

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20100668

爱灵生乐牌灵芝孢子红景天葡萄籽胶囊

【原料】 红景天提取物、破壁灵芝孢子粉、葡萄籽提取物

【辅料】

无

【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】 包装瓶应符合YBB00272002的规定；干燥剂应符合YBB00122005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
滋味、气味	具本品特有的滋味和气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，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	≤60	《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, g/100g	≥1.6	1 红景天苷的测定
总三萜（以熊果酸计）, g/100g	≥1.2	2 总三萜的测定
原花青素, g/100g	≥1.6	3 原花青素的测定

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: 10μL。

1.5.2.7 色谱分析: 取10μL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、0.50μg/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;

h₁—试样峰高或峰面积;

C—标准溶液浓度, μg/mL;

V—试样定容体积, mL;

h₂—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±10%。

2 总三萜的测定

2.1 原理: 三萜类化合物能与香草醛-高氯酸等试剂呈特征颜色反应。灵芝孢子粉中总三萜的颜色强度与含量成正比, 通过分光光度计比色测定总三萜含量。

2.2 仪器

2.2.1 分光光度计

2.2.2 恒温水浴锅

2.3 试剂

2.3.1 5%香草醛冰乙酸溶液: 5g香草醛溶于100mL冰乙酸中即得。临用新配(4℃保存7天)。

2.3.2 高氯酸

2.3.3 熊果酸标准品: 化学对照品, 购自中国药品生物制品检定所。

2.3.4 乙酸乙酯

2.4 对照品溶液的制备与标准曲线的绘制: 精密称取熊果酸对照品12mg, 置100mL容量瓶中, 用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度, 摇匀, 制成0.12mg/mL的对照品溶液。分别吸取0.00、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL对照品溶液, 于100℃水浴上蒸干后, 加入0.40mL 5%香草醛-冰乙酸溶液和1.00mL高氯酸, 在60℃水浴中加热15min, 移入冰水浴中, 再加入5.00mL冰乙酸, 摇匀后置于室温15min, 用分光光度计于548nm波长下测定对照品溶液的吸光度值。分别以浓度和吸光度值绘制标准曲线。

2.5 样品溶液的制备与测定: 精密称定样品0.5g, 加入50mL氯仿, 搅拌均匀后超声波(50℃、45KHz)处理1h, 冷却后过滤, 出去残渣, 提取液定容到50mL。吸取0.3mL提取液于75~78℃水浴蒸干, 然后加入0.40mL 5%香草醛-冰乙酸和1.00mL高氯酸, 在60℃水浴加热15min, 并移入冰水浴中, 再加入5.00mL冰乙酸, 摇匀后置于室温15min后, 用分光光度计于548nm波长下测定样品溶液的吸光度值。

2.6 结果计算

$$\text{总三萜 (g/100g)} = \frac{\text{样品相当于对照品的量 (mg)} \times \text{稀释倍数}}{\text{样品重 (mg)}} \times 100\%$$

3 原花青素的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

3.1 范围

本方法规定了保健食品中原花青素的测定方法。

本方法适用于保健食品中原花青素的含量测定。

本方法最低检出量为3μg，最低检出浓度为3μg/mL。

本方法最佳线性范围：3~150μg/mL。

3.2 原理：原花青素是含有儿茶素和表儿茶素单元的聚合物。原花青素本身无色，但经过用热酸处理后，可以生成深红色的花青素离子。本法用分光光度法测定原花青素在水解过程中生成的花青素离子。计算试样中原花青素含量。

3.3 试剂

3.3.1 甲醇：分析纯。

3.3.2 正丁醇：分析纯。

3.3.3 盐酸：分析纯。

3.3.4 硫酸铁铵： $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 溶液：用浓度为2mol/L盐酸配成2%（w/v）的溶液。

