

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20090593

保罗牌葛根灵芝孢子粉胶囊

【原料】 灵芝孢子粉、葛根、五味子、绞股蓝

【辅料】 淀粉、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经提取（分别用10、8倍量70%乙醇回流提取2次，每次1.5h）、过滤、浓缩、真空干燥（70~80℃，0.08Mpa）、粉碎、过筛、混合、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	具本品固有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，不得有粘结、变形或破裂现象；内容物为粉末
杂质	无正常视力可见外来杂质

【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，%	≤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	≤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	≤0.1	GB/T 5009.19

滴滴涕, mg/kg	≤0.1	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
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	4GB 4789.10

【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	≥1.2	1 总皂苷的测定
总三萜（以熊果酸计）， g/100g	≥0.25	2 总三萜的测定
葛根素, g/100g	≥5.0	3 葛根素的测定

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。

2 总三萜的测定

2.1 原理: 齐墩果酸属于三萜类化合物, 与灵芝三萜结构类似, 能与香草醛在高氯酸作用下发生显色反应, 在550nm波长处进行比色测定。

2.2 仪器

2.2.1 天平。

2.2.2 水浴箱。

2.2.3 分光光度计。

2.3 试剂:

2.3.1 5%香草醛-冰醋酸溶液。

2.3.2 高氯酸: 优级纯。

2.3.3 冰醋酸。

2.3 标准溶液制备: 精确称取2mg齐墩果酸, 溶于10mL氯仿中, 此溶液为0.2mg/mL齐墩果酸对照品氯仿溶液。

2.4 标准曲线制备: 吸取0.2mg/mL齐墩果酸对照品溶液0.2、0.4、0.6、0.8、1.0mL, 于水浴挥干溶剂后, 加0.2mL香草醛冰醋酸溶液、0.8mL高氯酸, 于60℃恒温水浴箱中放置15min, 取出加冰醋酸5.0mL, 摇匀, 于550±2nm波长处比色, 求出回归方程。

2.5 样品处理: 准确称取样品0.5g左右, 加氯仿25mL, 超声1h, 取滤液0.4mL, 于水浴挥干溶剂后, 以下同标准曲线操作方法。

2.6 结果计算:

$$X = \frac{C \times N}{M \times 1000} \times 100$$

式中:

X—样品中总三萜的含量(以齐墩果酸计), g/100g;

C—根据标准曲线查得的样品溶液相当于标准品的质量, mg;

N—稀释倍数;

M—样品称样量, g。

3 葛根素的测定

3.1 原理: 样品中的葛根素经提取、过滤后, 用高效液相色谱仪测定, 以相对保留时间定性, 以峰面积外标法定量。

3.2 试剂

如无特殊说明，所用试剂为分析纯。

- 3.2.1 磷酸。
- 3.2.2 乙腈：色谱纯。
- 3.2.3 甲醇：色谱纯。
- 3.2.4 葛根素标准品：购自中国食品药品检验研究所，纯度98%。
- 3.2.5 标准溶液：以70%甲醇配制成含葛根素50 μ g/mL的标准使用液。
- 3.3 仪器
 - 3.3.1 Waters—2690HPLC系统；996检测器。
 - 3.3.2 超声波清洗器。
 - 3.3.3 实验室常用玻璃仪器。
- 3.4 样品处理：精密称取均匀研碎的样品约1.0g左右，置于50mL比色管中，加70%甲醇约35mL，超声提取5min，用70%甲醇定容为50mL，混匀，过滤，滤液过0.45 μ m水相滤膜，既为样品处理液。
- 3.5 测定：在下述色谱条件下分别进标准使用液和样品处理液10 μ L，用相对保留时间定性，峰面积外标法定量。
- 3.6 色谱条件
 - 3.6.1 色谱柱 RP18柱，3.9 \times 150mm，5 μ 。
 - 3.6.2 流动相：0.1%磷酸水溶液-乙腈=92：8。
 - 3.6.3 流速：1.0mL/min。
 - 3.6.4 检测波长：239nm。
 - 3.6.5 进样量：10 μ L
- 3.6 结果计算

$$X = \frac{C \times 50}{M \times 1000}$$

式中

X—样品中葛根素的含量，mg/g；

C—测出的样品处理液中葛根素的浓度， μ g/mL；

M—样品称取量，g。

【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. 灵芝孢子粉

项 目	指 标
来源	灵芝Ganoderma lucidum
制法	经采集、干燥、包装等主要工艺加工制成
感官要求	棕色粉末
粗多糖，%	≥ 1.0
干燥失重，%	≤ 10.0
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
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	$\leq 0/25g$
沙门氏菌	$\leq 0/25g$

2. 葛根：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

3. 五味子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

4. 绞股蓝：应符合《湖南省中药材标准》的规定。
 5. 淀粉：应符合《中华人民共和国药典》“玉米淀粉”的规定。
 6. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-