

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20130002

瑞尔牌人参灵芝胶囊

- 【原料】 灵芝提取物、人参提取物、亚硒酸钠
- 【辅料】 微晶纤维素、淀粉、二氧化硅、硬脂酸镁
- 【生产工艺】 本品经过筛、混合、制粒、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】 塑料瓶应符合GB 4806.7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	内容物呈棕色至褐色
滋味、气味	具本品特有的气味
性状	硬胶囊，外观完整光洁；内容物为粗粉（颗粒和粉末）
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	GB 5009.3
灰分，%	≤15	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30	《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	≤0.2	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
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
总皂苷（以人参皂苷Re计）， g/100g	≥3.5	1 总皂苷的测定
硒（以Se计），mg/100g	2.7～4.6	2 硒的测定

1 总皂苷的测定

1.1 试剂

- 1.1.1 D101大孔树脂.
- 1.1.2 正丁醇：分析纯。
- 1.1.3 乙醇：分析纯。
- 1.1.4 中性氧化铝：层析用，100～200目。
- 1.1.5 人参皂苷Re标准品：购自中国食品药品检定研究院。
- 1.1.6 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。
- 1.1.7 高氯酸：分析纯。
- 1.1.8 冰乙酸：分析纯。
- 1.1.9 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。

1.2 仪器

- 1.2.1 比色计。
- 1.2.2 层析柱。

- 1.3 试样处理：取样品，研细。称取试样0.6000g左右，置于100mL容量瓶中，加50mL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。
- 1.4 柱层析：用10mL注射器作层析管，内装3cm D101大孔树脂，上加1cm中性氧化铝。先用25mL 70%乙醇洗柱，弃去洗脱液，再用25mL洗柱，弃去洗脱液，精确加入1.0mL已处理好的试样溶液（见1.3项），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。
- 1.5 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。
- 1.6 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“A.1.4.2柱层析”起，与试样相同。测定吸光度值。

1.7 结果计算

$$X = \frac{A_1}{A_2} \times C \times \frac{V}{M} \times \frac{100}{1000} \times \frac{1}{1000}$$

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。

2 硒的测定

2.1 原理：样经酸加热消化后，在 6mol/L 盐酸介质中，将试样中的六价硒还原成四价硒，用硼氢化钠或硼氢化钾作还原剂，将四价硒在盐酸介质中还原成硒化氢（H₂Se），由载气（氩气）带入原子化器中进行原子化，在硒空心阴极灯照射下，基态硒原子被激发至高能态，在去活化回到基态时，发射出特征波长的荧光，其荧光强度与硒含量成正比。与标准系列比较定量。

2.2 试剂

除非另有规定，本方法所使用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的三级水。

- 2.2.1 硝酸：优级纯。
- 2.2.2 高氯酸：优级纯。
- 2.2.3 盐酸：优级纯。
- 2.2.4 混合酸：将硝酸与高氯酸按 9:1体积混合。
- 2.2.5 氢氧化钠：优级纯。
- 2.2.6 硼氢化钠溶液（8g/L）：称取 8.0g硼氢化钠（NaBH₄），溶于氢氧化钠溶液（5g/L）中，然后定容至1000mL，混匀。
- 2.2.7 铁氰化钾（100g/L）：称取10.0g铁氰化钾[（K₃Fe（CN）₆）]，溶于100mL水中，混匀。
- 2.2.8 硒标准储备液：精确称取100.0mg硒（光谱纯），溶于少量硝酸中，加2mL高氯酸，置沸水浴中加热3h~4h，冷却后再加8.4mL盐酸，再置沸水浴中煮2min，准确稀释至1000mL，其盐酸浓度为0.1mol/L，此储备液浓度为每毫升相当于100μg硒。
- 2.2.9 硒标准应用液：取 100μg/mL 硒标准储备液 1.0mL，定容至 100mL，此应用液浓度为 1μg/mL。
注：也可购买该元素有证国家标准溶液。
- 2.2.10 盐酸（6mol/L）：量取50mL盐酸（4.3）缓慢加入40mL水中，冷却后定容至100mL。
- 2.2.11 过氧化氢（30 %）。

2.3 仪器

- 2.3.1 原子荧光光谱仪，带硒空心阴极灯。
- 2.3.2 电热板。
- 2.3.3 微波消解系统。
- 2.3.4 天平：感量为 1 mg。
- 2.3.5 粉碎机。
- 2.3.6 烘箱。

