

附2

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20160317

美格森牌霍杞灵芝胶囊

【原料】淫羊藿、枸杞子、灵芝、西洋参、蝙蝠蛾拟青霉菌粉

【辅料】

无

【生产工艺】本品经辐照灭菌（⁶⁰Co，5kGy）、提取（西洋参、淫羊藿，加10倍量70%乙醇回流提取2次，每次1.5h；药渣、灵芝、枸杞子，加10倍量水煎煮提取2次，每次1.5h）、过滤、浓缩、真空干燥（70℃，-0.06MPa）、混合、粉碎、过筛、装囊、包装等主要工艺加工而成。

【直接接触产品包装材料种类、名称及标准】 包装瓶应符合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	内容物呈棕褐色，色泽均匀
滋味、气味	具有中药苦味，无异味，气微
性状	硬胶囊，完整，无破碎；内容物为粉末，干燥、疏松
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，%	≤9	GB 5009.3
灰分，%	≤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	≤0.003	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
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.4
沙门氏菌	≤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
粗多糖(以葡聚糖计), g/100g	≥1.228	1 粗多糖的测定
总黄酮(以芦丁计), mg/100g	≥202	2 总黄酮的测定

1 粗多糖的测定

1.1 仪器

1.1.1 分光光度计。

1.1.2 离心机。

1.1.3 旋转混匀器。

1.2 试剂

1.2.1 乙醇溶液(800mL/L): 20mL水中加入无水乙醇80mL, 混匀。

1.2.2 氢氧化钠溶液(100g): 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 铜储备溶液: 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: 取铜储备溶液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(100mL/L): 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1个月。

1.2.8 葡聚糖标准储备液: 精密称取分子量500000、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。此溶液每1mL含葡聚糖10.0mg。

1.2.9 葡聚糖标准使用液: 吸取葡聚糖标准储备液1.00mL, 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 标准曲线的制备: 精密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25mL比色管中, 准确补充水至2.0mL, 加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。以吸光度值为纵坐标, 葡聚糖浓度为横坐标, 绘制标准曲线。

1.4 样品处理

1.4.1 样品提取: 称取混合均匀的样品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, 过滤, 弃去初滤液, 收集续滤液供沉淀粗多糖。

1.4.2 沉淀粗多糖: 精密取1.4.1项续滤液5.0mL, 置于50mL离心管中, 加入无水乙醇20mL, 混匀后, 以3000r/min 离心5min, 弃去上清液。残渣用800mL/L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, 混匀后, 供沉淀葡聚糖。

1.4.3 沉淀葡聚糖: 精密取1.4.2项溶液2.0mL, 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, 沸水煮沸2min, 冷却后以3000 r/min离心5 min, 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3次操作。残渣用100mL/L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。

1.5 样品测定: 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, 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。从标准曲线上查出葡聚糖质量, 计算样品中粗多糖含量, 同时做样品空白实验。

1.6 结果计算

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

式中:

X—样品中粗多糖含量(以葡聚糖计), mg/g;

W_1 —样品测定液中葡聚糖的质量, mg;

W_2 —样品空白液中葡聚糖的质量, mg;

M—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 —测定用样品测定液体积, mL。

2 总黄酮的测定(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 聚酰胺粉

2.1.2 芦丁标准溶液: 称取5.0mg芦丁, 加甲醇溶解并定容至100mL, 即得50μg/mL。

2.1.3 乙醇: 分析纯。

2.1.4 甲醇: 分析纯。

2.2 分析步骤

2.2.1 试样处理: 称取一定量的试样, 加乙醇定容至25mL, 摇匀后, 超声提取20min, 放置, 吸取上清液1.0mL, 于蒸发皿中, 加1g聚酰胺粉吸附, 于水浴上挥去乙醇, 然后转入层析柱。先用20mL苯洗, 苯液弃去, 然后用甲醇洗脱黄酮, 定容至25mL。此液于波长360nm测定吸收值。同时以芦丁为标准品, 测定标准曲线, 求回归方程, 计算试样中总黄酮含量。

2.2.2 芦丁标准曲线: 吸取芦丁标准溶液: 0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL于10mL比色管中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 于波长360nm比色。求回归方程, 计算试样中总黄酮含量。

2.3 计算和结果表示:

$$X = \frac{A \times V_2 \times 100}{V_1 \times M \times 1000}$$

式中:

X—试样中总黄酮的含量, mg/100g;

A—由标准曲线算得被测液中黄酮量, μg;

M—试样质量, g;

V_1 —测定用试样体积, mL;

V_2 —试样定容总体积, mL。

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”项下胶囊剂的规定。

【原辅料质量要求】

1. 淫羊藿：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 枸杞子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 3. 灵芝：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 4. 西洋参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 5. 蝙蝠蛾拟青霉菌粉：应符合WS₃-C₁-0001-95（Z）《中华人民共和国卫生部 部颁标准》发酵虫草菌粉（CS-4）项下的规定。
-