

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200130

洲龙堂®蝙蝠蛾被毛孢菌丝体含片

- 【原料】 蝙蝠蛾被毛孢菌丝体粉
- 【辅料】 硬脂酸镁
- 【生产工艺】 本品经过筛、制粒、干燥、混合、压片、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】
钠钙玻璃药瓶应符合YBB00272002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	淡黄色，色泽均匀
滋味、气味	具虫草特有气味，微腥
性状	片剂，完整光洁，有适宜的硬度
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	GB 5009.3
灰分，%	≤10	GB 5009.4
溶化性，min	≥10	《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	≤0.1	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）, g/100g	≥2.5	1 粗多糖的测定
腺苷, mg/100g	≥80	2 腺苷的测定

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; 所用水为蒸馏水。

1.1.1 无水葡萄糖

1.1.2 乙醇

1.1.3 苯酚

1.1.4 浓硫酸

1.1.5 4%苯酚溶液: 称取苯酚4.0g, 加水溶解并稀释至100mL, 混匀。

1.1.6 对照品溶液: 称取105℃干燥至恒重的无水葡萄糖对照品60mg, 精密称定, 置100mL容量瓶中, 加水溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得。1mL中含无水葡萄糖0.6mg。

1.2 仪器

1.2.1 紫外可见分光光度计

1.2.2 离心机

1.2.3 恒温水浴锅

1.3 标准曲线的制备: 精密量取对照品溶液0、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0mL, 分别置25mL容量瓶中, 加水至刻度, 摇匀。精密吸取上述各溶液2mL, 置具塞试管中, 分别加4%苯酚溶液1mL, 混匀, 迅速加入硫酸7.0mL, 摇匀, 于40℃水浴中保温30min, 取出, 置冰水浴中放置5min, 取出, 以第一份为空白, 按照紫

外-可见分光光度法，在490nm波长处测定吸光度值，以吸光度值为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

1.4 样品测定：称取样品1.0g，精密称定，置100mL容量瓶中，加水约80mL，置沸水中加热提取30min，立即冷却，加水至刻度，摇匀，以3000r/min离心5min，静置，滤过。精密吸取上清液2mL，加无水乙醇8mL，搅拌约5min，以3000r/min离心5min，弃去上清液，残渣用80%乙醇（v/v）溶液数毫升洗涤，离心后弃去上清液，反复操作2次，残渣用水溶解于25mL容量瓶中，并稀释至刻度。精密量取2mL，照1.3项下的方法，自“加入4%苯酚溶液1mL起”依法测定吸光度值，从标准曲线上读出供试品溶液中无水葡萄糖的重量，计算，即得。

1.5 结果计算

$$X = \frac{M \times V \times V_1}{W \times V_2 \times V_3 \times 10^6} \times 100$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），g/100g；

M—测定液中以葡萄糖计的粗多糖含量，μg；

V—测定用样品测定液总体积，mL；

V₁—样品定容总体积，mL；

V₂—沉淀粗多糖所用样品溶液体积，mL；

V₃—测定用样品溶液体积，mL；

W—样品质量，g。

2 腺苷的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

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：0.04μg。

本方法的线性范围：0.40~60.0μg/mL。

2.2 原理：将粉碎的胶囊、片剂试样使用乙醇-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。

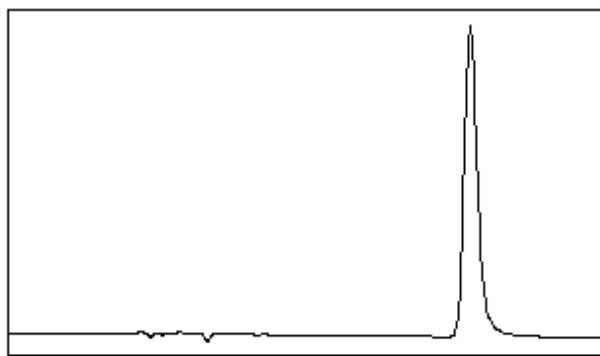
2.5 分析步骤

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0.45μm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，4.6×150mm，5μm。

- 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。



腺苷标准溶液色谱图

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

2.5.4.1 计算

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

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， μ 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。

2.5.4.2 结果表示：计算结果保留三位有效数字。

2.6 技术参数

2.6.1 准确度：方法的回收率在92.7%~98.3%之间。

2.6.2 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 $\pm 10\%$ 。

【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“片剂”的规定。

【原辅料质量要求】

- 蝙蝠蛾被毛孢菌丝体粉：应符合WS₃₋₁₈₁（Z-60）-2006（Z）-2010《发酵冬虫夏草菌粉》的规定。
 - 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-