2.5 试样制备

- 2.5.1 试样处理：粉碎，混匀，备用。
- 2.5.2 试样消解：电热板加热消解：称取0.5g~2g（精确至0.001g）试样，液体试样吸取1.00mL~10.00 mL，置于消化瓶中，加10.0mL混合酸及几粒玻璃珠，盖上表面皿冷消化过夜。次日于电热板上加热，并及时补加硝酸。当溶液变为清亮无色并伴有白烟时，再继续加热至剩余体积2mL左右，切不可蒸干。冷却，再加5.0mL盐酸（2.2.10），继续加热至溶液变为清亮无色并伴有白烟出现，将六价硒还原成四价硒。冷却，转移至50mL容量瓶中定容，混匀备用。同时做空白试验。
- 2.5.3 微波消解：称取0.5g~2g（精确至0.001g）试样于消化管中，加10mL硝酸、2mL过氧化氢，振摇混合均匀，于微波消化仪中消化，其消化推荐条件见表1（可根据不同的仪器自行设定消解条件）：

表1 微波消化推荐条件

--	--	--	--	--

STAGE	POWER		RAMP	℃	HOLD
1	1600 W	100%	6:00	120	1:00
2	1600 W	100%	3:00	150	5:00
3	1600 W	100%	5:00	200	10:00

冷却后转入三角瓶中，加几粒玻璃珠，在电热板上继续加热至近干，切不可蒸干。再加5.0 mL盐酸（2.2.10），继续加热至溶液变为清亮无色并伴有白烟出现，将六价硒还原成四价硒。冷却，转移试样消化液于25mL容量瓶中定容，混匀备用。同时做空白试验。吸取10.0mL试样消化液于15mL离心管中，加盐酸（2.2.3）2.0mL，铁氰化钾溶液（2.2.7）1.0mL，混匀待测。

2.5.4 标准曲线的配制：分别取0.00、0.10、0.20、0.30、0.40、0.50mL标准应用液于15mL离心管中用去离子水定容至10mL，再分别加盐酸（2.2.3）2mL，铁氰化钾溶液（2.2.7）1.0 mL，混匀，制成标准工作曲线。

2.6 仪器参考条件

2.6.1 负高压：340V。

2.6.2 灯电流：100mA。

2.6.3 原子化温度：800℃。

2.6.4 炉高：8mm。

2.6.5 载气流速：500mL/min。

2.6.6 屏蔽气流速：1000mL/min。

2.6.7 测量方式：标准曲线法。

2.6.8 读数方式：峰面积。

2.6.9 延迟时间：1s。

2.6.10 读数时间：15s。

2.6.11 加液时间：8s。

2.6.12 进样体积：2mL。

2.7 测定：设定好仪器最佳条件，逐步将炉温升至所需温度后，稳定10min~20min后开始测量。连续用标准系列的零管进样，待读数稳定之后，转入标准系列测量，绘制标准曲线。转入试样测量，分别测定试样空白和试样消化液，每测不同的试样前都应清洗进样器。

2.8 结果计算

$$X = \frac{(C - C_0) \times V \times 1000}{m \times 1000 \times 1000}$$

式中：

X—试样中硒的含量，mg/kg；

C—试样消化液测定浓度，ng/mL；

C₀—试样空白消化液测定浓度，ng/mL；

m—试样质量，g；

V—试样消化液总体积，mL。

【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

灵芝提取物质量要求

项 目	指 标
来源	灵芝 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
制法	破碎、提取（8倍量水煮沸3次，每次1h）、醇沉（沉淀物加水溶解至密度1.10~1.15）、喷雾干燥（进风温度180~190℃，排风温度85~95℃）、粉碎、过筛、批混等

感官要求	棕黄色粉末、特殊气味
提取率，%	11~15
多糖含量（以葡萄糖计），%	≥20
粒度（100目筛通过率），%	≥95
干燥失重，%	≤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
甲醇残留，%	≤0.5
菌落总数，CFU/g	≤1000
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. 人参提取物

人参提取物质量要求

项 目	指 标
来源	人参 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
制法	破碎、提取（6倍量70%乙醇75~85℃提取3次，每次1.5h）、过筛、浓缩、真空干燥（-0.02~0.08MPa，90~115℃）、粉碎、过筛、批混等
提取率，%	8~12
总皂苷（以人参皂苷Re计，UV），%	≥10
感官要求	微黄色粉末
干燥失重，%	≤10.0
灰分，%	≤7.0
粒度（100目筛通过率），%	≥95
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤0.2
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.2
镉（以Cd计），mg/kg	≤0.1
甲醇残留，%	≤0.5
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
五氯硝基苯，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌及酵母菌，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

3. 亚硒酸钠：应符合GB 1903.9《食品安全国家标准 食品营养强化剂 亚硒酸钠》的规定。

4. 微晶纤维素：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

5. 淀粉：应符合《中华人民共和国药典》中“玉米淀粉”的规定。

6. 二氧化硅：应符合GB 25576《食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化硅》的规定。

7. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

