

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20230089

九天谷[®]雪莲红景天灵芝胶囊

【原料】 灵芝提取物、红景天提取物、雪莲培养物

【辅料】 微晶纤维素

【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	内容物呈棕色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，外观完整、光洁、无破损，内容物为均匀颗粒
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, %	≤6.0	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	≤0.2	GB/T 5009.19

滴滴涕, mg/kg	≤0.2	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
红景天苷, g/100g	≥0.5	1 红景天苷的测定
粗多糖（以葡聚糖计）, g/100g	≥1.5	2 粗多糖的测定

1 红景天苷的测定

1.1 原理：样品直接用甲醇超声提取后，在高效液相色谱仪中用反相柱分离，215nm紫外吸收，以外标法定量。

1.2 仪器

1.2.1 高效液相色谱仪：紫外检测器。

1.2.2 超声波清洗器。

1.2.3 离心机。

1.3 试剂

除非另有说明，在分析中使用双蒸水。

1.3.1 乙酸钠：分析纯。

1.3.2 甲醇：优级纯。

1.3.3 石油醚：分析纯。

1.3.4 红景天苷对照品。

1.3.5 红景天苷标准使用液：准确称取红景天苷对照品0.0200g，用甲醇溶解并定容至10mL，此溶液每mL含2.0mg红景天苷。

1.4 测定步骤

1.4.1 样品制备：取20粒胶囊内容物研细，准确量取样品0.1~0.2g（精确到0.001g）于50mL容量瓶，加入甲醇超声波提取10min后，冷却加甲醇至刻度，混匀后3000rpm离心3min。精密移取离心液1mL至100mL容量瓶中，甲醇至刻度，混匀。样品溶液经0.45μm微孔滤膜后，在高效液相色谱仪中进样测定。

1.4.2 标准曲线绘制：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，在高效液相色谱仪中进样测定，并记录相应的峰面积值，以相应的峰面积值对标准使用液浓度绘制标准曲线。

1.4.3 色谱条件

1.4.3.1 色谱柱：C₁₈，250×4.6mm，5μm。

1.4.3.2 柱温：室温。

1.4.3.3 紫外检测器：检测波长215nm。

1.4.3.4 流动相：甲醇-0.02mol/L乙酸钠溶液=9：91。

1.4.3.5 流速：1mL/min。

1.4.3.6 进样量：10 μ L。

1.5 色谱分析：取10 μ L标准溶液及试样溶液注入色谱仪，以保留时间定性，以试样峰高或峰面积比较定量。

1.6 结果计算

$$X = \frac{h_1 \times C \times V \times 100}{h_2 \times m \times 1000 \times 1000}$$

式中：

X—样品中红景天苷含量，g/100g；

h_1 —试样峰高或峰面积；

h_2 —标准溶液峰高或峰面积；

C—标准溶液浓度， μ g/mL；

V—样液定容体积，mL。

m—样品质量，g。

2 粗多糖的测定

2.1 原理：多糖经乙醇沉淀后，去除其他可溶性糖及杂质的干扰，再与苯酚-硫酸作用呈橙红色化合物，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。

2.2 试剂

实验用水为双蒸水，所用试剂为分析纯级。

2.2.1 无水乙醇。

2.2.2 80% (V/V) 乙醇溶液。

2.2.3 葡萄糖标准溶液：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）。

2.2.4 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。溶液置于冰箱中可保存一个月。

2.2.5 浓硫酸（比重1.84）。

2.3 仪器

2.3.1 离心机：4000r/min。

2.3.2 离心管：50mL。

2.3.3 分光光度计。

2.3.4 水浴锅。

2.3.5 漩涡混合器。

2.4 标准曲线的绘制：准确吸取葡萄糖标准使用液0、0.20、0.40、0.60、0.80、1.0、1.20mL（相当于葡萄糖0、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10、0.12mg）置于25mL比色管中，补加水至2.0mL，加入5%苯酚溶液1.0mL，在漩涡混合器上混匀，小心加入浓硫酸10mL，在漩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。

2.5 样品的前处理

2.5.1 样品提取：取本品胶囊内容物，研细，精密称取1.0~2.0g，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，于沸水浴中加热1h，冷却至室温后补加水至刻度（ V_1 ），混匀后过滤，弃去初过滤液，收集余下滤液供沉淀粗多糖。

2.5.2 沉淀粗多糖：准确吸取上述滤液5.0mL（ V_2 ）置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀，与4 $^{\circ}$ C冰箱静置4h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50mL（ V_3 ）（根据糖浓度而定），供测定用。

2.6 样品中粗多糖的测定：准确吸取样品测定液2mL（ V_4 ）置于25mL比色管中，然后按上述方法测定吸光度值。从标准曲线上查出葡萄糖含量，计算样品中粗多糖含量。

2.7 结果计算

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

$$m_2 \times V_2 \times V_4$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡聚糖计），mg/100g；

m_1 —样品测定液中葡萄糖的质量，mg；

m_2 —样品的质量，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。

【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	多孔菌科真菌赤芝 <i>Ganoderma lucidum</i> (Leyss. ExFr.) Karst. 或紫芝 <i>Ganoderma sinense</i> Zhao, Xu et Zhang 的干燥子实体 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（10、8倍量水回流提取2次，分别2h、1.5h）、浓缩、喷雾干燥（进风口温度180℃±5℃，出风口温度70℃±5℃）、过筛（80目）、包装等主要工艺制成
感官要求	棕色至棕褐色粉末，无肉眼可见外来杂质，具本品特有的滋味、气味，无异味
目数	≥95%通过80目筛
提取比例	约8:1
水分，%	≤5.0
总灰分，%	≤5.0
粗多糖，%	≥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
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母菌，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

2. 红景天提取物

项目	指标
来源	景天科植物大花红景天 <i>Rhodiola crenulata</i> (Hook. f. et Thoms.) H. Ohba 的干燥根和根茎 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（10、8倍量水回流提取2次，分别2h、1.5h）、浓缩、喷雾干燥（进风口温度180℃±5℃，出风口温度70℃±5℃）、过筛（80目）、包装等主要工艺制成
感官要求	棕色粉末，无肉眼可见外来杂质，具本品特有的滋味、气味，无异味

目数	≥95%通过80目筛
提取比例	约6: 1
水分, %	≤5.0
总灰分, %	≤5.0
红景天苷, %	≥2.0
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
六六六, mg/kg	≤0.2
滴滴涕, mg/kg	≤0.2
菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母菌, CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

3. 雪莲培养物: 应符合下表的规定, 其余指标应符合《关于批准金花茶、显脉旋覆花(小黑药)等5种物品为新资源食品的公告》(卫生部2010年第9号)的规定。

项 目	指 标
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
霉菌和酵母菌, CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

4. 微晶纤维素: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
