

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20060723

三智金牌灵芝红景天胶囊

【原料】 灵芝、沙棘、红景天、制何首乌、茯苓、余甘子、枸杞子、葛根、益智仁、西洋参、大枣、干姜

【辅料】 无

【生产工艺】 本品经提取（灵芝、沙棘、红景天、制何首乌、益智仁、茯苓、余甘子、枸杞子、葛根、大枣、干姜，第一次用8倍量水煮沸提取2h，第二次用7倍量水煮沸提取1.5h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度约150℃，出风温度约120℃）、混合、热压灭菌（115℃，0.068MPa，30min）、制粒、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GB 4806.7的规定；聚氯乙烯固体药用硬片应符合YBB00212005的规定；铝塑泡罩板包装应符合YBB00152002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	内容物呈棕黄色或棕褐色
滋味、气味	气味香，味微苦
性状	硬胶囊，完整光洁，无粘结、变形、囊壳破裂等现象；内容物为颗粒或粉末状
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
总蒽醌（以1,8-二羟基蒽醌计），mg/100g	10~16	1 总蒽醌的测定
水分，g/100g	≤9.0	GB 5009.3
灰分，g/100g	≤8.0	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

1 总蒽醌的测定

1.1 原理：蒽醌类与碱液反应显红色或紫红色，直接测定试样在525nm波长处的吸光度值。

1.2 试剂

1.2.1 1,8-二羟基蒽醌对照品。

1.2.2 5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱溶液：10%氢氧化钠溶液与4%氢氧化铵溶液等量混合。

1.2.3 标准溶液：精密称取1,8-二羟基蒽醌对照品2mg，置于25mL容量瓶中，加甲醇溶解稀释至刻度，摇匀（浓度为80μg/mL），备用（低温保存）。

1.2.4 氯仿。

1.2.5 甲醇。

1.2.6 盐酸。

1.2.7 蒸馏水。

1.3 仪器

1.3.1 分析天平（感量0.00001g）。

1.3.2 分光光度计。

1.3.3 水浴锅。

1.3.4 刻度吸管。

1.4 标准曲线的绘制：精密吸取1,8-二羟基蒽醌标准溶液（80μg/mL）0.25、0.5、1.0、1.5、2.0mL，分别置于10mL具塞比色管中，加甲醇至2.0mL，再加混合碱溶液（等体积10%NaOH和4%NH₄OH混合）至刻度，于暗处放置30min，用混合碱溶液为空白，于525nm波长处，以1cm比色杯测定吸光度值，以浓度（c）为横坐标，吸光度（A）为纵坐标，绘制校正曲线，用回归法求标准曲线方程。

1.5 样品溶液的制备及测定：取样品50粒，倾出内容物，精确称取样品5.00g，加水50mL，溶解（必要时加热溶解），加入盐酸或混合酸（25%盐酸2mL、冰醋酸18mL）调至pH1，置沸水浴回流水解30min，冷却，于分液漏斗中，用氯仿30、20、20mL分次萃取，合并氯仿萃取液。用水30、20mL分次洗涤氯仿萃取液，弃去水液，氯仿萃取液用蒸发皿在水浴上蒸干，用甲醇溶解定量25mL，摇匀，以5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱液为空白对照，于525nm波长处，以1cm比色杯测定吸光度值，由线性方程计算即得样品溶液的浓度C₁。

1.6 结果计算

$$X = \frac{C_1 \times 25 \times 10^{-3} \times 100}{m}$$

式中：

X—样品中总蒽醌含量（以1,8-二羟基蒽醌计），mg/100g；

C₁—由回归方程计算所得25mL容量瓶中蒽醌的浓度，μg/mL；

m—样品质量，g。

【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 4789.10
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4

【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（以葡萄糖计），mg/100g	≥510	1 粗多糖的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），mg/100g	≥650	2 总皂苷的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理：多糖或寡糖在浓硫酸的作用下水解产生单糖，并迅速水解成糠醛衍生物，该衍生物在强酸条件下与苯酚缩合，生成橙黄色物质，在485nm波长处和一定的浓度范围内，其吸光度值和糖浓度呈线性关系，可通过比色法测定其含量。

1.2 试剂

1.2.1 乙醇溶液（80%）。

1.2.2 氢氧化钠溶液（10%）。

1.2.3 铜试剂储备溶液：称取3.0g硫酸铜（ $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ）、30.0g柠檬酸，加水溶解稀释至1L，混匀。

