

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20060021

圣益圣牌破壁灵芝孢子西洋参灵芝多糖粉胶囊

- 【原料】 破壁灵芝孢子粉、灵芝多糖粉、西洋参粉
- 【辅料】 二氧化硅
- 【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】 聚乙烯瓶应符合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	内容物呈淡棕色至深褐色
滋味、气味	具产品应有的滋味和气味，无异味
性状	硬胶囊，外表整洁光滑，无粘结、变形或破裂现象；内容物为粉末或颗粒状
杂质	无正常视力可见外来异物

【鉴别】 显微鉴别：在16×40倍显微镜下本品形态为碎块状；未破壁灵芝孢子粉的显微形态为椭圆形；灵芝超细粉的显微形态为线状菌丝体段；三者具有明显差别。

【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	≤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	≤1000	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 4789.14

【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g/100g	≥5.17	1 粗多糖的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计）， g/100g	≥1.28	2 总皂苷的测定

1 粗多糖的测定

1.1 仪器

1.1.1 分光光度计。

1.1.2 离心机：3500r/min。

1.2 试剂

除特殊注明外，本方法所用的试剂均为分析纯；所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

1.2.1 无水乙醇：分析纯。

1.2.2 浓硫酸：分析纯，95.5%。

1.2.3 乙醇溶液（80%）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

1.2.4 6%苯酚：6g重蒸苯酚（150g苯酚加铝粉0.2g和碳酸氢钠1.0g，蒸馏，收集182℃馏分）用煮沸过的蒸馏水定容至100mL，置冰箱（4℃）中避光保存（保质期半个月）。

1.2.5 葡萄糖标准溶液：准确称取0.1g经过105℃干燥至恒重的葡萄糖（分析纯），加水溶解后以水稀释至100mL，此溶液1mL含葡萄糖1mg，用时从中吸取10mL，用蒸馏水定容至250mL，这时葡萄糖标准溶液的浓度记为C（μg/mL，约40μg/mL左右）。

1.3 标准曲线的制备：精密移取葡萄糖标准溶液0.4、0.6、0.8、1.0、1.2、1.4、1.6、1.8mL，各以水补至2.0mL，用旋涡混匀器振匀，然后加入6%苯酚1.0mL，摇匀，再加5mL浓硫酸，迅速振匀。室温放置5min，然后在沸水浴中保温15min，用自来水冷却5min，摇匀，于490nm波长处测光密度，以2.0mL水按同样显色操作作为空白，以光密度值为横坐标，以葡萄糖标准溶液体积数（mL）为纵坐标得标准曲线。

1.4 样品溶液的制备：精确称取样品1.0g（相当于多糖质量约400mg的量，记为W，单位g），置试管中加重蒸水45mL，于沸水浴上加热2h，冷却至室温后定容至100mL（记为V₁，单位mL）。准确吸取上述滤液10mL（记为V₂，单位mL），置于100mL离心管中，加入无水乙醇40mL，混匀后静置5min，离心，弃去上清液。残渣用80%（v/v）乙醇数毫升润洗，倒扣于滤纸上，反复操作2~3次。残渣用水充分溶解（可适当加热<60℃，冷却至室温），并定容到100mL（记为V₃，单位mL）。再吸取10mL（记为V₄，单位mL），定容至50mL

(记为 V_5 , 单位mL)

1.5 样品测定: 吸取样品液1.0mL (记为 V_6 , 单位mL) (相当于40 μ g左右的多糖, 若多糖量过高或过低使光密度 $OD_{\text{测}}$ 超过0.2~0.6的最佳范围, 酌情增减样品液的吸取量, 但不得超过2mL, 若超过则需要增加样品称取量, 即增加 W 的称取量), 加水补充至2.00mL, 摇匀, 然后加入6%苯酚1.0mL, 摇匀, 再加5mL浓硫酸, 迅速振匀。室温放置5min, 然后在沸水浴中保温15min, 用自来水冷却5min, 摇匀, 于490nm波长处测定光密度($OD_{\text{测}}$)。根据 $OD_{\text{测}}$ 和标准曲线查得 V_6 相当于葡萄糖标准溶液的体积数 V_7 , 单位mL。

1.6 结果计算

$$X = \frac{C \times V_1 \times V_3 \times V_5 \times V_7}{V_2 \times V_4 \times V_6 \times W \times 10000} \times 0.9$$

式中:

X —样品中粗多糖含量 (以葡萄糖计), g/100g;

C —葡萄糖标准溶液的浓度, μ g/mL;

V_1 —样品提取时定容的体积, mL;

V_2 —样品吸取的体积, mL;

V_3 —样品醇沉物溶解时定容的体积, mL;

V_4 —对样品醇沉物定容后稀释吸取的体积, mL;

V_5 —对样品醇沉物定容后稀释定容的体积, mL

V_6 —被测样品的体积, mL;

V_7 —根据 $OD_{\text{测}}$ 和标准曲线查得 V_3 相当于葡萄糖标准溶液的体积数, mL;

W —样品称取量, g;

0.9—葡萄糖和多糖的转换量。

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。

【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. 破壁灵芝孢子粉

项 目	指 标
来源	灵芝 <i>Ganoderma lucidum</i> (Curtis:Fr.) P. Karst的成熟孢子
制法	经拣选、湿热灭菌（121℃，30min）、干燥、气流破壁（进气压力>0.6Mpa）、包装等主要工艺加工制成
感官要求	棕色至棕褐色粉末状，有本品应有的滋味、气味，无异味，无正常视力可见外来异物
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥1.5
破壁率，%	≥98
水分，%	≤9.0
灰分，%	≤5.0
酸价，mg/g	≤20
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.0
总砷（以As计），mg/kg	≤0.5
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.05
菌落总数，CFU/g	≤1000
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

2. 灵芝多糖粉

项 目	指 标
来源	灵芝 <i>Ganoderma lucidum</i> (Curtis:Fr.) P. Karst的子实体
	经前处理、提取（加水100℃提取2次，分别20倍量2.5h、15倍量1.5h）、过滤、浓缩、

制法	醇析和脱醇（乙醇）、喷雾干燥（进风温度180~220℃，出风温度80~120℃）、过筛、包装等主要工艺加工制成
提取得率，%	8.0~10.0
感官要求	浅棕色至棕褐色，粉末状，有本品应有的滋味、气味，无异味，无正常视力可见外来异物。
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥15
水分，%	≤9.0
灰分，%	≤7.0
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤1000
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

3. 西洋参粉

项 目	指 标
来源	西洋参 <i>Panax quinquefolium</i> L. 的干燥根
制法	经切片、湿热灭菌（121℃，30min）、烘干、磨粉、过筛、包装等。
感官要求	呈淡黄色或黄白色粉末状，具有本品应有的滋味和气味，无异味，无正常视力可见外来异物。
总皂苷（以人参皂苷Re计），%	≥4.0
细度	可通过80目筛不少于89%
干燥失重，%	≤5.0
炽灼残渣，%	≤5.0
重金属(以Pb计)，mg/kg	≤10
菌落总数，CFU/g	≤1000
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

4. 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。