

T

中国医药保健品进出口商会团体标准

T/CCCMHPIE**—2019

植物提取物 灵芝提取物（醇提）

Plant extract----

Ganoderma Lucidum Extract (ethonal extract)

2019 - xx - xx 发布

2019- xx -xx 实施

中国医药保健品进出口商会 发布

前 言

本标准按照GB/T1.1-2009和GB/T20004.1-2016给出的规则起草。

本标准由中国医药保健品进出口商会提出。

本标准由中华人民共和国商务部归口。

本标准起草单位：由福建仙芝楼生物科技有限公司、广州白云山汉方现代药业有限公司、中国医学科学院药物研究所负责起草。

本标准主要起草人：李晔、吴长辉、周岩飞、袁诚、陈若芸、王小妹、曾静凯、康洁、李保明、龙海林、黄样增、周美燕、周有彩、张东磊、张昆。

植物提取物 灵芝提取物（醇提）

1 范围

本标准规定了灵芝提取物（醇提）的技术要求、检验方法、检验规则和产品包装、标签、运输、贮存要求。

本标准适用于以多孔菌科真菌赤芝（*Ganoderma lucidum* (Leyss.ex Fr.) Karst.）为原料，经乙醇提取、浓缩，添加适量辅料，干燥制成的灵芝乙醇提取物。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB 4806.1 食品安全国家标准 食品接触材料及制品通用安全要求

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

《中华人民共和国药典》（2015年版）第四部 通则 0832 水分测定法第二法（烘干法）

《中华人民共和国药典》（2015年版）第四部 通则 0982 粒度和粒度分布测定法第二法（筛分法）

《中华人民共和国药典》（2015年版）第四部 通则 1105 非无菌产品微生物限度检查：微生物计数法

《中华人民共和国药典》（2015年版）第四部 通则 1106 非无菌产品微生物限度检查：控制菌检查法

《中华人民共和国药典》（2015年版）第四部 通则 2302 灰分测定法

《中华人民共和国药典》（2015年版）第四部 通则 2321 铅、镉、砷、汞、铜测定法

3 技术要求

3.1 工艺要求

3.1.1 植物原料

为多孔菌科真菌赤芝（*Ganoderma lucidum* (Leyss.ex Fr.) Karst.）的干燥子实体。

3.1.2 工艺过程

赤芝 → 清洗 → 粉碎 → 提取 → 过滤 → 浓缩 → 添加适量辅料 → 干燥 → 产品

3.2 产品要求

3.2.1 感官要求

应符合表 1 的要求。

表 1 感官要求

项 目	要 求
色 泽	黄棕至棕褐色
滋味与气味	具有本品固有的苦味和香气，无异味
外 观	干燥均匀的粉末，无肉眼可见杂质

3.2.2 理化要求

应符合表 2 的规定。

表 2 理化要求

项 目	指 标	
鉴别	在供试品特征图谱中应有 9 个特征峰，与参照物相应的色谱峰为 S 峰，计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的之±5%之内。规定值为0.65(峰 1)、0.77(峰 2)、0.84(峰 3)、1.00(峰 S)、1.01(峰 4)、1.07(峰 5)、1.11(峰 6)、1.15(峰 7)、1.30(峰 8)	
水分，%	≤6.0	
灰分，%	≤5.0	
粒度（80 目筛通过率），%	≥95	
灵芝三萜（以灵芝酸 A、灵芝酸 B、灵芝酸 C、灵芝酸 C2、灵芝酸 F、灵芝酸 G、灵芝酸 H、赤芝酸 A 和灵芝烯酸 D 等 9 种灵芝酸的总量计），%（按干燥品计）	≥3.5	
重金属及有害元素	铅（Pb），mg/kg	≤5.0
	镉（Cd），mg/kg	≤0.3
	砷（As），mg/kg	≤2.0
	汞（Hg），mg/kg	≤0.2

