

国家食品药品监督管理总局

保健食品产品技术要求

BJG20141045

无限极牌悦扬胶囊

wuxianjipaiyueyangjiaonang

【配方】 黄芪、枸杞子、蒲公英、巴戟天、桂枝、番茄红素、微晶纤维素、氧化淀粉、磷酸氢钙、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经提取、浓缩、干燥、粉碎、混合、制粒、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	内容物呈浅棕色至棕褐色
滋味、气味	具本品特有的滋味和气味，无异味
性状	硬胶囊，内容物为颗粒及粉末
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
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤16.0	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 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(以葡萄糖计), g/100g	≥4.5	1 粗多糖的测定
番茄红素, mg/100g	≥400	2 番茄红素的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理: 样品经超声提取后, 用乙醇沉淀, 沉淀多糖用稀硫酸溶解后与苯酚-硫酸于沸水浴中形成黄色化合物, 其颜色深浅与溶液中糖的含量成正比, 于485nm波长处用比色法测定含量。

1.2 仪器

1.2.1 紫外分光光度计

1.2.2 离心机

1.2.3 水浴锅

1.3 试剂

1.3.1 无水葡萄糖对照品

1.3.2 无水乙醇: 分析纯

1.3.3 苯酚: 分析纯

1.3.4 浓硫酸: 分析纯

1.3.5 硫酸溶液(2mol/L): 取112mL浓硫酸加入到800mL水中, 混匀, 冷却后稀释至1L。

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

1.3.7 葡萄糖标准溶液: 取干燥至恒重的无水葡萄糖对照品16mg, 精密称量后加水溶解并定容至100mL, 混匀, 每1mL约含葡萄糖0.16mg。

1.4 样品处理: 取10g样品, 粉碎后过60目筛, 取粉末约0.4g, 精密称定, 置于250mL三角瓶中, 精密加入100mL水, 超声提取(250W, 50KHz) 30min, 取出, 放冷, 以水补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液2.5mL, 加无水乙醇20mL, 轻轻摇匀, 放置20min, 以4000r/min离心10min, 沉淀以少量乙醇洗涤, 离心, 弃去洗涤液, 沉淀以2mol/L的硫酸溶液5mL溶解, 转移到25mL容量瓶中, 以水定容至刻度, 摇匀, 即得供试品溶液。

1.5 标准曲线的制备: 精密量取葡萄糖标准溶液0.0、0.20、0.40、0.80、1.00、1.50、2.00mL, 分别置于25mL比色管中, 精确补水至2.0mL, 加入50g/L的苯酚溶液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15min, 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。以葡萄糖浓度为横坐标, 吸光度值为纵坐标, 绘制标准曲线。

1.6 样品测定: 精确吸取供试品溶液2.0mL, 按1.5项标准曲线的制备步骤于485nm波长处测定吸光度值, 根据标准曲线计算得测定液中粗多糖含量。

1.7 结果计算

$$X = \frac{C \times V_1 \times V_3 \times V_5}{M \times V_2 \times V_4 \times 10}$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），g/100g；

C—样品测定液中粗多糖含量，mg/mL；

M—样品重量，g；

V₁—样品水提取液体积，mL；

V₂—沉淀粗多糖所用的样品水提取液体积，mL；

V₃—供试品溶液的定容体积，mL；

V₄—吸光度测定所取用的供试品溶液体积，mL；

V₅—吸光度测定显色时溶液体积，mL。

2 番茄红素的测定

2.1 原理：样品加入含焦性没食子酸的碱性磷酸盐溶液、0.1%BHT二氯甲烷涡旋混匀，并借助超声波，使含有保护剂的番茄红素颗粒充分溶解、分散，然后用0.1%BHT二氯甲烷分次提取，合并提取液并定容。提取溶液再经过0.1%BHT的丙酮溶液稀释、过滤后，注入高效液相色谱仪测定，根据保留时间定性，峰面积定量。

