

国家食品药品监督管理总局

保健食品产品技术要求

BJG20060594

得健牌乐宁胶囊

dejianpaileningjiaonang

- 【配方】 茯苓、酸枣仁、五味子、天麻、牡蛎
- 【生产工艺】 本品经辐照灭菌、提取、浓缩、干燥、粉碎、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	内容物呈浅褐色
滋味、气味	具中药气味，微苦，无异味
性状	柱形硬胶囊，应整洁，不得有粘结、变形或破裂现象；内容物为颗粒
杂质	无肉眼可看见的外来杂质

【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 5009.3-2010
灰分，%	≤10	GB 5009.4-2010
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 5009.12-2010
砷（以As计），mg/Kg	≤1.0	GB/T 5009.11-2003
汞（以Hg计），mg/Kg	≤0.3	GB/T 5009.17-2003
六六六，mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19-2003
滴滴涕，mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19-2003

【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 4789.2-2010
大肠菌群, MPN/100g	≤40	GB/T 4789.3-2003
霉菌, cfu/g	≤25	GB 4789.15-2010
酵母, cfu/g	≤25	GB 4789.15-2010
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 4789.4-2010、GB 4789.5-2012、GB 4789.10-2010、GB/T 4789.11-2003

【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），mg/100g	≥380	1 粗多糖的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），mg/100g	≥261	《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版）中“保健食品中总皂苷的测定”
酸枣仁皂苷（以酸枣仁皂苷A、酸枣仁皂苷B总和计），μg/100g	≥800	2 酸枣仁皂苷的测定

1 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 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、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 葡萄糖标准储备液：准确称取已干燥至恒重的葡萄糖标准品0.5000g，加水溶解并定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液1mL含葡萄糖10.0mg。

1.1.9 葡萄糖标准使用液：吸取葡萄糖标准储备液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含葡萄糖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3.2.3.1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，混匀后备用。

1.3.3 沉淀葡聚糖：准确吸取3.2.3.2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：准确吸取葡萄糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL（相当于葡萄糖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在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。

1.5 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，用分光光度计在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萄糖含量，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（以葡萄糖计），mg/g；

m_1 —样品测定液中葡萄糖质量，mg；

m_2 —样品空白液中葡萄糖质量，mg；

m_3 —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 —沉淀葡萄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 酸枣仁皂苷的测定

2.1 试剂

2.1.1 乙腈：色谱纯

2.1.2 甲醇：色谱纯

2.1.3 对照品溶液：分别精密称取酸枣仁皂苷A、酸枣仁皂苷B对照品（购自中国食品药品鉴定研究院，纯度 $\geq 98.5\%$ ）各5mg，置于10mL容量瓶中，加甲醇5mL，超声使溶解，静置使冷却至室温，加甲醇稀释至刻度，摇匀，即得。

2.1.4 供试品溶液：精密称取样品5g于150mL烧杯中，加石油醚20mL，搅动数分钟，用定量滤纸过滤，同法再重复两次。将滤纸连同定量滤纸装入同一烧杯，置于通风处使残余石油醚挥尽。加甲醇30mL，超声5min，将溶液倾入300mL烧杯中，同法再重复三次。所得溶液再超声10min，过滤，用甲醇洗涤烧杯及滤渣，滤液于60℃水浴上蒸发溶剂至5mL，然后定量转入25mL的容量瓶，再分别用5mL甲醇洗涤烧杯三次且全部转入容量瓶，静置使冷却至室温，用甲醇定溶至刻度，摇匀，即得。

2.2 色谱条件

2.2.1 色谱柱：ODS C18柱，4.6mm $\times$ 150mm $\times$ 15 μ m。

2.2.2 流动相：乙腈-水=30:70

2.2.3 检测波长：204nm

2.2.4 柱温：室温

2.2.5 流速：1.0mL/min

2.3 测定：分别用微孔滤膜过滤，然后用微量注射器分别吸取对照品溶液与供试品溶液各80μL注入液相色谱仪，以20μL定量环定量进样，测定。

2.4 结果计算

$$a = \frac{W_{\text{标A}} \times C_{\text{标A}} \times A_{\text{样A}} \times 2.5}{A_{\text{标A}} \times 5} \times 100$$

$$b = \frac{W_{\text{标B}} \times C_{\text{标B}} \times A_{\text{样B}} \times 2.5}{A_{\text{标B}} \times 5} \times 100$$

$$X = a + b$$

式中：

X—样品中酸枣仁皂苷的含量（以酸枣仁皂苷A和酸枣仁皂苷B总和计），g/100g；

a、b—分别为样品中酸枣仁皂苷A、酸枣仁皂苷B的含量，g/100g；

$W_{\text{标A}}$ 、 $W_{\text{标B}}$ —分别为酸枣仁皂苷A、酸枣仁皂苷B标准品质量；

$C_{\text{标A}}$ 、 $C_{\text{标B}}$ —分别为酸枣仁皂苷A、酸枣仁皂苷B标准品的百分含量；

$A_{\text{样A}}$ 、 $A_{\text{样B}}$ —分别为样品溶液中酸枣仁皂苷A、酸枣仁皂苷B的峰面积；

$A_{\text{标A}}$ 、 $A_{\text{标B}}$ —分别为标准品溶液中酸枣仁皂苷A、酸枣仁皂苷B的峰面积。

【保健功能】 改善睡眠

【适宜人群】 睡眠状况不佳者

【不适宜人群】 少年儿童

【食用方法及食用量】 每日2次，每次2粒，口服

【规格】 0.35g/粒

【贮藏】 置阴凉干燥处

【保质期】 24个月
