

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G20200621

儒益堂牌灵芝孢子丹参麦冬胶囊

【原料】 破壁灵芝孢子粉（经辐照）、丹参提取物、麦冬提取物、葡萄籽提取物

【辅料】 硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经过筛、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】

口服固体药用高密度聚乙烯瓶应符合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	内容物呈棕褐色
滋味，气味	具有本品特有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，无碎裂、漏粉、粘结等现象，内容物为颗粒
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，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤5.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
铅（以pb计），mg/kg	≤1.5	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	≥2.1	1 粗多糖的测定
原花青素，g/100g	≥6.0	2 原花青素的测定
丹参酮IIA，g/100g	≥0.6	《中华人民共和国药典》中“丹参酮IIA”项下“含量测定”规定的方法

1 粗多糖的测定

1.1 适用范围

本方法适用于本品中粗多糖的测定。

1.2 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，再与苯酚-硫酸作用成橙红色化合物，其呈色强度与溶液中糖的浓度成正比，在485nm波长下比色定量。

1.3 试剂

1.3.1 无水乙醇：分析纯。

1.3.2 80%（V/V）乙醇溶液：分析纯。

1.3.3 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1mL含10mg葡萄糖，用前稀释100倍为使用液（0.1mg/mL）。

1.3.4 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。溶液置冰箱中可保存1个月。

1.3.5 浓硫酸（比重1.84）。

1.3.6 0.2mol/L磷酸盐缓冲液（pH6.5）：31.5mL（0.2mol/L）磷酸氢二钠与68.5mL（0.2mol/L）磷酸二氢钠混合。

1.4 仪器

1.4.1 离心机：4000r/min。

1.4.2 离心管：50mL。

1.4.3 分光光度计。

1.4.4 水浴锅。

1.4.5 旋涡混合器。

1.5 测定步骤

1.5.1 样品提取：称取混合均匀的内容物1.0~2.0g，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，于沸水浴中加热1小时，冷却至室温后补加水至刻度（V₁），混匀后过滤，弃去初滤液，收集余下滤液供沉淀粗多糖。

1.5.2 沉淀粗多糖：准确吸取上滤液5.0mL（V₂），置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀，于4℃

冰箱静置4小时以上,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)。

1.5.3 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,在旋涡混合器上混匀,小心加入浓硫酸10mL,在旋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。

1.5.4 样品测定:准确吸取上液适量(V_4) (含糖0.02~0.08mg)置于25mL比色管中,补加水至2.0mL,然后按1.5.3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 计算公式:

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

式中:

X—样品中粗多糖含量, mg/g (mL);

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 原花青素的测定

2.1 适用范围

本方法适用于保健食品中原花青素的含量测定。

2.2 原理:原花青素是含有儿茶素和表儿茶素单元的聚合物。原花青素本身无色,但经过用热酸处理后,可以生成深红色的花青素离子。本法用分光光度法测定原花青素在水解过程中生成的花青素离子。计算试样中原花青素含量。

2.3 试剂

2.3.1 甲醇:分析纯。

2.3.2 正丁醇:分析纯。

2.3.3 盐酸:分析纯。

2.3.4 盐酸铁铵 $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 溶液:用浓度为2mol/L盐酸配成2% (w/v) 溶液。

2.3.5 原花青素标准品:葡萄籽提取物,纯度95%。

2.4 仪器

2.4.1 分光光度计。

2.4.2 回流装置。

2.5 操作步骤

2.5.1 试样的制备:挤出20粒胶囊内容物,研磨或搅拌均匀。

2.5.2 提取:称取50~100mg试样置于50mL量瓶中,加入30mL甲醇,超声处理20min,放冷至室温后,加甲醇至刻度,摇匀,离心或放置至澄清后取上清液备用。

2.5.3 标准曲线:称取原花青素标准品10.0mg溶于10mL甲醇中,吸取该溶液0、0.1、0.25、0.5、1.0、1.5mL置于10mL容量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀。各取1mL测定。与试样测定方法相同。

2.5.4 试样测定:将正丁醇与盐酸按95:5的体积比混合后,取出6mL置于具塞锥瓶中,再加入0.2mL盐酸铁铵溶液和1mL试样溶液,混匀,置沸水浴回流,精确加热40min后,立即置冰水中冷却,在加热完毕15min后,于546nm波长处测吸光度,由标准曲线计算试样中原花青素的含量。显色在1小时内稳定。

2.6 计算公式

$$X(\%) = \frac{m_1 \times v \times 1000}{m \times 1000 \times 1000} \times 100$$

式中:

