

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200241

铂健牌蝙蝠蛾拟青霉黄芪胶囊

- 【原料】 蝙蝠蛾拟青霉菌丝体粉、金荞麦提取物、黄芪提取物、灵芝提取物、刺五加提取物、人参提取物
- 【辅料】 无
- 【生产工艺】 本品经混合、装囊、包装、辐照灭菌（⁶⁰Co，4.0kGy）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】 聚乙烯瓶应符合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	内容物呈浅棕色
滋味、气味	微涩，具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁；内容物为均匀粉末
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	≤9.0	GB 5009.3
灰分，g/100g	≤8.0	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	≤0.1	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

【功效成分含量测定】 应符合表4的规定。

表4 功效成分含量测定

项 目	指 标	检测方法
总皂苷, g/100g	≥1.0	1 总皂苷的测定
腺苷, mg/100g	≥50.0	2 腺苷的测定

1 总皂苷的测定

1.1 试剂

1.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂, Sigma化学公司、U. S. A.。

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: 购自中国食品药品检定研究院。

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左右的胶囊内容物, 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3cmAmberlite-XAD-2大孔树脂，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1.3.1），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）100μL放蒸发皿中，放在水浴挥干（低于60℃），或热风吹干（勿使过热），以下操作从“1.3.2柱层析…”起，与试样相同。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，μg；

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。

本方法的检出限：0.04μg。

本方法的线性范围：0.40~60.0μg/mL。

2.2 原理：将胶囊试样粉碎，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0.45μm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：10μL。
- 2.5.2.7 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。
- 2.5.3 标准曲线制备：分别配制浓度为0.400、2.00、4.00、20.0、60.0μg/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；
- 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。

- 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±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“胶囊剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 蝙蝠蛾拟青霉菌丝体粉

项 目	指 标
来源	蝙蝠蛾拟青霉菌丝体 (<i>Hirsytella hepiali</i> <i>Chen et Dai, sp. nov</i>)
制法	经干燥（≥90℃）、粉碎、过筛、包装等主要工艺制成
感官要求	棕色至棕褐色粉末，有本品特有的味道，无正常视力可见外来异物
鉴别	应呈正反应
腺苷，mg/100g	≥180.0
D-甘露醇，mg/100g	≥7.0
粒度	100%通过80目
水分，%	≤7.0
重金属，mg/kg	≤10
总砷（以As计），mg/kg	≤0.2
细菌总数，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. 金荞麦提取物

项 目	指 标
来源	金荞麦 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（10倍量水回流提取3次，每次3.5h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度180~200℃、出风温度90~100℃）、包装等主要工艺制成
得率，%	约10
感官要求	浅棕色粉末，有金荞麦特有的味道，无正常视力可见外来异物
鉴别	应呈正反应
黄酮（UV），%	≥2.0
粒度	100%通过80目
干燥失重，%	≤8.0
重金属，mg/kg	≤10
总砷（以As计），mg/kg	≤0.2
细菌总数，CFU/g	<1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌及酵母菌，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

3. 黄芪提取物

项 目	指 标
来源	黄芪（ <i>Astragali Radix</i> ） 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（8倍量水回流提取3次，每次3h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度180~200℃、出风温度90~100℃）、包装等主要工艺制成
得率，%	约10
感官要求	淡黄色至棕色粉末，有黄芪特有的味道，无正常视力可见外来异物
鉴别	应呈正反应
黄芪甲苷（HPLC），%	≥0.3
粒度	100%通过80目
干燥失重，%	≤8.0
重金属，mg/kg	≤10
总砷（以As计），mg/kg	≤0.2
细菌总数，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

4. 灵芝提取物

项 目	指 标
来源	灵芝（ <i>Ganoderma</i> ） 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（12倍量水回流提取3次，每次2h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度180~200℃、出风温度90~100℃）、包装等主要工艺制成
得率，%	约10
感官要求	浅棕色粉末，有灵芝特有的味道，无正常视力可见外来异物
鉴别	应呈正反应

灵芝多糖, % UV	≥10
粒度	100%通过80目
干燥失重, %	≤8.0
重金属, mg/kg	≤10
总砷（以As计）, mg/kg	≤0.2
细菌总数, CFU/g	<1000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌及酵母菌, CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

5. 刺五加提取物

项 目	指 标
来源	刺五加 (<i>Acanthopanax senticosi Radix et Rhizoma seu caulis</i>) 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（12倍量水回流提取3次，每次3h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度180~200℃、出风温度90~100℃）、包装等主要工艺制成
得率, %	约10
感官要求	棕黄色粉末，有刺五加特有的味道，无正常视力可见外来异物
鉴别	应呈正反应
刺五加甙B+E（HPLC），%	≥0.5
粒度	100%通过80目
干燥失重, %	≤8.0
重金属, mg/kg	≤10
总砷（以As计）, mg/kg	≤0.2
细菌总数, CFU/g	<1000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌及酵母菌, CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

6. 人参提取物

项 目	指 标
来源	人参 (<i>Ginseng Radix et Rhizoma</i>) 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（8倍量乙醇回流提取3次，每次3h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度180~200℃、出风温度90~100℃）、包装等主要工艺制成
得率, %	约10
感官要求	黄褐色粉末，有人参特有的味道，无正常视力可见外来异物
鉴别	应呈正反应
人参皂苷（以Re计），%	≥10
粒度	100%通过80目
干燥失重, %	≤8.0
重金属, mg/kg	≤10
总砷（以As计）, mg/kg	≤0.2
细菌总数, 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

溶剂残留（乙醇），mg/kg	≤10
----------------	-----