

国家市场监督管理总局  
保健食品产品技术要求

国食健注G20190330

德瑞和元牌灵芝酸枣仁胶囊

【原料】 灵芝、酸枣仁、刺五加、茯苓、五味子

【辅料】 麦芽糊精

【生产工艺】 本品经提取（酸枣仁、五味子分别粉碎过24目筛，与灵芝、刺五加、茯苓饮片合并，水90～100℃提取2次，每次10倍水、2h，第一次先浸泡60min）、过滤、浓缩、真空干燥（-0.06～-0.08MPa，60～70℃）、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    | 内容物呈棕色                      |
| 滋味、气味 | 具本品特有的滋味、气味，无异味             |
| 性状    | 硬胶囊，完整光洁，无粘结、无变形、无破裂；内容物为粉末 |
| 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        |
|-----------|------|-------------|
| 水分，g/100g | ≤9.0 | GB 5009.3   |
| 灰分，g/100g | ≤8.0 | 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   |
| 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  | ≤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         |
| 沙门氏菌        | ≤0/25g | GB 4789.4          |
| 金黄色葡萄球菌     | ≤0/25g | GB 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 | ≥0.08 | 1 总皂苷的测定 |
| 粗多糖（以葡萄糖计），g/100g    | ≥0.8  | 2 粗多糖的测定 |

## 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；

A<sub>1</sub>—被测液的吸光度值；

A<sub>2</sub>—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 粗多糖的测定

### 2.1 试剂

除特殊注明外，本方法所用试剂均为分析纯；所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

2.1.1 乙醇溶液（80%）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

2.1.2 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。

2.1.3 铜试剂储备液：称取3.0g CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O、30.0g柠檬酸钠，加水溶解并稀释1L，混匀，备用。

2.1.4 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。

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

2.1.6 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。

2.1.7 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。

### 2.2 仪器

#### 2.2.1 分光光度计

#### 2.2.2 离心机

### 2.2.3 旋转混匀器

### 2.3 标准溶液的制备

2.3.1 葡萄糖标准储备液：精密称取干燥至恒重的葡萄糖标准品0.5000g，加水溶解并定容至50mL，混匀，即得每1mL含葡萄糖10.0mg的溶液。置冰箱中保存。

2.3.2 葡萄糖标准使用液：吸取葡萄糖标准储备液1.0mL，置于100mL容量瓶中，加水至刻度，混匀，即得每1mL含葡萄糖0.10mg的溶液。置冰箱中保存。

### 2.4 样品处理

2.4.1 样品提取：称取混合均匀的固体样品2.0g，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，于沸水浴上加热2h，冷却至室温后补加水至刻度，混匀后，过滤，弃去初滤液，取续滤液，即得，供沉淀粗多糖用。

2.4.2 沉淀粗多糖：精密取2.4.1项下续滤液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%（v/v）乙醇溶液数毫升洗涤，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，即得，供沉淀葡聚糖用。

2.4.3 沉淀葡聚糖：精密取2.4.2项下的沉淀粗多糖溶液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，置沸水浴中煮沸2min，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，离心后弃上清液，反复操作3次后，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。即得，为样品测定液。

2.5 标准曲线的绘制：精密吸取葡萄糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL（相当于葡萄糖0、0.010、0.020、0.040、0.060、0.080、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，在旋转混匀器上混匀，小心加入浓硫酸10.0mL，于旋转混匀器上小心混匀，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。以葡萄糖浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

2.6 样品测定：精密吸取样品测定溶液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，于旋转混匀器上小心混匀，置沸水浴中煮沸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。从标准线上查出葡萄糖含量，计算样品中粗多糖含量，同时做样品空白实验。

### 2.7 结果计算

$$X = \frac{(W_1 - W_2) \times V_1 \times V_3 \times V_5}{M \times V_2 \times V_4 \times V_6}$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），mg/g；

$W_1$ —样品测定液中葡萄糖的质量，mg；

$W_2$ —样品空白液中葡萄糖的质量，mg；

M—样品称取量，g；

$V_1$ —样品提取溶液总体积，mL；

$V_2$ —沉淀粗多糖所用样品提取溶液体积，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；

$V_5$ —样品测定溶液总体积，mL；

$V_6$ —测定用样品测定溶液体积，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. 灵芝：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
  2. 酸枣仁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
  3. 刺五加：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
  4. 茯苓：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
  5. 五味子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
  6. 麦芽糊精：应符合GB/T 20884《麦芽糊精》的规定。
-