

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G20140300

健博尔牌景天姬松茸灰树花胶囊

【原料】 姬松茸提取物、灰树花提取物、红景天提取物

【辅料】 玉米淀粉、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经过筛、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】 塑料瓶应符合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 | 内容物呈土黄色 |
| 滋味、气味 | 具本品特有的滋味、气味，无异味 |
| 性状 | 硬胶囊，完整光滑，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，% | ≤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 | ≤0.2 | 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 |
| 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 |
|--------------------|------|-----------|
| 红景天苷, mg/100g | ≥102 | 1 红景天苷的测定 |
| 粗多糖（以葡聚糖计）, g/100g | ≥5.5 | 2 粗多糖的测定 |

1 红景天苷的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

1.1 范围

本方法规定了保健食品中红景天苷的测定方法。

本方法适用于以红景天为主要原料的保健食品中红景天苷的测定。

本方法的检出限：0.02μg。

本方法的线性范围：0.01~0.50μg/mL。

1.2 原理：将混匀的试样使用甲醇进行提取，根据高效液相色谱紫外检测器定性定量检测。

1.3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用双蒸水。

1.3.1 乙酸钠：分析纯。

1.3.2 甲醇：优级纯。

1.3.3 石油醚：分析纯。

1.3.4 红景天苷标准溶液：准确称量红景天苷标准品0.0200g，加入甲醇溶解并定容至10mL。此溶液每mL含2.0mg红景天苷。

1.4 仪器

1.4.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）。

1.4.2 超声波清洗器。

1.4.3 离心机。

1.5 分析步骤

1.5.1 试样处理

1.5.1.1 液体试样：准确量取摇匀后的液体试样20mL于50mL容量瓶中，先加入25mL甲醇，超声10min后用甲醇定容至刻度，混匀，经0.45μm滤膜过滤后供液相色谱分析用。

1.5.1.2 固体试样：取20粒以上片剂或胶囊试样进行粉碎混匀，准确称取适量试样（精确至0.001g）于50mL容量瓶中，加入甲醇，超声提取10min。取出后加入甲醇定容至刻度，混匀后以3000r/min离心3min。经0.45μm滤膜过滤后供液相色谱分析用。

1.5.2 液相色谱参考条件

1.5.2.1 色谱柱：C₁₈柱，4.6×250mm，5μm。

- 1.5.2.2 柱温：室温。
- 1.5.2.3 紫外检测器：检测波长215nm。
- 1.5.2.4 流动相：甲醇:0.02mol/L乙酸钠溶液=9:91。
- 1.5.2.5 流速：1.0mL/min。
- 1.5.2.6 进样量：10 μ L。
- 1.5.2.7 色谱分析：取10 μ L标准溶液及试样溶液注入色谱仪中，以保留时间定性，以试样峰高或峰面积与标准比较定量。
- 1.5.3 标准曲线制备：分别配制浓度为0.0、0.01、0.02、0.05、0.20、0.50 μ g/mL红景天苷标准溶液，在给定的仪器条件下进行液相色谱分析，以峰高或峰面积对浓度作标准曲线。
- 1.5.4 结果计算

$$X = \frac{h_1 \times C \times V}{h_2 \times m \times 1000}$$

式中：

- X—试样中红景天苷的含量，mg/g；
- h_1 —试样峰高或峰面积；
- C—标准溶液浓度， μ g/mL；
- V—试样定容体积，mL；
- h_2 —标准溶液峰高或峰面积；
- m—试样质量，g。

计算结果保留三位有效数字。

1.6 技术参数

- 1.6.1 准确度：方法的回收率在91.7~98.6%之间。
- 1.6.2 允许差：在重复性条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 $\pm 10\%$ 。

2 粗多糖的测定

2.1 原理：样品中相对分子量大于 1×10^4 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。

2.2 试剂

除特殊说明外，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。

- 2.2.1 乙醇溶液（80%）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。
- 2.2.2 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。
- 2.2.3 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。
- 2.2.4 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。
- 2.2.5 洗涤剂：取水50mL，加入10mL铜试剂溶液、10mL氢氧化钠溶液，混匀。
- 2.2.6 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。
- 2.2.7 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。
- 2.2.8 葡聚糖标准储备液：精密称取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。
- 2.2.9 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。