1.2.4 铜试剂溶液：吸取铜试剂储备溶液50mL，混匀，加入无水硫酸钠12.5g并使其溶解，临用新配。

1.2.5 洗涤液：吸取10mL铜试剂溶液、10mL氢氧化钠溶液（10%），加入50mL蒸馏水中摇匀。

1.2.6 硫酸溶液（10%）：量取100mL浓硫酸缓缓加入800mL蒸馏水中搅匀，冷却并稀释至1L。

1.2.7 苯酚溶液（5%）：称取精制苯酚5.0g加水溶解并稀释至100mL，摇匀冰箱保存。

1.2.8 葡萄糖标准储备液：精密称取105℃干燥至恒重的葡萄糖标准品0.5000g，加水溶解并定容至50.0mL量瓶中，此溶液每1mL含葡萄糖10mg。

1.2.9 葡萄糖标准使用液：吸取葡萄糖标准储备液1.0mL于100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，此溶液每1mL含葡萄糖100μg。

1.3 仪器

1.3.1 分光光度计。

1.3.2 离心机。

1.3.3 旋转混匀器。

1.4 标准曲线的绘制：吸取葡萄糖标准使用液0.00、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL（相当于含葡萄糖分别为0、10、20、40、60、80、100μg），分别置于25mL比色管中，分别加蒸馏水至2.0mL，加入5%苯酚溶液1.0mL，于旋转混匀器上混匀。小心滴加浓硫酸10.0mL，再次小心混匀，置沸水浴中加热2min后取出，冷却后分别移入1cm比色皿，以试剂空白溶液为参比，于485nm波长处，测定吸光度值。以葡萄糖含量为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

1.5 样品处理

1.5.1 样品提取：取均匀样品2.0g，精密称定，置于烧杯中，加水约80mL使其溶解，并移入100mL容量瓶中，沸水浴加热2h，冷却后加水至刻度，摇匀。过滤，收集滤液。

1.5.2 沉淀粗多糖：吸取1.5.1项下滤液5.0mL，置于50mL离心管中，加无水乙醇20mL，摇匀，以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用80%乙醇溶液数毫升洗涤，离心，弃上清液，反复操作3~4次，残渣用水溶解并定容至5.0mL。

1.5.3 沉淀葡聚糖：吸取1.5.2项下终溶液2.0mL，置于离心管中，加入10%氢氧化钠溶液2.0mL、铜试剂溶液2.0mL，置沸水浴中加热2min，冷却，以3000r/min离心5min，弃去上清液，残渣用洗涤液数毫升洗涤，离心，弃去上清液，重复操作3次，残渣用10%浓硫酸2.0mL溶解并移入50mL容量瓶中，加水至刻度，摇匀。

1.6 样品测定：吸取1.5.3项下样品处理液2.0mL，置于25mL离心管中，加入5%苯酚溶液1.0mL，于旋转混匀器上混匀，小心滴加浓硫酸10mL，小心混匀，置沸水浴中加热2min，冷却至室温，移入1cm比色皿中，

以试剂空白溶液作参比，于485nm波长处测定吸光度值。

1.7 结果计算

$$X = \frac{W_1}{m \times 5/100 \times 2/5 \times 2/50}$$

式中：

X—样品中粗多糖的含量（以葡萄糖计），mg/100g；

W_1 —标准曲线上查的葡萄糖的质量，mg；

m—样品质量，g。

2 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））

2.1 试剂

2.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂，Sigma化学公司、U. S. A.。

2.1.2 正丁醇：分析纯。

2.1.3 乙醇：分析纯。

2.1.4 中性氧化铝：层析用，100~200目。

2.1.5 人参皂苷Re：购自中国食品药品检定研究院。

2.1.6 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。

2.1.7 高氯酸：分析纯

2.1.8 冰乙酸：分析纯

2.1.9 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。

2.2 仪器

2.2.1 比色计

2.2.2 层析柱

2.3 实验步骤

2.3.1 试样处理

2.3.1.1 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。

2.3.1.2 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。

2.3.2 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2.3.1），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。

2.3.3 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。

2.3.4 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“2.3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

2.4 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_1 —被测液的吸光度值；

A_2 —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。

【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. 沙棘：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 3. 红景天：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 4. 制何首乌：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 5. 茯苓：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 6. 余甘子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 7. 枸杞子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 8. 葛根：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 9. 益智仁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 10. 西洋参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 11. 大枣：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 12. 干姜：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-