

附2

国家市场监督管理总局 保健食品产品技术要求

国食健注G20200081

方格牌西洋参灵芝灰树花胶囊

【原料】 西洋参（经辐照）、灵芝提取物、灰树花提取物、蝙蝠蛾拟青霉菌粉

【辅料】 微晶纤维素、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经过筛、混合、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】

聚酯瓶应符合YBB00262002的规定。

【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	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，无变形、无破裂；内容物为粉末
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	GB 5009.3
灰分，%	≤9	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0	GB 5009.12

总砷(以As计), mg/kg	≤1.0	GB 5009.11
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.3	GB 5009.17
六六六, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.1	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	≤30000	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/g	≤0.92	GB 4789.3 “MPN计数法”
霉菌和酵母, CFU/g	≤50	GB 4789.15
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10

【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	≥2.72	1 粗多糖的测定
总皂苷(以人参皂苷Re计), g/100g	≥1.3	2 总皂苷的测定
腺苷, mg/100g	≥32	3 腺苷的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理: 多糖经乙醇沉淀分离后, 去除其他可溶性糖及杂质的干扰, 糖与硫酸在沸水浴中加热脱水生成羟甲基呋喃甲醛(羟甲基糠醛), 再与蒽酮缩合成蓝绿色化合物, 其呈色强度与溶液中糖的浓度呈正比, 在625nm波长下比色定量。

1.2 仪器

- 1.2.1 离心机: 4000r/min。
- 1.2.2 50mL离心管或15mL具塞离心管。
- 1.2.3 分光光度计。
- 1.2.4 水浴锅。
- 1.2.5 旋涡混合器。

1.3 试剂

实验用水为双蒸水; 所用试剂为分析纯级。

- 1.3.1 无水乙醇。
- 1.3.2 80% (V/V) 乙醇溶液。
- 1.3.3 80% (W/V) 硫酸。

1.3.4 葡萄糖标准液：准确称取干燥恒重的分析纯葡萄糖0.5000g，加水溶解并定容至50mL，此溶液每1mL含葡萄糖10mg，用前稀释100倍为使用液（0.1mg/mL）。

1.3.5 0.1%蒽酮硫酸溶液（W/V）：准确称取0.1g蒽酮置于烧杯中，缓慢加入100mL80%硫酸溶解，溶解后呈黄色透明溶液，现用现配。

1.4 样品处理

1.4.1 样品提取：取样品内容物，称取1.0~2.0g，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，于沸水浴中加热1h，冷却至室温后补加水至刻度（ V_1 ），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：准确吸取续滤液5.0mL（ V_2 ），置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀，于4℃冰箱静置4h以上，以4000r/min离心5min，弃去上清液，残渣用80%（V/V）乙醇溶液数毫升洗涤，离心后弃去上清液，反复操作3次。残渣用水溶解并定容至10~25mL（ V_3 ）（根据糖浓度而定）。

1.5 标准曲线的绘制：准确吸取葡萄糖标准使用液0、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00、1.20mL（相当于葡萄糖0、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10、0.12mg）置于10mL比色管中，补加水至2.0mL，加入0.1%蒽酮硫酸溶液6mL，在漩涡混合器上混匀，置沸水浴中加热10min，取出，在流水中冷却20min后，用分光光度计在625nm波长处以试剂空白为参比，1cm比色皿测定吸光度值。以葡萄糖质量为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

1.6 样品测定：准确吸取样品待测液2.0mL（含糖0.02~0.10mg），按标准曲线绘制步骤于625nm波长下测定吸光度值并求出样品含量。

1.7 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times V_1 \times V_3}{m_2 \times V_2 \times V_4} \times 0.9 \times 100$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），mg/100g；

m_1 —样品测定液中葡萄糖的质量，mg；

m_2 —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 —测定用样品液体积，mL；

0.9—葡萄糖换算为粗多糖的系数。

2 总皂苷的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

2.1 试剂

2.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂，Sigma化学公司、U. S. A.。

2.1.2 正丁醇：分析纯。

2.1.3 乙醇：分析纯。

2.1.4 中性氧化铝：层析用，100~200目。

2.1.5 人参皂苷Re：购自中国食品药品检定研究院。

2.1.6 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。

2.1.7 高氯酸：分析纯

2.1.8 冰乙酸：分析纯

2.1.9 人参皂苷Re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10.0mL，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