3.3.5 原花青素标准品：葡萄籽提取物，纯度95%。

3.4 仪器

3.4.1 分光光度计。

3.4.2 回流装置。

3.5 分析步骤

3.5.1 试样的制备

3.5.1.1 片剂：取20片试样，研磨成粉状。

3.5.1.2 胶囊：挤出20粒胶囊内容物，研磨或搅拌均匀，如内容物含油，应将内容物尽可能挤出。

3.5.1.3 口服液：摇匀后取样。

3.5.2 提取

3.5.2.1 粉状试样：称取50~100mg试样，置于50mL容量瓶中，加入30mL甲醇，超声处理20min，放冷至室温后，加甲醇至刻度，摇匀，离心或放置至澄清后取上清液备用。

3.5.2.2 含油试样：称取50mg试样，置于小烧杯中，用20mL甲醇分数次搅拌，将原花青素洗入50mL容量瓶中，直至甲醇提取液无色，加甲醇至刻度，摇匀。

3.5.2.3 口服液：吸取适量样液（取样量不超过1mL），置于50mL容量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀。

3.5.3 测定

3.5.3.1 标准曲线：称取原花青素标准品10.0mg溶于10mL甲醇中，吸取该溶液0、0.1、0.25、0.5、1.0、1.5mL，置于10mL容量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀。各取1mL测定。与试样测定方法相同。

3.5.3.2 试样测定：将正丁醇与盐酸按95:5的体积比混合后，取出6mL置于具塞锥形瓶中，再加入0.2mL硫酸铁铵溶液和1mL试样溶液，混匀，置沸水浴回流，精确加热40min后，立即置冰水中冷却，在加热完毕15min后，于546nm波长处测吸光度，由标准曲线计算试样中原花青素的含量。显色在1小时内稳定。

3.6 分析结果表述：试样中原花青素测定结果按（1）式计算。

3.6.1 计算：

$$X(\%) = \frac{m_1 \times v \times 1000}{m \times 1000 \times 1000} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

X—试样中原花青素的百分含量，g/100g；

m_1 —反应混合物中原花青素的量，μg；

v—待测样液的总体积，mL；

m—试样的质量，mg。

3.6.2 结果表示：计算结果保留三位有效数字。

3.7 技术参数

3.7.1 相对标准偏差：<10%。

3.7.2 回收率：84.6~94.4%。

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. 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	经挑拣、清洗、烘干、粉碎、提取（分别加8、6、6倍量60%乙醇60~75℃提取3次，每次2h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度180±5℃、出风温度95±2℃）、过筛等主要工艺加工制成
得率	约8%
感官要求	棕色粉末，具有本品特有的滋味和气味
红景天苷，%	≥4.0
目数（过80目），%	≥100
干燥失重，%	≤5.0
炽灼残渣，%	≤6.0
重金属(以Pb计)，mg/kg	≤10
堆积密度，g/mL	0.6~0.8
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. 破壁灵芝孢子粉

项 目	指 标
来源	赤灵芝的孢子粉
制法	经水洗、压滤、粗碎、干燥(热风循环烘箱，温度≤60℃，水分≤7%)、物理破壁(0~10℃，40~50min)、辐照灭菌(⁶⁰ Co，5~6kGy)等工艺制成
破壁率	≥95%
感官要求	棕色均匀粉末状，无异味，无杂质
总三萜，g/100g	≥4
水分，%	≤7.0
灰分，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0

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. 葡萄籽提取物

项 目	指 标
来源	葡萄籽 应符合食品安全国家标准的规定
制法	经提取（加50%乙醇83~88℃回流提取2次，每次2h，第1次8~10倍量、第2次6~8倍量）、回收乙醇、静置、离心、浓缩、萃取（2倍量乙酸乙酯、循环4~5次）、浓缩、真空干燥（≤60℃，0.06~0.08Mpa）、灭菌（120℃、15min）等主要工艺加工制成
得率，%	4.0~4.5
感官要求	红棕色粉末，具有本品固有香气
原花青素，%	≥60
水分，%	≤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
镉（以Cd计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
溶剂残留，%	≤0.05
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