

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200064

保耐牌香菇茯苓叶黄素胶囊

【原料】 茯苓提取物、香菇提取物、叶黄素

【辅料】 玉米淀粉

【生产工艺】 本品经过筛、混合、制粒、干燥、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（盖）应符合YY0057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
性状	硬胶囊；内容物为颗粒及粉末
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，%	≤6.0	GB 5009.3
灰分， %	≤5.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30	《中华人民共和国药典》
铅（以Pb计），mg/kg	≤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	≤0.1	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
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	≥40	1 粗多糖的测定
叶黄素, mg/100g	≥200	2 叶黄素的测定

1 粗多糖的测定

1.1 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。

1.1.1 乙醇溶液(80%): 20mL水中加入无水乙醇80mL, 混匀。

1.1.2 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。

1.1.3 铜试剂储备液: 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。

1.1.4 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。

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

1.1.6 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。

1.1.7 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。

1.1.8 葡萄糖对照品溶液: 精密称取葡萄糖对照品15.70mg, 置100mL容量瓶中, 加水溶解并定容至刻度, 即得0.157mg/mL的对照品溶液。

1.2 仪器

1.2.1 分光光度计。

1.2.2 离心机。

1.2.3 旋转混匀器。

1.3 样品处理

1.3.1 样品提取：称取混合均匀的固体样品20g，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。

1.3.2 沉淀粗多糖：准确吸取1.3.1项续滤液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，混匀后供沉淀葡聚糖。

1.3.3 沉淀葡聚糖：准确吸取1.3.2项终溶液4mL，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，沸水浴中煮沸5min，冷却，以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用洗涤液数毫升洗涤，离心后弃去上清液。反复操作3次，残渣用100mL/L硫酸溶液2.0mL溶解并转移至25mL容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。此溶液为样品测定液。

1.4 标准曲线的绘制：准确吸取葡聚糖标准使用液0.00、0.20、0.40、0.60、0.80mL（相当于葡聚糖0、0.0314、0.0628、0.0942、0.1256mg），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5min，冷却后用分光光度计在485nm波长处，以试剂空白溶液为参比，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。

1.5 样品测定：准确吸取样品测定液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5min，冷却至室温，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含量，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

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

式中：

X—样品中可溶性粗多糖含量（以葡萄糖计），mg/mL；

m₁—样品测定液中葡萄糖的质量，mg；

m₂—样品空白液中葡萄糖的质量，mg；

m—样品质量，g；

V₁—试样提取液总体积，mL；

V₂—沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；

V₃—粗多糖溶液体积，mL；

V₄—沉淀葡聚糖所用粗多糖溶液体积，mL；

V₅—样品测定液总体积，mL；

V₆—测定用试样测定液体积，mL。

2 叶黄素含量测定

2.1 仪器

2.1.1 高效液相色谱仪（检测器波长为446nm）。

2.1.2 研钵。

2.1.3 天平（万分之一）。

2.1.4 离心管。

2.1.5 量瓶。

2.2 试剂

2.2.1 正己烷：色谱纯。

- 2.2.2 乙酸乙酯：色谱纯。
- 2.2.3 叶黄素标准品。
- 2.3 色谱条件
- 2.3.1 色谱柱：硅胶柱，4.6mm×250mm，粒度3μm。
- 2.3.2 流动相：按正己烷-乙酸乙酯=70：30（体积比）配制，混合均匀，用0.45μm滤膜过滤，超声脱气后备用。
- 2.3.3 柱温：室温。
- 2.3.4 流动相流速：1.5mL/min。
- 2.3.5 进样量：10μL。
- 2.4 标准溶液的制备：称取约0.01g叶黄素标准品，精确至0.0001g，用流动相溶解，并定容到50mL棕色量瓶中，摇匀备用。
- 2.5 样品溶液的制备：称取装量差异项下的内容物适量，研细，取1g，精确至0.0001g，置于50mL聚丙烯离心管中。在避光条件下，加入丙酮25mL，振荡提取约3min，以5000r/min低温离心5min，移取上清液至一干净的15mL离心管，于30℃氮吹浓缩至少于1mL。用流动相稀释并定容到10mL棕色量瓶中，摇匀，用0.45μm滤膜过滤，取续滤液备用。
- 2.6 样品的测定
- 2.6.1 在2.3色谱条件下，对叶黄素的标准溶液进行测定，记录色谱图。要求以叶黄素峰计，理论板数至少为5000，主峰与相邻峰的分离度至少为1.5。
- 2.6.2 在2.3色谱条件下，对试样液进行测定，根据标准品的保留时间定性，记录色谱图，重复实验两次，得到平均峰面积值。
- 2.7 结果计算

$$X = \frac{A \times C_s \times V \times 100}{A_s \times m}$$

式中：

X—样品中叶黄素含量，mg/100g；

A—样品的峰面积；

C_s—标准溶液中叶黄素标准品的浓度，mg/mL；

A_s—标准溶液中叶黄素标准品的峰面积；

m—样品质量，g；

V—样品定容体积，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. 茯苓提取物

项 目	指 标
来源	多孔菌科真菌茯苓 <i>Poria cocos (Schw.) Wolf</i> 的干燥菌核 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（10倍量水100℃提取100min）、浓缩、醇沉（加入95%乙醇，调节醇沉乙醇浓度至80%，静置12h，过滤，滤饼用80%乙醇洗涤）、减压干燥（60℃）、喷雾干燥等主要工艺制成

提取率（得率），%	约15
感官要求	棕黄色粉末，具本品特定气味
粗多糖，%	≥20
水分，%	≤5
灰分，%	≤5.0
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
菌落总数，CFU/g	≤10000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

2. 香菇提取物

项 目	指 标
来源	香菇 <i>Lentinus edodes</i> (Berk.) sing
制法	经提取（15倍量水100℃提取2h）、微波处理、超声波处理、过滤、浓缩、醇沉（加入95%乙醇，含乙醇不低于80%，体积比）、离心、沉淀中加入木瓜蛋白酶、真空干燥（0.2MPa，60℃）等主要工艺制成
提取率（得率），%	约20
感官要求	棕黄色粉末，具本品特定气味
粗多糖，%	≥30
水分，%	≤5
灰分，%	≤5.0
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
菌落总数，CFU/g	≤10000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

3. 叶黄素（叶黄素、环糊精）

项 目	指 标
来源	叶黄素、环糊精
制法	经混合等主要工艺制成
感官要求	棕黄色粉末，具本品特定气味
含量，%	≥50
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
菌落总数，CFU/g	≤10000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

4. 玉米淀粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。