3.2.3 微生物要求

应符合表3的规定。

表3 微生物要求

项 目	指 标
细菌总数, CFU/g	≤1000
霉菌和酵母菌, CFU/g	≤100
大肠埃希菌, /g	不得检出
沙门氏菌, /10g	不得检出

3.2.4 其他污染物

其他污染物限量要求, 依据不同要求, 应符合我国相关法规的规定。对于出口产品, 应符合出口目的国相关法规的规定。

4 检验方法

4.1 感官检验

开启样品包装后, 立即嗅其气味; 另取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中, 在自然光线下, 观察其色泽、外观, 并检查有无异物。

4.2 理化检验

4.2.1 鉴别

按附录A.2中规定的检测方法进行测定。

4.2.2 水分

按《中华人民共和国药典》(2015年版) 四部通则0832 水分测定法第二法(烘干法)进行测定。

4.2.3 灰分

按《中华人民共和国药典》(2015年版) 四部通则2302 灰分测定法进行测定。

4.2.4 粒度

按《中华人民共和国药典》(2015年版) 四部通则0982 粒度和粒度分布测定法第二法(筛分法)进行测定。

4.2.5 灵芝三萜

按附录A.3中规定的检测方法进行测定。

4.2.6 铅、镉、砷、汞

按《中华人民共和国药典》（2015年版）四部通则2321 铅、镉、砷、汞、铜测定法进行测定。

4.2.7 细菌总数

按《中华人民共和国药典》（2015年版）四部通则1105 非无菌产品微生物限度检查：微生物计数法进行测定。

4.2.8 霉菌和酵母菌

按《中华人民共和国药典》（2015年版）四部通则1105 非无菌产品微生物限度检查：微生物计数法进行测定。

4.2.9 大肠埃希菌

按《中华人民共和国药典》（2015年版）四部通则1106 非无菌产品微生物限度检查：控制菌检查法进行测定。

4.2.10 沙门氏菌

按《中华人民共和国药典》（2015年版）四部通则1106 非无菌产品微生物限度检查：控制菌检查法进行测定。

5 检验规则

5.1 组批

同品种、同等级、同一批投料生产的产品，以同一生产日期为一检验批次。

5.2 出厂检验

5.2.1 产品须逐批检验，检验合格并签发合格证后产品方可出厂。

5.2.2 出厂检验项目：感观、鉴别、水分、灰分、灵芝三萜、细菌总数、霉菌和酵母菌数、大肠埃希菌。

5.3 型式检验

5.3.1 型式检验项目包括本标准中规定的全部项目。

5.3.2 正常生产时每年应进行一次型式检验。

5.3.3 有下列情况之一时须进行型式检验。

- a) 原料来源变动较大时；
- b) 正式投产后，如配方、生产工艺有较大变化，可能影响产品质量时；
- c) 出厂检验与上一次型式检验结果有较大差异时；
- d) 产品停产6个月以上，恢复生产时；

e) 食品安全监督部门提出进行型式检验的要求时。

5.4 判定规则

5.4.1 检验结果全部项目符合本标准规定时，判该批产品为合格品。

5.4.2 检验结果不符合本标准要求时，可以在原批次产品中双倍抽样复检一次，判定以复检结果为准。复检后仍有一项或一项以上不符合标准时，判该批产品为不合格品。

6 包装、标签、运输、贮存

6.1 包装

包装材料应符合 GB 4806.1 食品安全国家标准 食品接触材料及制品通用安全要求。

6.2 标签

6.2.1 包装标签上应标明：产品名称、批号、规格、净含量、执行标准、生产厂名、厂址、产地、生产日期、保质期、贮存条件。

6.2.2 外包装箱体上应标明：防潮、防晒、勿重压、朝上（朝下）等字样或标志。标签内容清晰可见，标签应粘贴牢固。

6.3 运输

运输时必须轻装轻卸，不得与有毒、有害、有异味、易污染物品混装载运，严防挤压、雨淋、暴晒。

6.4 贮存

产品应贮存于阴凉、清洁和干燥的仓库中。堆码距墙壁和地面 20 cm 以上、并有垫隔物。避免与有毒、有害、易腐、易污染等物品一起堆放。

6.5 保质期

在符合规定的贮运条件、包装完整、未经开启封口的情况下，保质期不超过 24 个月。

附 录 A
(规范性附录)
检验方法

A.1 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和GB/T 6682规定的试验用水。实验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

