

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20210223

启慧牌蝙蝠蛾拟青霉人参灵芝胶囊

【原料】 蝙蝠蛾拟青霉菌粉、人参提取物、灵芝提取物

【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】 药品包装用高密度聚乙烯塑料瓶应符合YBB00122002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 | 内容物呈黄棕色至黄褐色 |
| 滋味、气味 | 具本品应有的滋味、气味，无异味 |
| 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, g/100g | ≤9 | GB 5009.3 |
| 灰分, g/100g | ≤9 | 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 |

【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 |
|---------------------------|------|----------|
| 总皂苷（以人参皂苷Re计）， g/100g） | ≥1.2 | 1 总皂苷的测定 |
| 腺苷, mg/100g | ≥140 | 2 腺苷的测定 |

1 总皂苷的测定

1.1 试剂

1.1.1 大孔树脂D-101。

1.1.2 正丁醇：分析纯。

1.1.3 乙醇：分析纯。

1.1.4 中性氧化铝：层析用，100~200目。

1.1.5 人参皂苷Re标准品。

1.1.6 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。

1.1.7 高氯酸：分析纯。

1.1.8 冰乙酸：分析纯。

1.1.9 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。

1.2 仪器

1.2.1 比色计。

1.2.2 层析柱。

1.3 实验步骤

1.3.1 试样处理：称取1.000g左右的试样，精密称定，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。

1.3.2 柱层析：用10mL注射器作层析管，内装3cmD-101大孔吸附树脂，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（见试样处理），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。

1.3.3 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。

1.3.4 标准管：吸取人参皂苷Re标准溶液（2.0mg/mL）100 μ L放蒸发皿中，放在水浴挥干（低于60 $^{\circ}$ C），或热风吹干（勿使过热），以下操作从“准确加入0.2mL5%香草醛冰乙酸溶液”起，余下操作同样品溶液制备。测定吸光度值。

1.4 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；

A₁—被测液的吸光度值；

A₂—标准液的吸光度值；

C—标准管人参皂苷Re的量， μ g；

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。

2 腺苷的测定

2.1 范围

本方法规定了保健食品中腺苷的测定方法。

本方法适用于以冬虫夏草为主要原料的保健食品中腺苷的测定。

本方法的检出限：0.04 μ g。

本方法的线性范围：0.40~60.0 μ g/mL。

2.2 原理：将粉碎的胶囊试样使用乙醇-水进行提取，根据高效液相色谱紫外检测器定性定量检测。

2.3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用双蒸水。

2.3.1 磷酸二氢钾：分析纯。

2.3.2 无水乙醇：优级纯。

2.3.3 甲醇：优级纯。

2.3.4 提取液：乙醇-水=3:2。

2.3.5 腺苷标准溶液：准确称量腺苷标准品0.0100g，加入水溶解并定容至25mL。此溶液每mL含0.4mg腺苷。

2.4 仪器

2.4.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）。

2.4.2 超声波清洗器。

2.4.3 离心机。

2.5 分析步骤

2.5.1 试样处理：取20粒以上胶囊试样进行粉碎混匀，准确称取适量试样（精确至0.001g）于25mL容量瓶中，加入约20mL提取液，超声提取10min。取出后加入提取液定容至刻度，混匀后以3000r/min离心3min。经0.45 μ m滤膜过滤后供液相色谱分析用。

2.5.2 液相色谱参考条件

2.5.2.1 色谱柱：C₁₈柱，4.6 \times 150mm，5 μ m。

2.5.2.2 柱温：室温。

2.5.2.3 紫外检测器：检测波长254nm。

2.5.2.4 流动相：甲醇-0.01mol/L磷酸二氢钾溶液=10:90。

2.5.2.5 流速：1.0mL/min。

2.5.2.6 进样量：10 μ L。

2.5.2.7 色谱分析：取10 μ L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。

2.5.3 标准曲线制备：分别配制浓度为0.400、2.00、4.00、20.0、60.0 μ g/mL腺苷标准溶液，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。

2.5.4 分析结果的表示

$$X = \frac{h_1 \times C \times V \times 100}{h_2 \times m \times 1000}$$

式中:

X—试样中腺苷的含量, mg/100g;

h_1 —试样峰高或峰面积;

C—标准溶液浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V—试样定容体积, mL;

h_2 —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。

【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. 蝙蝠蛾拟青霉菌粉

| 项 目 | 指 标 |
|--------------|---|
| 来源 | 新鲜冬虫夏草菌 <i>Cordyceps sinensis</i> (berk) sacc 中分离所得蝙蝠蛾拟青霉菌 <i>paecilomyces hepial</i> <i>i</i> Chen & Dai |
| 制法 | 经菌种培养(摇瓶培养基、种子培养基、发酵培养基, 将培养基在121℃下消毒灭菌30min)、接种(种子培养温度25~30℃, 培养时间30~40h)、培养发酵(25~30℃、培养时间30~40h)、板框压滤、干燥(温度90±5℃, 时间30~35h)、粉碎过筛、混合、包装等主要工艺加工制成 |
| 感官要求 | 浅棕色至棕色粉末 |
| 腺苷, % | ≥0.18 |
| 甘露醇, % | ≥8.0 |
| 水分, % | ≤7.0 |
| 灰分, % | ≤8.0 |
| 菌落总数, CFU/g | ≤1000 |
| 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. 人参提取物

| 项 目 | 指 标 |
|-------------|--|
| 来源 | 五加科植物人参 <i>Panax ginseng</i> C. A. Mey. 的干燥根和根茎 |
| 制法 | 经提取(10倍量70%乙醇70~80℃提取3次, 每次2h)、过滤、减压回收乙醇至无醇味、继续减压浓缩至相对密度1.20~1.25(60℃测)、减压干燥(真空度0.08MPa, 温度60~70℃)、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成 |
| 提取率(出膏率), % | 约15 |
| | |

| 感官要求 | 黄白色粉末 |
|-----------------|-----------|
| 总皂苷（以人参皂苷Re计），% | ≥10 |
| 粒度 | 100%通过80目 |
| 灰分，% | ≤5.0 |
| 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 |
| 六六六，mg/kg | ≤0.2 |
| 滴滴涕，mg/kg | ≤0.2 |
| 菌落总数，CFU/g | ≤1000 |
| 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. 灵芝提取物

| 项 目 | 指 标 |
|----------------|---|
| 来源 | 多孔菌科真菌赤芝 <i>Ganoderma lucidum</i> Karst或紫芝 <i>Ganoderma sinense</i> Zhao. 的干燥子实体 |
| 制法 | 经提取（8倍量水煮沸提取3次，每次1h）、过滤、减压浓缩（温度60℃，压力-0.08MPa）、减压干燥（温度60℃，压力-0.08MPa）、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成 |
| 提取率（出膏率），% | 约10 |
| 感官要求 | 棕黄色粉末，具本品特有滋味、气味 |
| 多糖（以无水葡萄糖计），% | ≥10 |
| 水分，% | ≤5.0 |
| 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 |
| 六六六，mg/kg | ≤0.2 |
| 滴滴涕，mg/kg | ≤0.2 |
| 菌落总数，CFU/g | ≤1000 |
| 大肠菌群，MPN/g | ≤0.92 |
| 霉菌酵母菌，CFU/g | ≤50 |
| 沙门氏菌 | ≤0/25g |
| 金黄色葡萄球菌 | ≤0/25g |