

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G20090072

永春堂牌灵芝红景天胶囊

【原料】 灵芝孢子粉、灵芝提取物、红景天提取物

【辅料】 淀粉

【生产工艺】 本品经混合、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】 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	内容物呈灰棕褐色
滋味、气味	具有本品特有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，外观完整光洁，内容物粉末状颗粒
杂质	无肉眼可见外来异物

【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，%	≤8.0	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
红景天苷, mg/100g	≥103	1 红景天苷的测定
粗多糖(以葡萄糖计), g/100g	≥3	2 粗多糖的测定

1 红景天苷的测定

1.1 原理：将混匀的试样使用甲醇进行提取，根据高效液相色谱紫外检测器定性定量检测。

1.2 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用双蒸水。

1.2.1 乙酸钠：分析纯。

1.2.2 甲醇：优级纯。

1.2.3 石油醚：分析纯。

1.2.4 红景天苷标准溶液：准确称量红景天苷标准品0.0200g（来源于中国药品生物制品鉴定所，纯度99%），加入甲醇溶解并定容至10mL。此溶液每mL含2.0mg红景天苷。

1.3 仪器

1.3.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）。

1.3.2 超声波清洗器。

1.3.3 离心机。

1.4 分析步骤

1.4.1 试样处理：取20粒以上片剂或胶囊试样进行粉碎混匀，准确称取适量试样（精确至0.001g）于50mL容量瓶中，加入甲醇，超声提取10min。取出后加入甲醇定容至刻度，混匀后以3000rpm/min离心3min。经0.45μm滤膜过滤后供液相色谱分析用。

1.5.2 液相色谱参考条件

- 1.5.2.1 色谱柱: C₁₈柱, 4.6×250mm, 5μm。
- 1.5.2.2 柱温: 室温。
- 1.5.2.3 紫外检测器: 检测波长215nm。
- 1.5.2.4 流动相: 甲醇:0.02mol/L乙酸钠溶液=9:91。
- 1.5.2.5 流速: 1.0mL/min。
- 1.5.2.6 进样量: 10μL。
- 1.5.2.7 色谱分析: 取10μL标准溶液及试样溶液注入色谱仪中, 以保留时间定性, 以试样峰高或峰面积与标准比较定量。
- 1.5.3 标准曲线制备: 分别配制浓度为0.0、0.01、0.02、0.05、0.20、0.50μg/mL红景天苷标准溶液, 在给定的仪器条件下进行液相色谱分析, 以峰高或峰面积对浓度作标准曲线。
- 1.5.4 结果计算

$$X = \frac{h_1 \times C \times V}{h_2 \times m \times 1000}$$

式中:

- X—试样中红景天苷的含量, mg/g;
- h₁—试样峰高或峰面积;
- C—标准溶液浓度, μg/mL;
- V—试样定容体积, mL;
- h₂—标准溶液峰高或峰面积;
- m—试样质量, g。

计算结果保留三位有效数字。

1.6 技术参数

- 1.6.1 准确度: 方法的回收率在91.7~98.6%之间。
- 1.6.2 允许差: 在重复性条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的±10%。

2 粗多糖的测定

2.1 原理: 多糖经乙醇沉淀分离后, 去除其他可溶性糖及杂志的干扰, 糖与硫酸在沸水浴中加热脱水生成羟甲基呋喃甲醛(羟甲基糖醛), 再与蒽酮缩合成蓝绿色化合物, 其成色强度与溶液中糖的浓度成正比, 在620nm波长下比色定量。

2.2 设备和仪器

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

2.2.1 离心机: 4000r/min

2.2.2 离心瓶容量100mL或具盖10mL离心管

2.2.3 分光光度计

2.2.4 水浴锅

2.3 试剂: 实验用水为双蒸水; 所用试剂为分析纯级。

2.3.1 葡萄糖标准溶液: 精确称取1.0000g经过98~100℃干燥至恒重的分析纯葡萄糖, 加水溶解后以水稀释至1000mL, 此溶液1mL含1mg葡萄糖, 用前稀释10倍(0.1mg/mL), 临用新配。