A.2 鉴别

按第 A.3 章规定的方法进行鉴别试验,供试品特征图谱中应用 9 个特征峰,与参照物相应的色谱峰为 S 峰,计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间,其相对保留时间应在规定值的之±5%之内。

A.3 灵芝三萜的测定

A.3.1 方法提要

样品中三萜物质经甲醇提取,采用高效液相色谱法在 257nm 紫外检测,用一测多评法计算灵芝酸A和其他 8 种灵芝酸的含量,按干燥品计,灵芝三萜的含量以 9 种灵芝酸的总量计。

A.3.2 仪器

A.3.2.1 分析天平:感量0.1mg。

A.3.2.2 超声波清洗仪。

A.3.2.3 电热恒温水浴锅。

A.3.2.4 电热烘箱。

A.3.2.5 旋转蒸发仪。

A.3.2.6 高效液相色谱仪。

A.3.3 试剂

A.3.3.1 甲醇:色谱纯。

A.3.3.2 乙腈:色谱纯。

A.3.3.3 甲酸:色谱纯。

A.3.3.4 灵芝酸A:纯度95.0%以上

A.3.3.5 0.04%甲酸水溶液:精密量取甲酸0.4mL,加水定容成1000mL,摇匀,过0.45 μ m滤膜,即得。

A.3.3.6 对照品溶液:取灵芝酸A对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1mL含有0.25mg灵芝酸A的甲醇溶液。

A.3.4 分析步骤

A. 3. 4. 1 对照品溶液的配制

精密量取适量的对照品，用甲醇配制成含量为0.25mg/mL的对照品溶液，充分混匀，用0.45 μ m的微孔膜滤过，取续滤液，即得。

A. 3. 4. 2 供试品溶液的制备

准确称取供试品 0.25g，于具塞锥形瓶中，用 100mL 甲醇超声 45min，滤过，10mL 甲醇洗涤锥形瓶，洗涤液滤过，重复 3 次；滤液旋蒸浓缩，少量甲醇溶解，转移至 25mL 容量瓶，再加少量甲醇洗涤旋蒸瓶，重复 3 次，甲醇定容，充分混匀；用 0.45 μ m 的微孔膜过滤，即得。

A. 3. 4. 3 色谱条件

A. 3. 4. 3. 1 色谱柱：C₁₈-ODS，4.6mm \times 250 mm，5 μ m。

A. 3. 4. 3. 2 柱温：30 $^{\circ}$ C。

A. 3. 4. 3. 3 流速：1.0 mL/min。

A. 3. 4. 3. 4 进样体积：10 μ L。

A. 3. 4. 3. 5 检测波长：257nm。

A. 3. 4. 3. 6 流动相A：乙腈。

A. 3. 4. 3. 7 流动相B：0.04%甲酸水溶液

A. 3. 4. 3. 8 流动相A和流动相B按表A1进行梯度运行。

表 A1 流动相运行梯度条件

时间 (min)	流动相 A (% , v/v)	流动相 B (% , v/v)
0 - 10	20 \rightarrow 25	80 \rightarrow 75
10 - 45	25 \rightarrow 30	75 \rightarrow 70
45 - 65	30 \rightarrow 38	70 \rightarrow 62
65 - 80	38 \rightarrow 38	62 \rightarrow 62
80 - 90	80	20

A. 3. 4. 4 系统适用性

理论塔板数按灵芝酸A峰计算应不低于10000。

A. 3. 4. 5 样品测定

分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各10 μ L，注入高效液相色谱仪，测定，以一测多评法计算。

