

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G20200633

庆大堂牌灵芝破壁灵芝孢子粉颗粒

- 【原料】 破壁灵芝孢子粉、灵芝提取物
- 【辅料】 无
- 【生产工艺】 本品经过筛、混合、制粒、干燥、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】 药用包装用复合膜应符合YBB00172002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	棕色，色泽一致
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	均匀颗粒，无吸潮、软化、结块等现象
杂质	无正常视力可见外来异物

- 【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，%	≤6.0	GB 5009.3
灰分，%	≤5.0	GB 5009.4
粒度	不能通过一号筛与能通过五号筛的总和不得过15%	《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	≤0.2	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	≤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
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4

【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	≥3.2	1 粗多糖的测定
总三萜（以齐墩果酸计），g/100g	≥3.2	2 总三萜的测定

1 粗多糖的测定

1.1 仪器

1.1.1 离心机：4000r/min。

1.1.2 离心管：50mL。

1.1.3 分光光度计。

1.1.4 水浴锅。

1.1.5 漩涡混合器。

1.2 试剂

实验用水为双蒸水，所用试剂为分析纯级。

1.2.1 无水乙醇。

1.2.2 80%（V/V）乙醇溶液。

1.2.3 葡萄糖标准溶液：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10mg葡萄糖，用前稀释100倍为使用液（0.1mg/mL）。

1.2.4 5%苯酚溶液（W/V）：称取精制苯酚5.0g，加水溶解并稀释至100mL，混匀。溶液置于冰箱中可保存一个月。

1.2.5 浓硫酸（比重1.84）。

1.3 样品处理

1.3.1 样品提取：称取混合均匀的固体样品1.0~2.0g，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，于沸水浴中加热15min，冷却至室温后补加水至刻度（V₁），混匀后过滤，弃去初过滤液，收集余下滤液供沉淀粗多糖。

1.3.2 沉淀粗多糖：准确吸取上述滤液5.0mL（V₂），置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀，与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（V₃）（根据糖浓度而定），供测定用。

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）置于25mL比色管中，补加水至2.0mL，加入5%苯酚溶液1.0mL，在漩涡混合器上混匀，小心加入浓硫酸10mL，在漩涡混合器上小心混匀，置沸水浴中2min，冷却至室温，用分光光度计在485nm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。

1.5 样品测定：准确吸取样品测定液适量（ V_4 ）（含糖0.02~0.08mg）置于25mL比色管中，自“补加水至2.0mL”起，以下操作按照标准曲线的绘制项下，依法测定吸光度值。从标准曲线上查出葡萄糖含量，计算样品中粗多糖含量。

1.6 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 —样品称样质量，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 总三萜的测定

2.1 原理：灵芝中三萜类物质在高氯酸作用下与香草醛反应生成有色物质。在545nm波长下，其吸光度大小与三萜类物质含量成正比。以齐敦果酸为对照品，用比色法测定三萜类物质的含量。

2.2 试剂

如无特殊说明所用试剂均为分析纯。

2.2.1 氯仿。

2.2.2 香草醛。

2.2.3 冰乙酸。

2.2.4 高氯酸。

2.2.5 无水乙醇。

2.2.6 齐敦果酸（对照品）。

2.2.7 齐敦果酸储备液（0.1mg/mL）：称取95℃干燥2h的齐敦果酸对照品10.0mg，用无水乙醇溶解并定容至100mL。

2.2.8 5%香草醛-冰乙酸溶液，此溶液临用前配制。

2.3 仪器

2.3.1 紫外可见分光光度计。

2.3.2 分析天平（感重为±0.1mg）。

2.3.3 水浴锅。

2.3.4 干燥箱。

2.3.5 常用玻璃仪器：如容量瓶、具塞比色管、圆底烧瓶等

2.4 标准曲线的制备：吸取齐敦果酸储备液0.20、0.40、0.60、0.80、1.00、1.20mL置于25mL具塞比色管中，常压水浴蒸干溶剂，加入新配制的5%香草醛-冰乙酸溶液0.20mL、高氯酸0.80mL，摇匀，置于70℃水浴加热15min，取出，冰水冷却5min，用自来水欲调至室温，准确加入冰乙酸5.00mL稀释，摇匀。以试剂空白做参比，在30min内用紫外可见分光光度计，在545nm处测吸光度值 $y(A)$ 。以吸光度 $y(A)$ 为纵坐标，以三萜含量（mg）为横坐标，绘制标准曲线，求出直线回归方程并计算相关系数。

