

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20120427

长威牌灵芝提取物孢子粉胶囊

- 【原料】 破壁灵芝孢子粉、灵芝提取物
- 【辅料】 玉米淀粉、硬脂酸镁
- 【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	内容物呈褐色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	圆筒状硬胶囊；内容物为颗粒
杂质	无肉眼可见杂色杂质

- 【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，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤6.0	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	≤0.2	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
粗多糖（以葡聚糖计），g/100g	≥0.68	1 粗多糖的测定
灵芝三萜（以熊果酸计），g/100g	≥0.82	2 灵芝三萜的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理：样品中相对分子质量 $>1 \times 10^4$ 的高分子物质在80%乙醇溶液中沉淀，与水溶液中单糖和低聚糖分离，用碱性二价铜试剂选择性地从其他高分子物质中沉淀具有葡聚糖结构的多糖，用苯酚—硫酸反应以碳水化合物形式比色测定其含量，其显色强度与粗多糖中葡聚糖的含量成正比，以此计算样品中粗多糖含量。

1.2 试剂

本方法所用试剂除特殊说明外，均为分析纯，所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

1.2.1 乙醇溶液（80%）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

1.2.2 氢氧化钠溶液（100g/L）：称取100g氢氧化钠，加水溶解并稀释至1L，加入固体无水硫酸钠至饱和，备用。

1.2.3 铜试剂储备液：称取3.0g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、30.0g柠檬酸钠，加水溶解并稀释至1L，混匀，备用。

1.2.4 铜试剂溶液：取铜试剂储备液50mL，加水50mL，混匀后加入固体无水硫酸钠12.5g，并使其溶解。临用新配。

1.2.5 洗涤剂：取水50mL，加入10mL铜试剂溶液、10mL氢氧化钠溶液，混匀。

1.2.6 硫酸溶液（10%）：取100mL浓硫酸加入到800mL左右水中，混匀，冷却后稀释至1L。

1.2.7 苯酚溶液（50g/L）：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一个月。

1.2.8 葡聚糖标准储备溶液：精密称取干燥至恒重的葡聚糖标准品（葡聚糖T-500标准品，瑞典Amersham-pharmacia生产，购自北京经科宏达生物技术有限公司）0.5000g，加水溶解、并定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液每1mL含10.0mg葡聚糖。

1.2.9 葡聚糖标准使用液：吸取葡聚糖标准储备溶液1.0mL，置于100mL容量瓶中，加水至刻度，混匀，置冰箱中保存。此溶液每1mL含葡聚糖0.10mg。

1.3 仪器

1.3.1 分光光度计。

1.3.2 离心机（3000r/min）。

1.3.3 旋转混匀器。

1.4 标准曲线：精密称取葡聚糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL（相当于葡聚糖0、0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10mg），分别置于25mL比色管中，准确补充水至2.0mL，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，在旋转混合器中混匀，小心加入浓硫酸10.0mL，于旋转混合器上小心混匀，置沸水浴中煮沸2min，冷却后用分光光度计在485nm波长处以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值，以葡聚糖浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

1.5 样品处理

1.5.1 样品取样：取本品内容物约2.0g，精密称量，置于100mL容量瓶中，加水80mL，于沸水浴上加热2h，冷却至室温后补加水至刻度，混匀，弃去初滤液，收集余下滤液供沉淀粗多糖。

1.5.2 沉淀粗多糖：精密取1.5.1项终滤液5.0mL，置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀5min后，以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用80%乙醇（V/V）溶液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复操作3~4次。残渣用水溶解并定容至5.0mL，混匀后，供沉淀葡聚糖。

1.5.3 沉淀葡聚糖：精密取1.5.2项终滤液2mL，置于20mL离心管中，加入100g/L氢氧化钠溶液2.0mL、铜试剂溶液2.0mL，沸水浴中2min煮沸，冷却后以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用洗涤液数毫升洗涤，离心后弃去上清液，反复3次操作后。残渣用10%（V/V）硫酸溶液2.0mL溶解并转移至50mL容量瓶中，加水稀释至刻度。混匀，此溶液为样品测定液。

1.6 测定：精密吸取样品测定液2.0mL，置于25mL比色管中，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，在旋转混匀器上混匀后，小心加入浓硫酸10.0mL后，于旋转混匀器上小心混匀，置沸水浴中煮沸2min，冷却至室温后用分光光度计在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聚糖含量，计算样品中粗多糖含量。同时做样品空白实验。