A. 3. 5 灵芝三萜含量计算

根据所得对照品和供试品的峰面积，分别计算出被测定供试品溶液中各三萜的含量，灵芝三萜的含

量以灵芝酸A、灵芝酸B、灵芝酸C、灵芝酸C2、灵芝酸F、灵芝酸G、灵芝酸H、赤芝酸A和灵芝烯酸D等9种灵芝酸的总量计。供试品中各三萜含量以质量分数W计，数值以%表示，按公式（A.1）计算。

表 A2 相对校正因子表 F

成分	相对保留时间	相对校正因子F
灵芝酸C2	0.65	1.03
灵芝酸G	0.78	1.20
灵芝酸B	0.84	1.16
灵芝酸A	1.00	1.00
灵芝酸H	1.02	1.50
赤芝酸A	1.08	0.97
灵芝烯酸D	1.12	0.59
灵芝酸C	1.16	1.29
灵芝酸F	1.30	1.36

$$W = \frac{A_x \times C_s \times F \times V}{A_s \times M} \times 100 \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

W —样品中灵芝三萜的含量，%；

A_x —样品中相关被分析物峰面积；

A_s —对照品溶液灵芝酸 A 峰面积；

C_s —对照品溶液中灵芝酸 A 浓度(mg/mL)；

F —相对校正因子；

V —供试品溶液体积（mL）；

M —用于制备供试品溶液的灵芝提取物质量(mg)；

附 录 B
(资料性附录)
灵芝三萜液相色谱图

B.1 灵芝酸对照品溶液液相色谱图

灵芝酸A对照品溶液液相色谱图见图B1。

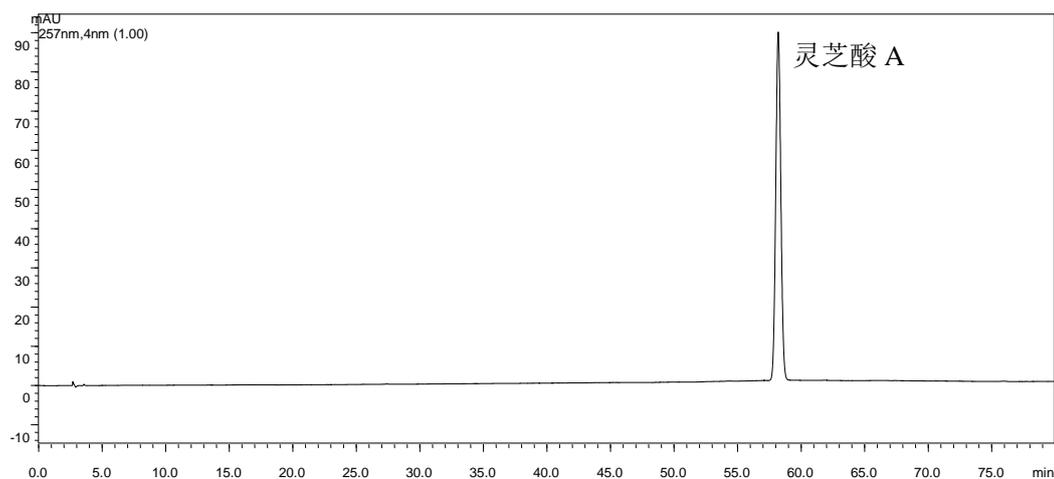
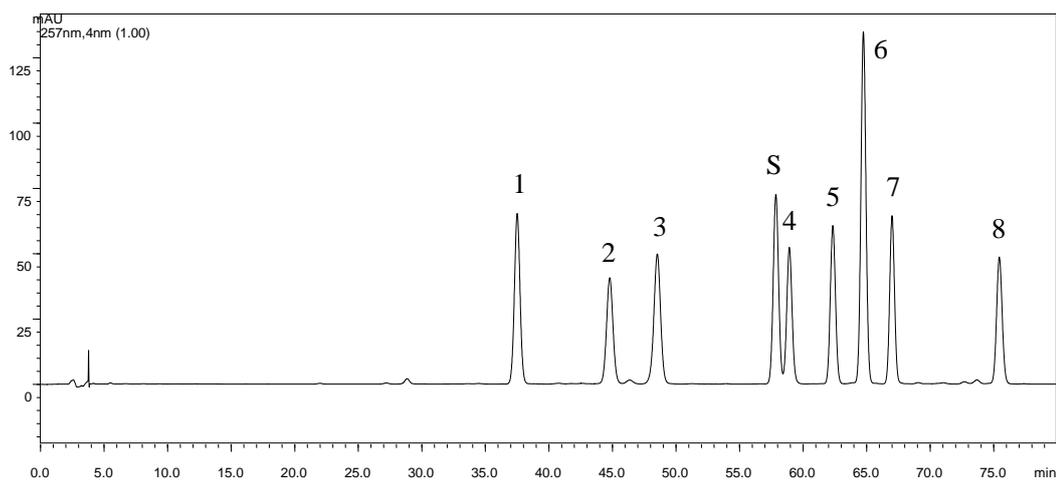


