

国家市场监督管理总局  
保健食品产品技术要求

国食健注G20190459

靖老牌灵芝胶囊

- 【原料】 灵芝提取物
- 【辅料】 无
- 【生产工艺】 本品经过筛、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】 包装用瓶符合YBB00122002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 | 具本品固有的风味，无异味         |
| 性状    | 硬胶囊，完整、无破裂；内容物为颗粒和粉末 |
| 杂质    | 无正常视力可见的外来异物         |

- 【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，%          | ≤9.0 | GB 5009.3   |
| 灰分，%          | ≤3.0 | 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（以葡聚糖计），g/100g  | ≥14  | 1 粗多糖的测定 |
| 总三萜（以齐墩果酸计），g/100g | ≥0.4 | 2 总三萜的测定 |

## 1 粗多糖的测定

1.1 原理：食品中分子量大于10000的高分子物质在800mL/L乙醇溶液中沉淀，与水溶性单糖和低聚糖分离，用碱性二价铜试剂选择性地从其它高分子物质中沉淀出具有葡聚糖结构的多糖，用苯酚-硫酸反应，以碳水化合物形式比色测定其含量，其呈色强度与粗多糖中葡聚糖的含量成正比，以此计算食品中粗多糖含量。

### 1.2 试剂

本方法所用试剂除特殊注明外，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（800mL/L）：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，加入固体无水硫酸钠至饱和，备用。

1.2.3 铜储备溶液：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。

1.2.4 铜试剂溶液：取铜储备溶液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。

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

1.2.6 硫酸溶液（100mL/L）：取100mL浓硫酸加入到800mL左右水中，混匀，冷却后稀释至1L。

1.2.7 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一个月。

1.2.8 葡聚糖标准储备液：葡聚糖标准品购自Sigma公司，含量99.9%。精密称取分子量500000、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。此溶液每毫升含葡聚糖10.0mg。

1.2.9 葡聚糖标准使用液：吸取葡聚糖标准储备液1.00mL，置于100mL容量瓶中，加水至刻度，混匀，置冰箱中保存。此溶液每毫升含葡聚糖0.10mg。

### 1.3 仪器

1.3.1 分光光度计。

1.3.2 离心机（3000r/min）。

1.3.3 旋转混匀器。

### 1.4 分析步骤

1.4.1 标准曲线制备：精密吸取葡聚糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL（相当于葡聚糖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，在旋转混匀器上混匀，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。以葡聚糖浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

#### 1.4.2 样品处理

1.4.2.1 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，于沸水浴上加热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。

1.4.2.2 沉淀粗多糖：精密吸取1.4.2.1项续滤液5.0mL，置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀后，以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用800mL/L乙醇溶液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复3~4次操作。残渣用水溶解并定容至5.0mL，混匀后，供沉淀葡聚糖。

1.4.2.3 沉淀葡聚糖：精密取1.4.2.2项终溶液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，冷却后以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用洗涤液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复3次操作后，残渣用100mL/L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。

1.4.3 样品测定：精密吸取样品测定液2.0mL，置于25mL比色管中，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，在旋转混匀器上混匀后，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。从标准曲线上查出葡聚糖质量，计算样品中粗多糖含量。同时作样品空白实验。

### 1.5 结果计算

$$X = \frac{W_1 - W_2}{M \times (V_2/V_1) \times (V_4/V_3) \times (V_6/V_5)}$$

式中：

X—样品中粗多糖的含量（以葡聚糖计），mg/g；

W<sub>1</sub>—样品测定液中葡聚糖的质量，mg；

W<sub>2</sub>—样品空白液中葡聚糖的质量，mg；

M—样品质量，g；

V<sub>1</sub>—样品提取液总体积，mL；

V<sub>2</sub>—沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；

V<sub>3</sub>—粗多糖溶液总体积，mL；

V<sub>4</sub>—沉淀葡聚糖所用粗多糖溶液体积，mL；

V<sub>5</sub>—样品测定液总体积，mL；

V<sub>6</sub>—测定用样品测定溶液体积，mL。

## 2 总三萜的测定

### 2.1 仪器

- 2.1.1 分光光度计。
- 2.1.2 离心机。
- 2.1.3 超声波提取器。
- 2.1.4 水浴锅。
- 2.1.5 分析天平。
- 2.2 试剂
- 除注明外，所用试剂均为分析纯；试验用水为双蒸馏水。
- 2.2.1 三氯甲烷。
- 2.2.2 冰醋酸。
- 2.2.3 高氯酸。
- 2.2.4 乙酸乙酯。
- 2.2.5 香草醛：5%香草醛冰醋酸溶液（m/v）。
- 2.2.6 齐墩果酸：精密称取齐墩果酸对照品（含量97%）11.7mg，置于100mL容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并定容至100mL，即为0.117mg/mL齐墩果酸标准液。
- 2.3 样品处理与测定：取样10粒，精密称取0.500g，置入50mL容量瓶中，加30mL三氯甲烷，强力超声波提取30min，冷却后用三氯甲烷定容至刻度，摇匀。精密吸取上清液0.5mL于10mL具塞试管中，置60℃水浴蒸干，冷却，加入5%香草醛冰醋酸溶液0.4mL，混匀，再加1.0mL高氯酸，盖上塞子，混匀，于60℃恒温水浴保温15min，取出后置冰浴立即冷却，加冰醋酸5mL，摇匀后置室温下15～30min，用分光光度计于548nm波长处检测吸光度值。
- 2.4 标准曲线的绘制：精密吸取齐墩果酸标准溶液0、0.1、0.2、0.3、0.4、0.5mL，置于10mL具塞试管中，置60℃水浴蒸干，按1.3项样品处理与测定规定的方法进行。以吸光度值为纵坐标，齐墩果酸质量为横坐标，绘制标准曲线得回归方程。
- 2.5 结果计算

$$X = \frac{A_1 \times V_1 \times 100}{m \times V_2 \times 1000}$$

式中：

X—样品中总三萜含量（以齐墩果酸计），mg/100g；

A<sub>1</sub>—样品测定液中比色相当于齐墩果酸的量，μg；

V<sub>1</sub>—样品测定液的体积，mL；

m—样品质量，g；

V<sub>2</sub>—测定用样品测定液的体积，mL；

1000—μg换算成mg的换算系数。

**【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. 灵芝提取物

| 项 目 | 指 标                                               |
|-----|---------------------------------------------------|
| 来源  | 灵芝<br>应符合《中华人民共和国药典》的规定                           |
| 制法  | 经粉碎、提取（12、10倍量水煎煮提取2次、每次2h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度180～20 |

|                |                          |
|----------------|--------------------------|
|                | 0℃，出风温度80～90℃）、包装等主要工艺制成 |
| 提取率，%          | 9～11                     |
| 感官要求           | 棕色粉末                     |
| 细度（通过80目筛）     | ≥90                      |
| 多糖，%           | ≥20                      |
| 总三萜，%          | ≥0.4                     |
| 六六六，mg/kg      | ≤0.1                     |
| 滴滴涕，mg/kg      | ≤0.1                     |
| 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                      |
| 沙门氏菌           | ≤0/25g                   |
| 金黄色葡萄球菌        | ≤0/25g                   |

---