1.7 结果计算

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times V_1 \times V_3 \times V_5}{m_3 \times V_2 \times V_4 \times V_6} \times 100$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡聚糖计），mg/100g；

m_1 —样品测定液中葡聚糖的质量，mg；

m_2 —样品空白液中葡聚糖质量，mg；

m_3 —样品质量，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 —沉淀葡聚糖所用粗多糖溶液体积，mL；

V_5 —样品测定液总体积，mL；

V_6 —测定用样品测定溶液体积，mL。

2 灵芝三萜的测定

2.1 原理：将灵芝样品溶于乙酸乙酯中并于100℃水浴上蒸干后，加入5%香草醛—冰乙酸溶液和高氯酸，在65℃水浴加热45min后移入冰水浴中，再加入冰乙酸置室温15min，然后用分光光度计测定样品中的总三萜含量。

2.2 仪器

2.2.1 分光光度计。

2.3 试剂

2.3.1 熊果酸标准品（中国食品药品检定研究院提供）。

2.3.2 高氯酸（分析纯）。

2.3.3 冰乙酸（分析纯）。

2.3.4 乙酸乙酯（分析纯）。

2.3.5 5%香草醛—冰乙酸：称取香草醛0.5g，加入冰乙酸10mL，溶解即可。

2.4 对照品溶液的制备：精密称取熊果酸对照品10mg，置100mL容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并稀释至刻

度，摇匀，制成0.1mg/mL的对照品溶液。

2.5 标准曲线的绘制：分别吸取0.00、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL和1.20mL对照品溶液，于100℃水浴上蒸干后，加入0.40mL5%香草醛—冰乙酸和高氯酸1.00mL，在65℃水浴中加热45min并移入冰水浴中，再加入冰乙酸5.00mL，摇匀并置于室温。15min后用分光光度计于548.1nm波长下测定对照品溶液的吸光度。根据测定的结果分别以浓度和吸光度值绘制标准曲线。

2.6 样品溶液的制备与测定：取本品内容物约1.0g，精密称量，至100mL容量瓶中，用乙酸乙酯溶解，用超声（250w，40KHz）震动30min，取出，放冷至室温，然后用乙酸乙酯稀释至刻度，摇匀，滤过，弃去初滤液，取续滤液1mL稀释至10mL，再取3mL稀释至10mL混匀。从该10mL溶液中取出 1mL作为供试品溶液，于100℃水浴上蒸干后，加入5%香草醛—冰乙酸0.40mL和1.00mL高氯酸，在65℃水浴加热45min并移入冰水浴中，再加入5.00mL冰乙酸，摇匀并置于室温。15min后用分光光度计于548.1nm波长下测试样品溶液的吸光度值。

2.7 结果计算

$$X = \frac{A \times n}{W} \times 100\%$$

式中：

- X—样品中灵芝三萜（以熊果酸计）的含量，%；
- A—样品相当于对照品量，mg；
- n—稀释倍数；
- W—样品重量，mg。

【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	多孔菌科真菌赤芝 <i>Ganoderma lucidum</i> (Leyss. ex F r.) Karst. 或紫芝 <i>Ganoderma sinense</i> Zhao, Xu et zh ang的子实体孢子粉
制法	经清洗、干燥（50℃，水分≤10%）、物理破壁（高频振荡破壁，振幅：4~5.5mm可调，介质棒撞击力：5~6 G）、灌装、包装等主要工艺加工制成
破壁率，%	≥98
感官要求	褐色粉末，具有灵芝香气、味微苦
灵芝多糖，%	≥1.0
灵芝三萜，%	≥2.0
水分，%	≤9.0
灰分，%	≤8.0
铅（以pb计），mg/kg	≤1.0
镉（以Cd计），mg/kg	≤0.5
总砷（以As计），mg/kg	≤0.5
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.1
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
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
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

2. 灵芝提取物：

--	--

项 目	指 标
来源	多孔菌科真菌赤芝 <i>Ganoderma lucidum</i> (Leyss. ex F r.)Karst.或紫芝 <i>Ganoderma sinense</i> Zhao, Xu et zh ang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（第一次加5倍水煮沸2h，第二、三次各加4倍水煮沸1.5h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度170~190℃，塔内温度95~100℃，均值泵压力：10~15MPa）、粉碎、筛分、混合、包装等主要工艺加工制成
提取率，%	5
感官要求	棕色粉末，具特殊气味
细度	80目
多糖，%	≥5.0
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
铅（以pb计），mg/kg	≤1.0
镉（以Cd计），mg/kg	≤0.5
总砷（以As计），mg/kg	≤0.5
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.1
六六六，ppm	≤0.1
滴滴涕，ppm	≤0.1
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
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

3. 玉米淀粉、硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。