图 B1 灵芝酸 A 对照品溶液液相色谱图

9 种混合灵芝酸对照品溶液液相色谱图见图 B2

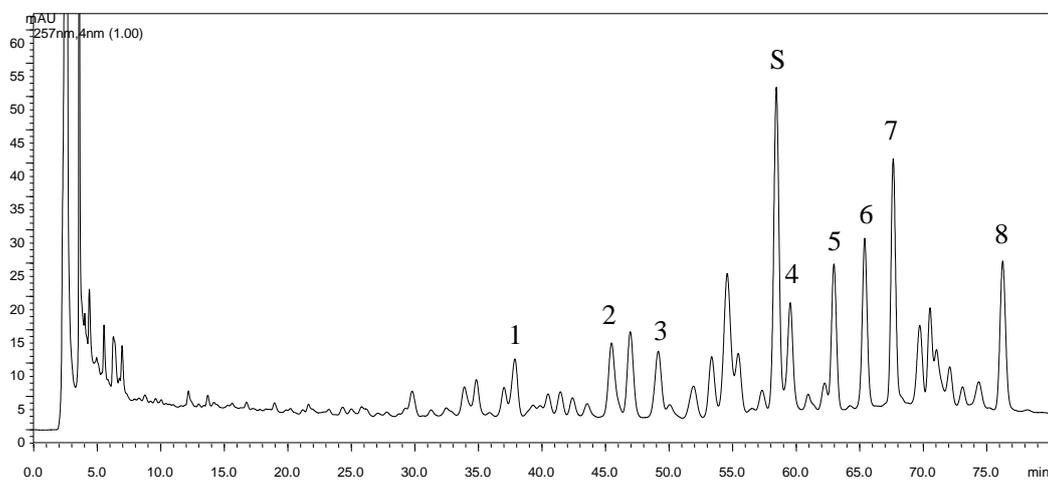


注：1.灵芝酸 C2；2.灵芝酸 G；3.灵芝酸 B；S.灵芝酸 A；4.灵芝酸 H；5.赤芝酸 A；6.灵芝烯酸 D；7.灵芝酸 C；8.灵芝酸 F

图 B2：混合灵芝酸对照品色谱图

B.2 供试品溶液液相色谱图

供试品溶液液相色谱图见图B3



注：1.灵芝酸 C2；2.灵芝酸 G；3.灵芝酸 B；S.灵芝酸 A；4.灵芝酸 H；5.赤芝酸 A；6.灵芝烯酸 D；
7.灵芝酸 C；8.灵芝酸 F

图 B3： 供试品溶液液相色谱图

1)非商业性声明：上述所采用的设备、色谱柱、标准对照品等，涉及具体商业品牌、型号的，仅供参考，无商业目的，鼓励标准使用者尝试使用不同品牌、型号的设备、色谱柱及标准品。
