【配方】 酸枣仁、百合、茯苓、破壁灵芝孢子粉、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经提取、浓缩、粉碎、混合、制粒、干燥、装囊、包装等主要工艺加工制成。

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1　感官要求

项　目	指　标
色泽	内容物呈棕色至棕褐色
滋味、气味	味微酸，气味清香
性状	硬胶囊，完整光洁，无粘结、变形、漏囊等现象；内容物为颗粒及粉末
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	GB 5009.3
灰分，%	≤10	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 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），g/100g	≥0.18	1 粗多糖的测定
总三萜（以熊果酸计），g/100g	≥0.21	2 总三萜的测定

1　粗多糖的测定

1.1　原理：样品中相对分子量大于1×10^{4}的高分子物质在80%乙醇溶液中沉淀，与水溶液中单糖和低聚糖分离，用碱性二价铜试剂选择性地从其他高分子物质中沉淀具有葡聚糖结构的多糖，用苯酚-硫酸反应，以碳水化合物形式比色测定其含量，其显色强度与粗多糖中葡聚糖的含量成正比，经此计算样品中粗多糖含量。

1.2　仪器

1.2.1　分光光度计

1.2.2　离心机（4000r/min）

1.2.3　旋转混匀器

1.3　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。

1.3.1　乙醇溶液（80%）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

1.3.2　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。

1.3.3　铜试剂储备液：称取3.0g $CuSO_4\cdot5H_2O$、30.0g柠檬酸钠，加水溶解并稀释至1L，混匀，备用。

1.3.4　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。

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

1.3.6　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。

1.3.7　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。

1.3.8　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。

1.3.9　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0.1mg。

1.4　样品处理

1.4.1　样品提取：准确称取混合均匀固体样品2.0g，置于100mL容量瓶中，加入80mL左右的水，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。
1.4.2　沉淀粗多糖：准确吸取1.4.1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4000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用80%（v/v）乙醇溶液5mL洗涤，离心后弃去上清液，反复操作3次，残渣用水溶解并定容至5.0mL，混匀后供沉淀葡聚糖。
1.4.3　沉淀葡聚糖：准确吸取1.4.2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2.0min，冷却，以4000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用洗涤液5mL洗涤，离心后弃去上清液，反复操作3次，残渣用10%硫酸2.0mL溶解并转移至50mL容量瓶中，加水至刻度，摇匀。此溶液为样品测定液。
1.5　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10mL，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。
1.6　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10mL，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。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。
1.7　结果计算

$$X = \frac{(m_1-m_2)\times V_1\times V_3\times V_5}{M\times V_2\times V_4\times V_6\times 1000}\times 100$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡聚糖计），g/100g；
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—样品质量，g；
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　总三萜的测定

2.1　原理：三萜类化合物能与香草醛-高氯酸等试剂呈特征颜色反应。总三萜的颜色强度与之含量成正比，通过分光光度计比色测定总三萜含量。
2.2　仪器：紫外-可见分光光度计
2.3　试剂
2.3.1　5%香草醛醋酸溶液：称取香草醛1.25g，加冰醋酸溶解并定容至25mL。
2.3.2　熊果酸对照品：购自中国食品药品检定研究院
2.4　对照品溶液的配制：取熊果酸对照品约7.0mg，精密称定，置于50mL容量瓶中，加甲醇溶解并定容，作为对照品溶液。
2.5　样品处理：取样品适量，研匀，取约0.65g，精密称定，置于索氏提取器中，加氯仿适量，置80℃水浴回流3h，适量挥去氯仿（剩余约30mL），放冷，置于50mL容量瓶中，用氯仿洗涤烧瓶并转移至容量瓶中，加氯仿至刻度，摇匀，即得。
2.6　显色：精密量取对照品溶液及样品溶液1mL，置于蒸发皿中，挥干。在上述已挥干的蒸发皿中准确加入5%香草醛醋酸溶液0.2mL，转动蒸发皿，使残渣都溶解，再加0.8mL高氯酸，混匀后移入10mL具塞试管中，置60℃水浴上加热10min，取出，冰浴冷却，精密加入5.0mL冰醋酸，摇匀，于560nm波长处测定吸光度值。
2.7　结果计算

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

式中：

X—样品中总三萜含量（以熊果酸计），g/100g；

A_1—样品溶液中总三萜的吸光度值；

A_2—对照品溶液中总三萜的吸光度值；

C—对照品溶液的浓度，mg/mL；

m—样品称取量，g；

V—样品溶液的定容体积，mL。

【保健功能】 改善睡眠、增强免疫力

【适宜人群】 睡眠状况不佳者、免疫力低下者

【不适宜人群】 少年儿童、孕妇及乳母

【食用方法及食用量】 每日2次，每次2粒，吞服

【规格】 0.45g/粒

【贮藏】 通风、干燥、阴凉冷暗处保存

【保质期】 24个月