

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20090196

海天堂牌龟灵胶囊

【原料】 龟甲、灵芝

【辅料】 食用玉米淀粉

【生产工艺】 本品经提取（第一次加10倍量水，浸泡1小时，加热煮沸2h；第二次药渣再加10倍水，煮沸提取1h）、浓缩、真空干燥（0.08 Mpa、70℃，含水量≤5%）、粉碎、过筛、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	内容物呈灰褐色至棕色
滋味、气味	味淡微苦稍涩，具本品特有的气味、无异味
性状	硬胶囊，外观完整光洁、无破损；内容物为粉末、细腻、均匀、无结块
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【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	≤9	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	≤1000	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/g	≤0.92	GB 4789.3 “MPN计数法”
霉菌, CFU/g	≤25	GB 4789.15
酵母, CFU/g	≤25	GB 4789.15
致病菌（指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌和β型溶血性链球菌）	不得检出	GB 4789.4、GB 4789.5、GB 4789.10、GB 4789.11

【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），mg/100g	≥60.4	1 粗多糖的测定
蛋白质，g/100g	≥60	GB 5009.5

1 粗多糖的测定

1.1 原理：食品中相对分子质量 $>1 \times 10^4$ 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，以此计算食品中粗多糖含量。

1.2 仪器

1.2.1 分光光度计

1.2.2 离心机（3000r/min）

1.2.3 旋转混匀器

1.3 试剂

本方法所用试剂除特殊注明外，均为分析纯；所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

1.3.1 乙醇溶液（80%）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

1.3.2 氢氧化钠溶液（100g/L）：称取10g氢氧化钠，加水溶解并稀释至100mL固体无水硫酸钠至饱和，备用。

1.3.3 铜试剂储备液：称取3.0gCuSO₄·5H₂O，30.0g柠檬酸钠，加水溶解并稀释至1L，混匀，备用。

1.3.4 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。

- 1.3.5 洗涤剂：取水50mL，加入10mL铜试剂溶液，10mL氢氧化钠溶液，混匀。
- 1.3.6 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。
- 1.3.7 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1个月。
- 1.3.8 葡聚糖标准储备液：准确称取相对分子质量 5×10^5 已干燥至恒重的葡聚糖标准品0.5000g，加水溶解，并定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液1mL含10.0mg葡聚糖。
- 1.3.9 葡聚糖标准使用液：吸取葡聚糖标准储备液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1mL含葡聚糖0.10mg。
- 1.4 测定步骤
- 1.4.1 样品处理
- 1.4.1.1 沉淀粗多糖：准确称取混合均匀固体样品2.0g置于100mL容量瓶中，加入80mL水左右，于沸水浴上加热2hs，冷却至室温后加水至刻度，混匀后，过滤，弃去初滤液，收集余下滤液供沉淀多糖。
- 1.4.1.2 准确吸取1.4.1.1项终滤液2.0mL加入无水乙醇8mL，混匀5分钟后，置冰箱过夜，次日以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用80%（体积比）乙醇溶液5mL洗涤，离心后弃上清液，反复操作3次。残渣用10%硫酸溶解后，再用水定容至5.0mL，混匀后，供沉淀葡聚糖。
- 1.4.1.3 沉淀葡聚糖：准确吸取1.4.1.2项终溶液2mL置于10mL离心管中，加入100g/L氢氧化钠2.0mL铜试剂溶液2.0mL，沸水浴中煮沸2.0min，冷却，以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用洗涤液5mL洗涤，离心后弃去上清液，反复操作3次，残渣用10%（体积比）硫酸溶液2.0mL溶解。
- 1.4.2 标准曲线的绘制：准确吸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10mL比色管中，准确补充水至2.0mL，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，在旋转混匀器上混匀，小心加入浓硫酸5.0mL，于旋转混匀器上小心混匀，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。
- 1.4.3 样品测定：于样品测定液2mL中，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，于旋转混匀器上小心混匀，小心加入浓硫酸5.0mL于旋转混匀器上小心混匀，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。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。
- 1.5 结果计算

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

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡聚糖计）（mg/100g）；

m_1 —样品测定液中葡聚糖的质量（mg）；

m_2 —样品空白液中葡聚糖的质量（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）。

【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. 龟甲、灵芝：应符合《中华人民共和国药典》的规定；同时符合GB 2762《食品安全国家标准 食品中污染物限量》、GB 2763《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》的规定。
 2. 食用玉米淀粉：应符合GB/T 8885《食用玉米淀粉》的规定。
-