

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200350

鹏鹄牌三七西洋参蝙蝠蛾拟青霉菌粉胶囊

- 【原料】 蝙蝠蛾拟青霉菌丝体粉、西洋参、三七
- 【辅料】 硬脂酸镁
- 【生产工艺】 本品经辐照灭菌（西洋参、三七，⁶⁰Co，6kGy）、粉碎、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】 包装用瓶应符合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	内容物呈土黄色
滋味、气味	味甘苦，具有本品特有的香气，无异味
性状	硬胶囊，外观光滑、整洁，无粘结、变形或破裂，内容物为粉末，久存允许含块状物
杂质	无肉眼可见外来杂质

【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，%	≤8	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
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
腺苷，mg/100g	≥100	1 腺苷的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥2	2 总皂苷的测定

1 腺苷的测定

1.1 原理：将胶囊内容物试样使用水进行提取，根据高效液相色谱法定性定量检测。

1.2 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用双蒸水。

1.2.1 磷酸二氢钾：分析纯。

1.2.2 无水乙醇：优级纯。

1.2.3 甲醇：优级纯。

1.2.4 提取液：乙醇-水=3:2。

1.2.5 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。

1.3 仪器

1.3.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）。

1.3.2 超声波清洗器。

1.3.3 离心机。

1.4 分析步骤

1.4.1 试样处理：取混合均匀胶囊内容物0.500g（相当于含腺苷约0.5mg，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。

1.4.2 液相色谱参考条件

1.4.2.1 色谱柱：C₁₈柱，4.6×150mm，5μm。

1.4.2.2 柱温：室温。

1.4.2.3 紫外检测器：检测波长254nm。

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

1.4.2.5 流速：1.0mL/min。

1.4.2.6 进样量：10μL。

1.4.2.7 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。

1.4.3 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。

1.4.4 结果计算

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

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。

计算结果保留三位有效数字。

2 总皂苷的测定

2.1 试剂

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

2.1.2 正丁醇：分析纯。

2.1.3 乙醇：分析纯。

2.1.4 中性氧化铝：层析用，100~200目。

2.1.5 人参皂苷Re：购自中国食品药品检定研究院。

2.1.6 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。

2.1.7 高氯酸：分析纯。

2.1.8 冰乙酸：分析纯。

2.1.9 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。

2.2 仪器

2.2.1 比色计。

2.2.2 层析柱。

2.3 实验步骤

2.3.1 试样处理：称取1.000g左右的试样，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。

2.3.2 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

2.3.1)，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。

2.3.3 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。

2.3.4 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“2.3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

2.4 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。

【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
制法	经组合培养基（葡萄糖、白砂糖、黄豆饼粉、磷酸二氢钾、硫酸镁、水）灭菌（121℃，30min）、深层发酵培养（25℃±1℃，搅拌转速180r/min，控制压力0.05±0.01MPa，通气1:0.5V/V/min）、过滤、收集菌丝体、干燥（85~95℃，水分≤7%）、粉碎、过筛、混合（30min）分装等主要工艺加工制成
感官要求	浅棕色粉末，具有本品特有的香味，味微苦，无异味，无杂质
多糖（以无水葡萄糖计），g/100g	≥4
甘露醇类物质，g/100g	≥8
腺苷，mg/100g	≥180
蛋白质，%	≥25
细度（通过80目筛），%	≥80
水分，%	≤7
灰分，%	≤8
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

菌落总数，CFU/g	≤30000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠菌群，MPN/g	≤0.3
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

2. 西洋参、三七：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

3. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
