

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20230045

九天谷®灰树花灵芝茶

【原料】 灰树花提取物、灵芝提取物

【辅料】 红茶（经辐照）

【生产工艺】 本品经辐照灭菌（红茶，⁶⁰Co，6kGy）、粉碎、过筛、混合、制粒、干燥、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】 滤纸袋应符合GB/T 25436的规定，滤纸袋外用药品包装用复合膜应符合YBB00172002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	内容物呈棕色至棕褐色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	袋泡茶，内容物为颗粒
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，%	≤12.0	GB 5009.3
灰分，%	≤6.0	GB 5009.4
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
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25g$	GB 4789.10
沙门氏菌	$\leq 0/25g$	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), g/100g	≥ 5.0	1 粗多糖的测定
茶多酚, g/100g	≥ 3.0	2 茶多酚的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理: 多糖经乙醇沉淀分离后, 去除其他可溶性糖及杂质的干扰, 再与苯酚-硫酸作用成橙红色化合物, 其呈色强度与溶液中糖的浓度成正比, 在485nm波长下比色定量。

1.2 仪器

1.2.1 离心机: 4000r/min。

1.2.2 离心管: 50mL或具塞15mL。

1.2.3 分光光度计。

1.2.4 水浴锅。

1.2.5 旋涡混合器。

1.3 试剂

实验用水为双蒸水, 所用试剂为分析纯级。

1.3.1 无水乙醇。

1.3.2 80% (V/V) 乙醇溶液。

1.3.3 葡萄糖标准液: 准确称取干燥恒重的分析纯葡萄糖0.5000g加水溶解, 并定容至50mL, 此溶液1mL含10mg葡萄糖, 用前稀释100倍为使用溶液 (0.1mg/mL)。

1.3.4 5%苯酚溶液 (W/V): 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。

1.3.5 浓硫酸 (比重1.84)。

1.3.6 0.2mol/L磷酸盐缓冲液 (pH6.5): 31.5mL (0.2mol/L) 磷酸氢二钠与68.5mL (0.2mol/L) 磷酸二氢钠混合。

1.4 测定步骤

1.4.1 样品提取: 称取混合均匀的固体样品1.0-2.0g, 置于100mL容量瓶中, 加水80mL左右, 于沸水浴中加热15min, 冷却至室温后补水至刻度 (V_1) 混匀后过滤, 弃去初滤液, 收集余下滤液供沉淀粗多糖。

1.4.2 沉淀粗多糖: 准确吸取上滤液5.0mL (V_2), 置于50mL离心管中 (或2.0mL于15mL具塞离心管中), 加入无水乙醇20mL (或8mL), 混匀, 于4℃冰箱静置4小时以上, 以4000r/min离心5min, 弃去上清液, 残渣用80% (V/V) 乙醇溶液数毫升洗涤, 离心后弃去上清液, 反复操作3次。残渣用水溶解并定容至10-25mL

(V_3) (根据糖浓度而定)。

1.4.3 标准曲线的绘制: 准确吸取葡萄糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.0mL (相当于葡萄糖0、0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10mg) 置于25mL比色管中, 补加水至2.0mL, 加入5%苯酚溶液1.0mL, 在旋涡混合器上混匀, 小心加入浓硫酸10mL, 在旋涡混合器上小心混匀, 置沸水浴中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。以葡萄糖质量为横坐标, 吸光度值为纵坐标, 绘制标准曲线。

1.4.4 样品测定: 准确吸取上液适量 (V_4) (含糖0.02-0.08mg), 置于25mL比色管中, 补加水至2.0mL, 然后按1.4.3法测定吸光度值。从标准曲线上查出葡萄糖含量, 计算样品中粗多糖含量。

1.5 计算结果

$$X = \frac{m_1 \times V_1 \times V_3}{m_2 \times V_2 \times V_4} \times 0.9 \times 100$$

式中:

X—样品中粗多糖含量, mg/100g;

m_1 —样品测定液中葡萄糖的质量, mg;

m_2 —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 —测定用样品液体积, mL;

0.9—葡萄糖换算为粗多糖的系数。

2 茶多酚测定

2.1 原理: 样品中的茶多酚用70%的甲醇在70℃水浴上提取, 福林酚 (Folin-Ciocalteu) 试剂氧化茶多酚中的-OH基团并显蓝色, 最大吸收波长 λ 为765nm, 用没食子酸作校正标准定量茶多酚。