2.2 试剂

2.2.1 二氯甲烷：分析纯

2.2.2 丙酮：分析纯

2.2.3 石油醚（60~90℃）：分析纯

2.2.4 焦性没食子酸：分析纯

2.2.5 2,6-二叔丁基对甲酚（BHT）：分析纯

2.2.6 磷酸氢二钠：分析纯

2.2.7 磷酸二氢钾：分析纯

2.2.8 乙腈：色谱纯

2.2.9 水：超纯水

2.2.10 番茄红素标准品：供含量测定用，纯度≥90%，美国sigma公司。

2.2.11 0.1%BHT二氯甲烷溶液：取0.50g BHT加入二氯甲烷500mL溶解，混匀。

2.2.12 0.1%BHT丙酮溶液：取0.25g BHT加入丙酮250mL溶解，混匀。

2.2.13 磷酸盐溶液：取磷酸氢二钠11.49g、磷酸二氢钾0.41g，加水200mL，超声溶解，混匀。

2.2.14 焦性没食子酸磷酸盐溶液：取焦性没食子酸适量，加以上磷酸盐溶液制成每1mL约含1mg的溶液，即得。临用新配。

2.3 仪器

2.3.1 高效液相色谱仪

2.3.2 分析天平

2.3.3 超声波清洗器

2.3.4 旋涡混旋仪

2.4 色谱条件

2.4.1 色谱柱：ODS C18柱

2.4.2 流动相：乙腈-甲醇=1:1

2.4.3 柱温：室温

2.4.4 检测波长：472nm

2.4.5 流速：1.2mL/min

2.4.6 进样量：10μL

2.5 对照品溶液的制备（临用新配）

2.5.1 对照品储备溶液的制备：取0.01g番茄红素对照品，精密称定，加二氯甲烷约5mL，超声至完全溶解，冷却，用0.1%BHT丙酮溶液定容至50mL。

2.5.2 对照品校准溶液的标定：吸取对照品储备溶液0.1mL（V₁），用石油醚定容至10mL（V₂），采用紫外/可见分光光度计，1cm比色皿，于472nm波长处测定对照品溶液的吸光度值，石油醚作空

白。按照下式计算对照品溶液番茄红素的浓度（ C_{ST} ）。为了避免因吸液带来的误差，可多做几组，然后求平均值。

$$C_{ST} = \frac{A \times 10^4 \times V_2}{3450 \times V_1}$$

式中：

C_{ST} —对照品溶液番茄红素的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

A—对照品在472nm处的吸光系数；

10000—1g/100mL转化为1 $\mu\text{g/mL}$ 的转换因子；

3450—1g/100mL番茄红素在石油醚中的理论吸光系数。

2.5.3 标准工作溶液的制备：精密量取该对照品储备溶液0.2、0.4、0.8、1.2、2.0mL，分别置于50mL容量瓶中，加入含0.1%BHT丙酮溶液稀释至刻度，摇匀，即得。

2.6 供试品溶液的制备（注意避光操作）：取1粒胶囊内容物，精密称定，置具塞锥形瓶中，先加入焦性没食子酸磷酸盐溶液70mL，涡旋混匀1min（剧烈混合），再加入1%BHT二氯甲烷溶液100mL，涡旋混匀2min（剧烈混合），超声处理（250W，50kHz）30min，涡旋混匀1min（剧烈混合），静置5min，目测瓶底无明显红色番茄红素细微颗粒（若有则可加入8mL甲苯再超声30min），涡旋混匀3~5min（剧烈混合），以5500r/min离心5min，分取二氯甲烷液，水液依次再加入1%BHT二氯甲烷溶液80、60mL进行两次萃取，每次均涡旋混匀3min（剧烈混合），以5500r/min离心5min，分取二氯甲烷液，合并三次二氯甲烷液，加入1%BHT二氯甲烷溶液定容至250mL，摇匀，吸取此溶液2.00mL，用0.1%BHT丙酮溶液定容至10mL，摇匀，过0.45 μm 滤膜，即得。

2.7 测定：分别吸取上述对照品溶液与供试品溶液各10 μL ，注入高效液相色谱仪，记录色谱图，按外标法计算，即得。

2.8 结果计算

$$X = \frac{K \times C \times V \times 100}{M \times 1000} \times 100$$

式中：

X—样品中番茄红素的含量，mg/100g；

C—根据标准曲线查得的样品溶液中番茄红素的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

V—样品的定容体积，250mL；

K—溶液的稀释倍数，5；

M—样品称取量，g。

【保健功能】 增强免疫力

【适宜人群】 免疫力低下者

【不适宜人群】 少年儿童、孕妇、乳母

【食用方法及食用量】 每日2次，每次3粒，口服

【规格】 0.38g/粒

【贮藏】 密闭，置阴凉干燥处

【保质期】 18个月