2.3 实验步骤

2.3.1 试样处理

2.3.1.1 固体试样：称取1.000g左右的试样（根据试样含人参量定），置于100mL容量瓶中，加少量水，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。

2.3.1.2 液体试样：含乙醇的补酒类保健食品，吸取1.0mL试样放水浴挥干，用水浴溶解残渣，用此液进行柱层析。

非乙醇类的液体试样：吸取1.0mL试样（假如浓度高、或颜色深，需稀释一定体积后再取1.0mL）进行柱层析。

2.3.2 柱层析：用10mL注射器作层析管，内装3cmAmberlite-XAD-2大孔树脂，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已处理好的试样溶液（见2.3.1），用25mL水洗柱，弃去洗脱液，用25mL70%乙醇洗脱人参皂苷，收集洗脱液于蒸发皿中，置于60℃水浴挥干。以此作显色用。

2.3.3 显色：在上述已挥干的蒸发皿中准确加入0.2mL5%香草醛冰乙酸溶液，转动蒸发皿，使残渣都溶解，再加0.8mL高氯酸，混匀后移入5mL带塞刻度离心管中，60℃水浴上加热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波长处与标准管一起进行比色测定。

2.3.4 标准管：吸取人参皂苷Re标准溶液（2.0mg/mL）100μL放蒸发皿中，放在水浴挥干（低于60℃），或热风吹干（勿使过热），以下操作从“2.3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

2.4 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—试样中总皂苷含量（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—试样稀释体积，mL；

m—试样质量，g。

计算结果保留二位有效数字。

3 腺苷的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

3.1 范围

本方法规定了保健食品中腺苷的测定方法。

本方法适用于以冬虫夏草为主要原料的保健食品中腺苷的测定。

本方法的检出限：0.04μg。

本方法的线性范围：0.40~60.0μg/mL。

3.2 原理：将粉碎的胶囊、片剂试样使用乙醇-水进行提取，根据高效液相色谱紫外检测器定性定量检测。

3.3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用双蒸水。

3.3.1 磷酸二氢钾：分析纯。

3.3.2 无水乙醇：优级纯。

3.3.3 甲醇：优级纯。

3.3.4 提取液：乙醇-水=3:2。

3.3.5 腺苷标准溶液：准确称量腺苷标准品0.0100g，加入水溶解并定容至25mL。此溶液每mL含0.4mg腺苷。

3.4 仪器

3.4.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）。

3.4.2 超声波清洗器。

3.4.3 离心机。

3.5 分析步骤

3.5.1 试样处理：取20粒以上片剂或胶囊试样进行粉碎混匀，准确称取适量试样（精确至0.001g）于25mL容量瓶中，加入约20mL提取液，超声提取10min。取出后加入提取液定容至刻度，混匀后以3000r/min离心3min。经0.45μm滤膜过滤后供液相色谱分析用。

