

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20220167

康美牌人参灵芝鱼胶胶囊

【原料】 灵芝、鱼胶、人参

【辅料】 硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经提取(灵芝、人参, 10、8、8倍量水100℃提取3次, 每次2h; 鱼胶, 12倍量水100℃提取2次, 每次1.5h)、过滤、浓缩、真空干燥(60℃)、粉碎、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, 封口垫片应符合YBB00152005的规定, 固体药用纸袋装硅胶干燥剂应符合YBB00122005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	棕色
滋味、气味	具本品特有的滋味和气味, 无异味
性状	硬胶囊, 完整光洁, 无破损, 内容物为颗粒及粉末
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
粗多糖, g/100g	≥1.0	1 粗多糖的测定
水分, g/100g	≤9.0	GB 5009.3
灰分, g/100g	≤7.0	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
镉(以Cd计), mg/kg	≤0.3	GB 5009.15
六六六, mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19

1 粗多糖的测定

1.1 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。

1.2 试剂

水为双蒸水, 试剂为分析纯

1.2.1 无水乙醇。

1.2.2 80%(V/V)乙醇溶液。

1.2.3 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)。

1.2.4 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。溶液置冰箱中可保存1个月。

1.2.5 浓硫酸(比重1.84)。

1.2.6 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。

1.3 仪器

1.3.1 离心机: 4000r/min。

1.3.2 离心管: 50mL。

1.3.3 紫外分光光度计。

1.3.4 水浴锅。

1.3.5 旋涡混合器。

1.4 标准曲线的制备: 准确吸取葡萄糖标准使用液(0.1mg/mL)0mL、0.10mL、0.20mL、0.40mL、0.60mL、0.80mL、1.00mL(相当于葡萄糖0mg、0.01mg、0.02mg、0.04mg、0.06mg、0.08mg、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 样品处理

1.5.1 试样处理: 称取混合均匀的固体样品2.0g(m_2), 置于100mL容量瓶中, 加水80mL左右, 于沸水浴上加热1h, 冷却至室温后补加水至刻度(V_1)。混合均匀后过滤, 弃去初滤液, 收集余下滤液。取50mL(V_2)上述溶液置于100mL具塞锥形瓶中, 加1mL10%淀粉酶液和0.5mL0.2M磷酸盐缓冲液, 加塞, 置55℃~60℃酶解1h, 再加约为样液体积1%的葡萄糖苷酶于60℃以下再水解1h后取出(用碘液检验是否水解完全, 如不完全可延长水解时间至酶解液加碘液不变蓝色为止), 于电炉上小心加热至沸做灭酶处理, 冷却至室温, 定容至100mL(V_3), 过滤, 取滤液沉淀粗多糖。

1.5.2 沉淀粗多糖: 准确吸取上述滤液5.0mL(V_4), 置于50mL离心管中, 加入无水乙醇20mL, 混匀, 于4℃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5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10mL(V_5), 供测定用。

1.6 样品测定: 准确吸取样品测定液适量0.2mL(V_6)(含糖0.02~0.08mg)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。从标准曲线上查出葡萄糖含量(m_1), 计算样品中粗多糖含量。

1.7 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times V_1 \times V_3 \times V_5}{m_2 \times V_2 \times V_4 \times V_6} \times 0.9 \times 100 / 1000$$

式中:

X—样品中粗多糖含量, g/100g;

- 0.9—葡萄糖换算成粗多糖的系数；
 m_1 —样品测定液中葡萄糖质量，mg；
 m_2 —样品质量，g；
 V_1 —提取液总体积，mL；
 V_2 —酶解液体积，mL；
 V_3 —酶解液定容体积，mL；
 V_4 —沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；
 V_5 —粗多糖溶液体积，mL；
 V_6 —测定用样品液体积，mL。

【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	$\leq 0/25g$	GB 4789.10
沙门氏菌	$\leq 0/25g$	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	≥ 0.70	1 总皂苷的测定
蛋白质，g/100g	≥ 52.0	GB 5009.5

1 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））

1.1 试剂

1.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂，Sigma化学公司、U. S. A.。

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：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 实验步骤

1.3.1 试样处理

1.3.1.1 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。

1.3.1.2 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。

1.3.2 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1.3.1），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。

1.3.3 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。

1.3.4 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“1.3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

1.4 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. 灵芝：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 鱼胶

项 目	指 标
来源	石首鱼科动物大黄鱼 <i>Larimichthys crocea</i> (Richardson)、小黄鱼 <i>L. polyactis</i> (Bleeker)或鲟科动物鳇 <i>Huso dauricus</i> (Georgi)、匙吻鲟科动物白鲟 <i>Psephurus gladius</i> (Martens)等的干燥鱼鳔
制法	经鱼鳔烘软、切段，晾干等主要工艺制成
感官要求	淡灰白色或黄色，气微腥、味淡，质坚韧，不易撕裂，断裂处呈纤维性，无正常视力可见的外来异物
水分，g/100g	≤10
灰分，g/100g	≤9
蛋白质，g/100g	≥58
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤0.3
总汞（以Hg计），mg/kg	≤1.0
镉（以Cd计），mg/kg	≤0.3

3. 人参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

4. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