X—试样中原花青素的百分含量, g/100g;

m_1 —反应混合物中原花青素的量, μg ;

v —待测样液的总体积, mL ;

m —试样的质量, mg 。

【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. 灵芝孢子粉（经辐照）

项 目	指 标
来源	灵芝科灵芝属 <i>Ganoderma lucidum</i> (Leys. ex Fr.) Karst 灵芝孢子
制法	经过筛、除杂、干燥（CT-C-I系列热风循环烘箱， 55°C ，2h，水分 $<9\%$ ）、辐照灭菌（ ^{60}Co ， 4kGy ）、物理破壁（用高频振荡壁碎机破壁，装料量：20L，进料量：2500~4000g/次，振幅：4~5.5mm可调，粉碎方式：振动研磨，介质棒撞击力：5~6G，破壁率 $\geq 98.0\%$ ）、内包装、外包装、检验、入库等主要工艺加工制成
感官要求	褐色粉状，具有灵芝孢子香粉末
真菌多糖	阳性反应
萜类化合物	阳性反应
破壁率，%	≥ 98.0
蛋白质，%	≥ 10.0
水溶性多糖，%	≥ 1.5
水分，%	≤ 10.0
灰分，%	≤ 8.0
铅（以Pb计）， mg/kg	≤ 1.0
总砷（以As计）， mg/kg	≤ 0.5
总汞（以Hg计）， mg/kg	≤ 0.2
菌落总数， CFU/g	≤ 1000
大肠菌群， MPN/100g	≤ 43
霉菌和酵母菌， CFU/g	≤ 50
沙门氏菌	$\leq 0/25\text{g}$
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25\text{g}$

2. 丹参提取物

项 目	指 标
来源	唇形科植物丹参 <i>Salvia Miltiorrhizae</i> Bge 的根 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经淘洗、烘干、粉碎、提取（90%乙醇提取3次，分别8倍量2h、8倍量2h、6倍量1.5h）、过滤、回收乙醇、减压浓缩、脱色（浓缩物用 70°C ~ 80°C 热水洗至洗液无色）、真空干燥（ 60°C ~ 70°C ）、粉碎、过筛（80目）等主要工艺加工制成
提取率，%	5
感官要求	棕红色，精细粉末
丹参酮IIA，%	≥ 4.0
目数	80
干燥失重，%	≤ 5.0
灰分，%	≤ 5.0
铅（以Pb计）， mg/kg	≤ 1.0
总砷（以As计）， mg/kg	≤ 1.0
总汞（以Hg计）， mg/kg	≤ 0.2
六六六， mg/kg	≤ 0.1
滴滴涕， mg/kg	≤ 0.1
菌落总数， CFU/g	≤ 1000

大肠菌群, MPN/100g	≤43
霉菌及酵母菌, CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

3. 麦冬提取物

项 目	指 标
来源	百合科植物麦冬(沿阶草) <i>Ophiopogon japonicus</i> (Thunb.) Ker-Gawl. 的干燥块根 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粗粉碎、提取(沸水提取3次, 分别10倍量2h、10倍量2h、8倍量1.5h)、过滤、减压浓缩、喷雾干燥(进风温度180~200℃, 排风温度80~100℃)、过筛(80目)等主要工艺加工制成
提取率, %	10
感官要求	浅黄色, 精细粉末
麦冬多糖, %	≥10.0
目数	80
干燥失重, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
铅(以Pb计), mg/kg	≤1.0
总砷(以As计), mg/kg	≤1.0
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.2
六六六, mg/kg	≤0.1
滴滴涕, mg/kg	≤0.1
菌落总数, CFU/g	≤1000
大肠菌群, MPN/100g	≤43
霉菌和酵母菌, CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

4. 葡萄籽提取物

项 目	指 标
来源	葡萄科植物葡萄 <i>Vitis vinifera</i> L. 的种子 应符合相关食品安全国家标准的规定
制法	经粗粉碎、提取(10倍量70%乙醇回流提取2小时)、药渣弃去收集滤液、滤液浓缩至无醇味、静置后上清液上聚酰胺柱层析、分别用水和70%乙醇洗脱(流速30~40L/小时)、收集70%的乙醇洗脱液、减压浓缩、将洗脱液真空浓缩至比重1.1~1.2、浓缩液喷雾干燥(进风口温度160~170℃, 出风口温度100~110℃)等主要工艺加工制成
提取率, %	4
感官要求	棕红色, 精细粉末
原花青素, %	≥95.0
目数	80
干燥失重, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
铅(以Pb计), mg/kg	≤1.0
总砷(以As计), mg/kg	≤1.0
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.2
六六六, mg/kg	≤0.1
滴滴涕, mg/kg	≤0.1
菌落总数, CFU/g	≤1000
大肠菌群, MPN/100g	≤43
霉菌和酵母菌, CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

5. 硬脂酸镁: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。