

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20120321

智汇牌灵芝西洋参片

- 【原料】 灵芝提取物、西洋参提取物
- 【辅料】 乳糖、羧甲淀粉钠、硬脂酸镁
- 【生产工艺】 本品经过筛、混合、制粒、干燥、压片、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】 口服固体药用聚酯瓶应符合YBB00262002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	棕褐色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味
性状	片剂
杂质	无肉眼可见外来杂质

【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, g/100g	≤9	GB 5009.3
灰分, g/100g	≤10	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	≤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 4789.4

【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
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥3.8	1 粗多糖的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥2.8	2 总皂苷的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理：样品中多糖沉淀物经酸解后，全部转成单糖，单糖具还原性，在加热条件下直接滴定标定过的碱性酒石酸铜液，以亚甲蓝为指示剂，根据样品液消耗的体积计算还原糖含量，再乘以换算系数0.9计算多糖含量。

1.2 仪器

- 1.2.1 离心机：4000r/min。
- 1.2.2 100mL离心瓶或具盖10mL离心管。
- 1.2.3 水解瓶：500mL带冷凝回流装置。
- 1.2.4 电炉：1000W。
- 1.2.5 pH计。
- 1.2.6 水浴锅。

1.3 试剂

实验用水为双蒸水，所用试剂为分析纯级。

- 1.3.1 碱性酒石酸铜甲液：称取硫酸铜（ $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ）15g、亚甲蓝（次甲基蓝）0.05g，加水溶解并稀释至1000mL。
- 1.3.2 碱性酒石酸铜乙液：称取50g酒石酸钾钠、75g氢氧化钠，溶于水中，再加入4g亚铁氰化钾，完全溶解后，用水稀释至1000mL储存于橡胶塞玻璃瓶内。
- 1.3.3 无水乙醇。
- 1.3.4 浓盐酸。
- 1.3.5 40%氢氧化钠。
- 1.3.6 葡萄糖标准溶液：准确称取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，此溶液每1mL含葡萄糖1mg，现用现配。

1.4 样品处理：准确称取均匀研碎的样品粉末3~5g，置于100mL的离心瓶中，加15mL热水（温度>90℃）搅拌直至溶解无沉淀物为止，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（若只有10mL离心管，则每管加入1.5mL样品溶液，后加7.5mL无水乙醇，加盖反复倾倒管子数次）。在离心机中以4000r/min离心10min，并小心弃去上清液，再加15mL热水（温度>

90℃) 冲洗离心瓶中沉淀物, 或用1.5mL热水冲洗离心管中沉淀物, 重复一次后再以4000r/min离心10min, 小心地用吸管将上层液体吸去。用玻璃棒或小羹匙将沉淀物取出并转移至500mL酸水解瓶底部, 取50mL热水(温度>90℃), 其中部分用来冲洗离心瓶或离心管壁中剩余的沉淀物, 将沉淀物一并转移至500mL酸水解瓶中, 加入15mL浓盐酸于酸水解瓶中, 开启冷凝水, 在沸水浴中加热2h, 冷却, 然后先用40%的氢氧化钠粗调, 后用稀的氢氧化钠细调, 再置于pH计上调整pH值在6.8~7.2之间(不要用pH纸调试)。将已中和的酸解液转移至100~250mL容量瓶中(视糖浓度而定), 加水定容(V_1)。用滤纸过滤, 滤液为待测液。

1.5 标定碱性酒石酸铜液: 用定量移液管吸取碱性酒石酸铜甲、乙液各5mL于150mL的锥形瓶中, 加10mL蒸馏水及数粒玻璃珠。用滴定管加入9.0mL标准葡萄糖溶液于锥形瓶中, 并将锥形瓶置电炉上迅速加热, 务必在2min内至沸, 并保持溶液在微沸的状态下再用标准葡萄糖溶液滴定, 待溶液颜色变浅时, 以每0.5滴/sec的速度滴至蓝色刚褪去为终点, 记录消耗标准葡萄糖溶液的体积, 同时平行操作3次, 取其平均值(V_G)。

1.6 样品溶液的预测: 用定量移液管吸取碱性酒石酸铜甲、乙液各5mL于150mL的锥形瓶中, 加10mL蒸馏水及数粒玻璃珠。将锥形瓶置电炉上迅速加热, 务必在2min内至沸, 并保持溶液在微沸的状态下, 从滴定管中滴加样品溶液, 待溶液颜色变浅时, 以0.5滴/sec的速度滴至蓝色刚褪去为终点, 记录样品溶液消耗体积即为预测体积。

1.7 样品测定: 用定量移液管吸取碱性酒石酸铜甲、乙液各5mL于150mL的锥形瓶中, 加10mL蒸馏水及数粒玻璃珠。从滴定管中滴加比预测体积小1.0mL的样品溶液, 将锥形瓶置电炉上迅速加热, 务必在2min内至沸, 并保持溶液在微沸的状态下, 从滴定管中滴加样品溶液, 待溶液颜色变浅时, 以0.5滴/sec的速度滴至蓝色刚褪去为终点, 记录样品溶液消耗的总消耗体积, 同时平行操作3次, 取其平均值(V_2)。

1.8 结果计算

$$X = \frac{V_G \times c \times V_1}{m \times V_2 \times 1000} \times 0.9 \times 100$$

式中:

X—样品中粗多糖含量(以葡萄糖计), g/100g;

V_G —标定10mL碱性酒石酸铜液(甲、乙液各5mL)消耗标准葡萄糖溶液体积, mL;

c—标准葡萄糖溶液的浓度, mg/mL;

m—样品质量, g;

V_1 —酸解液中和后定容的体积, mL;

V_2 —测定时样品溶液平均消耗体积, mL;

1000—mg换算成g的换算系数;

0.9—还原糖换算成多糖的系数。

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。

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“1.3.2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”项下片剂的规定。

【原辅料质量要求】

1. 灵芝提取物

项 目	指 标
来源	灵芝 应符合《中华人民共和国药典》规定。
制法	经提取（分别加8、7倍量工艺用水煎煮2次，每次2h）、过滤、澄清、浓缩、喷雾干燥（进口温度170~190℃、出口温度95~105℃）、粉碎、过筛、混合、包装等主要工艺制成。
提取率（或得率），%	2~6
感官要求	棕褐色均匀精细粉末；有特殊气味；无肉眼可见的杂质。
多糖，%	≥10
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0

粒度（80目通过率）%	100
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	≤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. 西洋参提取物

项 目	指 标
来源	西洋参 应符合《中华人民共和国药典》规定。
制法	经提取（分别8、6、6倍量60%乙醇提取3次，每次2h）、回收乙醇、浓缩、喷雾干燥（进口温度170~190℃、出口温度95~105℃）、粉碎、过筛、混合、包装等主要工艺制成。
提取率（或得率），%	8~12
感官要求	棕黄色均匀精细粉末；有特殊气味和味道；无肉眼可见的杂质。
总皂苷，%	≥20
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
粒度（80目通过率）%	100
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	≤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

3. 乳糖：应符合GB 25595《食品安全国家标准 乳糖》的规定。

4. 羧甲淀粉钠、硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