2.3.2 0.2%蒽酮硫酸溶液: 称取0.2g蒽酮置于烧杯中, 缓慢加入100mL浓硫酸溶解后呈黄色透明溶液, 临用新配。

2.4 样品处理: 准确称取样品粉末1~2g, 置于100mL的离心瓶中, 加15mL热水(温度高于90℃)搅拌直至溶液无沉淀物为止, 如样品难溶, 可在沸水浴中加热30min后过滤, 定容。取此待测液15mL加75mL无水乙醇搅拌均匀, 在离心机中以4000r/min离心10min, 小心地弃去上清液。再加15mL热水(温度高于90℃)冲洗离心管中沉淀物, 重复操作一次后以1000r/min, 离心10min, 小心的用吸管将上层液体吸去。用热水分次溶解沉淀并稀释定容至100~250mL(使样液含糖量在0.02~0.08mg/mL之间), 过滤, 弃去初滤液即为

待测液。

2.5 标准曲线绘制：准确吸取葡萄糖标准液（0.1mg/mL）0、0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0mL置于10mL具塞比色管中，加水至1.0mL，加入蒽酮试剂5mL充分混匀，在沸水浴中加热10min，取出在流水中冷却20min后，在620nm波长下，以试剂空白调零，测定各管的吸收值绘制曲线。

2.6 样品测定：准确吸取样品待测液10mL（含糖20~80μg）按标准绘制步骤于620nm波长下测定吸光度值并求出样品含糖量。

2.7 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times F \times n \times 100}{m \times 1000}$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），g/100g；

m_1 —由标准曲线查得样品液含糖质量，mg；

m—样品质量，g；

n—稀释倍数；

F—换算因子

换算因子的测定：准确称取被测物质的纯品20mg置100mL容量瓶中，加蒸馏水溶解并稀释至刻度，吸取0.2~0.4mL于10mL具塞比色管中。加水至1.0mL按上法测定。从标准曲线中查出供试液中相当于标准葡萄糖的质量（mg）。

$$F = m / (m_1 \times n)$$

式中：

m—多糖纯品的质量，mg；

m_1 —多糖纯品供试液中相当于标准葡萄糖的质量，mg；

n—供试液的稀释倍数。

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】 装量差异指标应符合《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：

项 目	指 标
来源	赤灵芝 (<i>Ganoderma lucidum</i> (Leys. ex Fr.) Karst)
制法	经过筛、破壁（55±2min）、灭菌（121±2℃，55±5min）、包装、入库等工艺制成。
感官要求	棕褐色
破壁率，%	≥95
多糖，%	≥1.6
水分，%	≤9.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5
总砷（以As计），mg/kg	≤0.3
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.1

六六六, mg/kg	≤0.01
滴滴涕, mg/kg	≤0.01
菌落总数, CFU/g	≤3×10 ⁴
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. 灵芝提取物:

项 目	指 标
来源	赤灵芝 (<i>Ganoderma lucidum</i> (Leyss. ex Fr.) Karst) 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取(分别加入8、6、5倍量水100±5℃提取3次, 分别3h、2h、1h)、浓缩、喷雾干燥(进风温度: 170~180℃, 出风温度: 92~96℃)、包装等工艺制成。
感官要求	棕褐色
得率, %	10.0
多糖, %	≥30.0
水分, %	≤7.0
铅(以Pb计), mg/kg	≤0.5
总砷(以As计), mg/kg	≤0.3
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.3
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/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. 红景天提取物:

项 目	指 标
来源	大花红景天 (<i>Rhodiola crenulata</i> (Hook. f. et Thoms.) H. Ohba) 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取(加入8倍量80%乙醇回流提取3次, 每次2h)、过滤、浓缩、喷雾干燥(进风温度: 170~190℃, 出风温度: 80~90℃)、过筛、包装等工艺制成。
感官要求	浅棕色
得率, %	25.0
红景天苷, %	≥1.0
水分, %	≤5.0
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
六六六，mg/kg	≤0.01
滴滴涕，mg/kg	≤0.01
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤25
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

4. 淀粉：应符合《中华人民共和国药典》中“玉米淀粉”的相关规定。

确认打印

显示Office编辑区

返回上一页修改