2.5 样品溶液的制备：取样品约0.2g，准确至0.1mg。置于150mL圆底烧瓶中，加入30mL氯仿，置于60℃（±1℃）水浴回流2h，常压过滤，滤渣再加入30mL氯仿回流1h，常压过滤。合并滤液，水浴蒸干，残渣加无水乙醇溶解并转移至50mL容量瓶中并至刻度，摇匀，得待测液。

2.6 样品测定：吸取待测液1mL于25mL具塞比色管中，水浴蒸干，加入新配制的5%香草醛-冰乙酸溶液0.20mL和高氯酸0.80mL，摇匀，置于70℃水浴加热15min，取出，冰水冷却5min。用自来水欲调至室温，准确加入冰乙酸5.00mL稀释，摇匀。以试剂空白做参比，在30min内，用紫外可见分光光度计，在545nm处测吸光度值 $y(A)$ 。通过线性回归方程计算待测液中三萜类物质的质量。

2.7 结果计算

$$m_2 \times V_1 \times 100$$

$$X = \frac{m_1 \times (1-x) \times V_2 \times 1000}{v_1 \times m_2}$$

式中:

- X—样品总三萜含量(以齐墩果酸计), g/100g;
 m_1 —样品称样量, g;
 m_2 —通过线性回归方程算得的测定用样液中三萜类物质的质量, mg;
 v_1 —待测液定容的体积, mL;
 v_2 —测定用的样液体积, mL;
x—样品的含水量, g/100g。

【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“颗粒剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 破壁灵芝孢子粉

项 目	指 标
来源	多孔菌科真菌赤芝 <i>Ganoderma lucidum</i> (Leyss. Ex Fr.) Kars t. 或紫芝 <i>Ganoderma sinense</i> Zhao, Xu et Zhang的干燥担孢子
制法	净制、超低温粉碎破壁(-2~-7℃, 12000~15000转/min)、辐照灭菌(⁶⁰ Co, 6KGy)包装等主要工艺加工制成。
破壁率, %	≥98
感官要求	棕色粉末, 无异物, 具有本品特有的滋味、气味
粗多糖(以葡萄糖计), %	≥2.0
总三萜(以齐墩果酸计), %	≥3.8
灰分, %	≤5.0
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	≤0.2
滴滴涕, mg/kg	≤0.2
菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母菌, CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

2. 灵芝提取物

项 目	指 标
来源	多孔菌科真菌赤芝 <i>Ganoderma lucidum</i> (Leyss. Ex Fr.) Kars t. 或紫芝 <i>Ganoderma sinense</i> Zhao, Xu et Zhang的干燥子实体 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	以灵芝子实体为原料, 经粗碎、提取(加70%乙醇回流提取2次, 第一次10倍溶剂2h、第二次8倍溶剂1.5h, 过滤; 药渣再加水回流提取2次, 第一次10倍溶剂2h、第二次8倍溶剂1.5h, 过滤, 分别合并醇提取液和水提取液)、浓缩、精制(水提液浓缩至药液比为1:1时, 加95%乙醇调含醇量达70%时, 4℃静置12h, 离心, 分取沉淀物)、减压干燥(2种提取物, -0.06~-0.08MPa, 70~80℃)、粉碎、过筛、混合, 包装等主要工艺加工制成。
感官要求	棕色粉末, 具有本品特有的滋味、气味
提取率, %	10
粒度	80目
粗多糖(以葡萄糖计), %	≥6.0
总三萜(以齐墩果酸计), %	≥2.0
水分, %	≤5.0

灰分, %	≤5.0
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	≤0.2
滴滴涕, mg/kg	≤0.2
菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母菌, CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g