3.5.2 液相色谱参考条件

3.5.2.1 色谱柱：C₁₈柱，4.6×150mm，5μm。

3.5.2.2 柱温：室温。

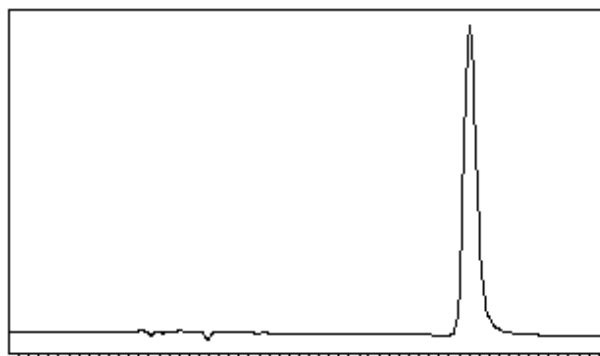
3.5.2.3 紫外检测器：检测波长254nm。

3.5.2.4 流动相：甲醇-0.01mol/L磷酸二氢钾溶液=10:90。

3.5.2.5 流速：1.0mL/min。

3.5.2.6 进样量：10μL。

3.5.2.7 色谱分析：取10μL标准溶液及试样溶液注入色谱仪中，以保留时间定性，以试样峰高或峰面积与标准比较定量。



腺苷标准溶液色谱图

3.5.3 标准曲线制备：分别配制浓度为0.400、2.00、4.00、20.0、60.0μg/mL腺苷标准溶液，在给定的仪器条件下进行液相色谱分析，以峰高或峰面积对浓度作标准曲线。

3.5.4 分析结果的表示

3.5.4.1 计算

$$X = \frac{h_1 \times C \times V \times 100}{h_2 \times m \times 1000}$$

式中：

X—试样中腺苷的含量，mg/100g；

h₁—试样峰高或峰面积；

C—标准溶液浓度，μg/mL；

V—试样定容体积，mL；

h₂—标准溶液峰高或峰面积；

m—试样质量，g。

3.5.4.2 结果表示：计算结果保留三位有效数字。

3.6 技术参数

3.6.1 准确度：方法的回收率在92.7%~98.3%之间。

3.6.2 允许差：在重复性条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的±10%。

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】 应符合《中华人民共和国药典》中“制剂通则”项下

“胶囊剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 西洋参（经辐照）

项 目	指 标
来源	西洋参的干燥根
制法	本品经粉碎、过筛、包装、辐照灭菌（ ⁶⁰ Co，6kGy）等主要工艺加工制成。
感官要求	黄白色粉末，具有原料特有的滋味、气味
皂苷，%	≥2
粒度	80目
水分，%	≤13
灰分，%	≤9
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

2. 灵芝提取物

灵芝提取物质量要求

项 目	指 标
来源	灵芝（ <i>Ganoderma lucidum</i> ）的干燥子实体应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（10、8倍量水75~80℃提取2次，每次2h）、过滤、浓缩、醇沉、减压干燥（0.08Mpa，70℃）、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成。
提取率，%	约10
感官要求	棕褐色至棕色粉末，具有原料特有的滋味、气味
多糖，%	≥10
水分，%	≤9
灰分，%	≤9
粒度	80目
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.5
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.5
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

3. 灰树花提取物

灰树花提取物质量要求

项 目	指 标
-----	-----

来源	灰树花的子实体 应符合食品安全国家标准
制法	经粉碎、提取（22、10倍量水100℃提取2次，分别2h、1.5h）、过滤、浓缩、醇沉、喷雾干燥（进口温度180~240℃，出口温度80~100℃）、包装等主要工艺加工制成。
提取率，%	约14
感官要求	棕褐色至黄色粉末，具有原料特有的滋味、气味
多糖，%	≥5
水分，%	≤9
灰分，%	≤9
粒度	80目
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

4. 蝙蝠蛾拟青霉菌粉

蝙蝠蛾拟青霉菌粉质量要求

项 目	指 标
来源	蝙蝠蛾拟青霉菌 (<i>Paecilomyces hepiali</i> Chen & Dai)
制法	经培养基灭菌（121~122℃，30~32min）、发酵培养（24~26℃，60~65h）、过滤、干燥（85~95℃，30~35h）、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成。
感官要求	棕色粉末，具有原料特有的滋味、气味
腺苷，%	≥0.22
水分，%	≤9
灰分，%	≤9
粒度	80目
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

5. 微晶纤维素：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。