2.3 仪器

- 2.3.1 分光光度计。
- 2.3.2 离心机（3000r/min）。
- 2.3.3 旋转混匀器。

2.4 标准曲线的制备：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，于旋转混合器中混匀，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于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。

2.5 样品处理

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

2.5.2 沉淀粗多糖：精密取2.5.1项下续滤液5.0mL，置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混合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，混匀后供沉淀葡聚糖。

2.5.3 沉淀葡聚糖：精密取2.5.2项下滤液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，于沸水浴中煮沸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，离心后弃去上清液，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，此溶液为样品测定液。

2.6 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，于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，冷却至室温后用分光光度计于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，同时做样品空白试验。

2.7 结果计算

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

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. 姬松茸提取物

| 项 目 | 指 标 |
|-------|--|
| 来源 | 姬松茸 应符合食品安全国家相关标准的规定 |
| 制法 | 经提取（30倍量水100℃提取2次，分别3h、2h）、醇沉（5倍量95%乙醇，6h）、真空干燥（60℃）等主要工艺加工制成。 |
| 提取率，% | 12 |
| 感官要求 | 橙黄色粉末，具特殊气味 |
| 多糖，% | ≥20 |
| 水分，% | ≤5.0 |
| | |

| | |
|-----------------|--------|
| 筛网孔径，目 | 80 |
| 重金属（以Pb计），mg/kg | ≤10 |
| 六六六，mg/kg | ≤0.1 |
| 滴滴涕，mg/kg | ≤0.1 |
| 菌落总数，CFU/g | ≤30000 |
| 大肠菌群，MPN/g | ≤0.92 |
| 霉菌和酵母，CFU/g | ≤50 |
| 沙门氏菌 | ≤0/25g |
| 金黄色葡萄球菌 | ≤0/25g |

2. 灰树花提取物

| 项 目 | 指 标 |
|-----------------|--|
| 来源 | 灰树花 应符合食品安全国家标准的规定 |
| 制法 | 经提取（30倍量水100℃提取2次，每次3h）、醇沉（5倍量95%乙醇，12h）、真空干燥（60℃）等主要工艺加工制成。 |
| 提取率，% | 10 |
| 感官要求 | 灰褐色粉末，具特殊气味 |
| 多糖，% | ≥12 |
| 水分，% | ≤5.0 |
| 筛网孔径，目 | 80 |
| 重金属（以Pb计），mg/kg | ≤10 |
| 六六六，mg/kg | ≤0.1 |
| 滴滴涕，mg/kg | ≤0.1 |
| 菌落总数，CFU/g | ≤30000 |
| 大肠菌群，MPN/g | ≤0.92 |
| 霉菌和酵母，CFU/g | ≤50 |
| 沙门氏菌 | ≤0/25g |
| 金黄色葡萄球菌 | ≤0/25g |

3. 红景天提取物

| 项 目 | 指 标 |
|-----------------|--|
| 来源 | 红景天 应符合《中华人民共和国药典》的规定 |
| 制法 | 经提取（18倍量70%乙醇回流提取2h）、浓缩、真空干燥（60℃）等主要工艺加工制成 |
| 提取率，% | 15 |
| 感官要求 | 红棕色粉末，具本品特有的气味 |
| 红景天苷，% | ≥1.0 |
| 水分，% | ≤5.0 |
| 灰分，% | ≤5.0 |
| 筛网孔径，目 | 80 |
| 重金属（以Pb计），mg/kg | ≤10 |
| 六六六，mg/kg | ≤0.2 |
| | |

| | |
|--------------|--------|
| 滴滴涕, mg/kg | ≤0.2 |
| 菌落总数, CFU/g | ≤30000 |
| 大肠菌群, MPN/g | ≤0.92 |
| 霉菌和酵母, CFU/g | ≤50 |
| 沙门氏菌 | ≤0/25g |
| 金黄色葡萄球菌 | ≤0/25g |

4. 玉米淀粉: 符合《中华人民共和国药典》的规定。

5. 硬脂酸镁: 符合GB 1886.91《食品安全国家标准 食品添加剂 硬脂酸镁》的规定。
