

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20060638

维平牌力鼎胶囊

【原料】

【辅料】

【生产工艺】 本品经混合、制粒、干燥、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】

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	内容物呈棕褐色，色泽均匀
滋味、气味	具本品特有的气味，无异味
性状	硬胶囊，外观完整光洁，无破损；内容物为颗粒
杂质	无杂质

【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
总蒽醌（以1,8-二羟基蒽醌计），g/100g	0.3~1.5	1 总蒽醌的测定
水分，%	≤8.0	GB 5009.3-2010
灰分，%	≤16.0	GB 5009.4-2010
崩解时间，min	≤25	《中华人民共和国药典》（2010年版）二部

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 5009.19-2008
滴滴涕，mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19-2008

1 总蒽醌的测定

1.1 仪器

1.1.1 721型分光光度计

1.1.2 沸水浴箱

1.1.3 全玻回流装置

1.2 试剂

1.2.1 混合酸溶液：25%盐酸2mL加冰醋酸18mL

1.2.2 混合碱溶液：等体积10%NaOH和4%NH₃H₂O混合

1.2.3 乙醚：分析纯

1.2.4 0.08mg/mL 1,8-羟基蒽醌对照品：先用冰醋酸配成含蒽醌0.8mg/mL，临用时再用冰醋酸稀释10倍。

1.3 样品处理：精密称取样品0.125g，置于100mL圆底烧瓶中，加混合酸溶液6mL，置沸水浴中回流15min，放冷，加乙醚30mL提取，提取液通过脱脂棉滤入分液漏斗中，继续用乙醚洗涤残渣两次，每次5mL，残渣再加混合酸溶液4mL，置沸水浴中回流15min，放冷，用乙醚20mL提取，并用乙醚洗涤残渣两次，每次5mL，合并乙醚液于分液漏斗中，分别用水30、20mL振摇二次，弃去水洗液，乙醚液用混合碱溶液50、20、20mL提取三次，合并碱提取液，置于100mL容量瓶中，加混合碱溶液至刻度，混匀后取约50mL，置于100mL锥形瓶中，称重（准确至0.01g），置沸水浴中回流30min，取出，迅速冷至室温，称重，补加10%氨水液到原来重量，混匀待测。同时分别取含蒽醌0.08mg/mL的标准液0.00、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL于10mL比色管中，加混合碱溶液至刻度，混匀，于暗处放置30min。以混合碱溶液为空白，于525nm波长处，分别测定样品和各标准液的吸光度值，求回归方程并计算样品中总蒽醌的含量。

1.4 结果计算

$$X = \frac{A \times 10 \times 100}{W}$$

式中：

X—样品中总蒽醌含量（以1,8-二羟基蒽醌计），mg/100g；

A—样品相当于标准系列中蒽醌的毫克数；

W—样品重量，g。

【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/T 4789.5-2003、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（以葡聚糖计），mg/100g	≥1800	1 粗多糖的测定
总黄酮（以芦丁计），mg/100g	≥851	2 总黄酮的测定

1 粗多糖的测定

1.1 仪器

1.1.1 分光光度计

1.1.2 离心机：3000r/min

1.1.3 旋转混匀器

1.2 试剂

除特殊注明外，本方法所用的试剂均为分析纯；所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

1.2.1 乙醇溶液（80%）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

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

1.2.3 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。

1.2.4 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。

1.2.5 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并使溶解。临用新配。

1.2.6 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。

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

1.2.8 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。

1.2.9 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。

1.3 标准曲线的绘制：精密移取葡聚糖标准溶液0、0.10、0.20、0.30、0.40、0.50、0.60mL，分别置于具塞试管中。加蒸馏水补充至体积2.00mL，再加苯酚溶液1.00mL，摇匀，依次加入浓硫酸5.00mL，摇匀，置沸水浴中2min，取出置室温，于485nm波长处测定吸光度值。以含糖量为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

1.4 样品处理

1.4.1 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，置沸水浴中加热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。