2.2 仪器

2.2.1 分析天平: 感量0.001g。

2.2.2 水浴: 70℃ \pm 1℃。

2.2.3 离心机: 转速3500r/min。

2.2.4 分光光度计。

2.3 试剂

本标准所用水均为重蒸馏水, 除特殊规定外, 所用试剂为分析纯。

2.3.1 乙腈: 色谱纯。

2.3.2 甲醇。

2.3.3 碳酸钠 (Na_2CO_3)。

2.3.4 甲醇水溶液 (体积比): 7+3。

2.3.5 福林酚 (Folin-Ciocalteu) 试剂。

2.3.6 10%福林酚 (Folin-Ciocalteu) 试剂 (现配): 将20mL福林酚 (Folin-Ciocalteu) 试剂 (2.3.5) 转移到200mL容量瓶中, 用水定容并摇匀。

2.3.7 7.5% Na_2CO_3 (质量浓度): 称取37.50g \pm 0.01g Na_2CO_3 (2.3.3), 加适量水溶解, 转移至500mL容量瓶中, 定容至刻度, 摇匀 (室温下可保存1个月)。

2.3.8 没食子酸标准储备溶液 (1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$): 称取0.110g \pm 0.001g的没食子酸 (GA, 相对分子质量188.14), 与100mL容量瓶中溶解并定容至刻度, 摇匀 (现配)

2.3.9 没食子酸工作液: 用移液管分别移取1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL的没食子酸标准储备溶液 (2.3.8) 于100mL容量瓶中, 分别用水定容至刻度, 摇匀, 浓度分别为10、20、30、40、50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

2.4 操作方法

2.4.1 供试液的制备

2.4.1.1 母液: 称取样品0.2g (精确到0.0001g) 均匀磨碎的试样, 于10mL离心管中, 加入在70℃中预热过的70%甲醇溶液 (2.3.4) 5mL, 用玻璃棒充分搅拌均匀湿润, 立即移入70℃水浴中, 浸提10min (隔5min搅拌一次), 浸提后冷却至室温, 转入离心机在3500r/min转速下离心10min, 将上清液转移至10mL容量瓶。残渣可用5mL的70%甲醇溶液提取一次, 重复以上操作。合并提取液定容至10mL, 摇匀, 过0.45 μm 膜, 待用 (该提取液在4℃下至多保存24h)。

2.4.1.2 测试液: 移取母液 (2.4.1.1) 1.0mL于100mL容量瓶中, 用水定容至刻度, 摇匀, 待测。

2.4.2 测定

2.4.2.1 用移液管分别移取没食子酸工作液（2.3.9）、水（作空白对照用）及测试液（2.4.1.2）各1.0 mL与刻度试管内，在每个试管内分别加入5.0mL的福林酚（Folin-Ciocalteu）试剂（2.3.6），摇匀。反应3-8min内，加入4.0mL 7.5% Na₂CO₃溶液（2.3.7），加水定容至刻度、摇匀。室温下放置60min，用10mm比色皿，在765nm波长条件下用分光光度计测定吸光度（A）。

2.4.2.2 根据没食子酸工作液（2.3.9）的吸光度（A）与各工作溶液的没食子酸浓度，制作标准曲线。

2.5 结果计算

2.5.1 比较试样和标准工作液的吸光度，按下式计算：

$$X = \frac{A \times V \times d}{\text{SLOPE}_{\text{std}} \times m \times 10^6 \times m_1} \times 100$$

式中：

X—茶多酚含量，%；

A—样品测试液吸光度；

V—样品提取液体积，10mL；

d—稀释因子（通常为1mL稀释成100mL，则其稀释因子为100）；

SLOPE_{std}—没食子酸标准曲线斜率；

m—样品干物质含量，%；

m₁—样品质量，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“茶剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 灰树花提取物

项目	指标
来源	灰树花子实体
制法	经净选、提取（加水回流提取3次，分别10倍量2h、8倍量1.5h、6倍量1h）、减压浓缩（70℃-80℃）、喷雾干燥（进风温度180±5℃，出风温度70±5℃）、包装等主要工艺制成
提取率，%	约12.5
感官要求	浅棕色粉末，具有本品特有的滋味、气味
多糖，%	≥20
粒度	80目
水分，%	≤5
灰分，%	≤5
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
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
霉菌和酵母菌，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

2. 灵芝提取物

项目	指标
来源	灵芝子实体
制法	经粉碎、提取（加水回流提取2次，分别10倍量2h、8倍量1.5h）、减压浓缩（70℃-80℃）、喷雾干燥（进风温度180±5℃，出风温度70±5℃）、包装等主要工艺制成

提取率, %	约10
感官要求	棕色至棕褐色粉末, 具有本品特有的滋味、气味
多糖, %	≥5
粒度	80目
水分, %	≤5
灰分, %	≤5
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
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
霉菌和酵母菌, CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

3. 红茶(经辐照): 应符合NY/T 780《红茶》及下表的规定。

项 目	指 标
感官要求	深红色细沙粒状
水分, %	≤6.5
总灰分, %	≤6.5
水浸出物, %	≥32