1.4.3 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。

1.5 样品测定：准确吸取样品测定液2.00mL，置于25mL比色管中，加入苯酚溶液1.00mL，摇匀，小心加入浓硫酸10.00mL，摇匀，置沸水浴中2min，取出置室温，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

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times V_1 \times V_3 \times V_5}{m_3 \times V_2 \times V_4 \times V_6} \times 100$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡聚糖计），mg/100mL；

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，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 总黄酮的测定

2.1 原理：本方法对样品中黄酮类化合物进行提取纯化后，用分光光度法于510nm波长处测定其吸光度值，与芦丁标准品比较，进行待测物中总黄酮的定量测定。

2.2 仪器

2.2.1 分光光度计

2.2.2 恒温水浴箱

2.2.3 真空泵

2.2.4 盐基交换管等

2.3 试剂

2.3.1 芦丁标准品：美国Sigma公司

2.3.2 亚硝酸钠：分析纯

2.3.3 硝酸铝：分析纯

2.3.4 氯仿：分析纯

2.3.5 无水乙醇：分析纯

2.3.6 氢氧化钠：分析纯

2.3.7 甲醇：分析纯

2.3.8 聚酰胺树脂：60~80目，Serva公司。

2.3.9 水：去离子水

2.3.10 芦丁标准溶液：准确称取经105℃干燥至恒重的芦丁标准品15.0mg，加甲醇溶解并定容至100mL，配成150μg/mL的芦丁标准溶液。

2.4 样品处理：称取1~2g干燥的固体样品，用滤纸包紧，置于平底烧瓶中，加入50~100mL70%乙醇溶液，浸润后置80℃水浴中回流2h，至黄酮类化合物基本提取完全。粗提液冷却后，减压抽滤，并用少量25%乙醇溶液洗涤滤渣，合并滤液。在50℃下减压蒸馏，除去其中的乙醇，直至烧瓶内溶液呈无醇味。倒出烧瓶内溶液，并用30mL热水分3次洗涤烧瓶，抽滤后将滤液倒入分液漏斗中，以75mL氯仿分3次萃取脱脂，待完全分层后，收集各次下层水溶液并定容至50mL。称取1~2g经预处理的聚酰胺树脂粉末，湿法装柱，用水饱和。吸取上述脱脂后的水溶液1~2mL，沿层析柱慢慢滴入柱内，放置一定时间，待测液被充分吸附

后，用70%乙醇或甲醇洗脱，流速为1.0mL/min，至流出液基本无色，一般收集10mL即可。上述洗出液用洗脱剂定容后即可用于测定。

2.5 标准曲线的绘制：准确吸取芦丁标准溶液0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00mL，相当于芦丁0.75、150、300、450、600μg，移入10mL刻度比色管中，加入30%乙醇液至5mL，各加5%亚硝酸钠溶液0.3mL，振荡后放置5min，加入10%硝酸铝溶液0.3mL，摇匀后放置6min，加1.0mol/L氢氧化钠溶液2mL，用30%乙醇定容至刻度，以零管为空白，摇匀后用1cm的比色杯，于510nm波长处测定吸光度值，绘制芦丁含量（μg）与吸光度值的标准曲线。

2.6 样品测定：根据样品中总黄酮含量高低，取适宜体积待测液，按2.5项标准曲线的绘制步骤，于510nm波长处进行吸光度值的测定（样液如有沉淀，应过滤后测定）。芦丁浓度为0.0075~0.060mg/mL范围内呈直线关系，以最小二乘法计算，其回归方程为 $y=0.090795x+0.00222$ ， $r=0.9998$ 。

2.7 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times V_2}{m \times V_1 \times 10^6} \times 100$$

式中：

X—样品中总黄酮含量（以芦丁计），g/100g；

m_1 —依据标准曲线计算出被测液中黄酮含量，μg；

m—样品质量，g；

V_1 —待测液分取的体积，mL；

V_2 —待测液的总体积，mL。

【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】
