

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190133

易德堂牌蝙蝠蛾被毛孢灵芝黄精胶囊

- 【原料】 蝙蝠蛾被毛孢菌丝体粉、黄精提取物、灵芝提取物
- 【辅料】 玉米淀粉、硬脂酸镁
- 【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】 口服固体药用高密度聚乙烯瓶应符合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	内容物呈黄棕色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，外观完整光洁，无粘结、变形、囊壳破裂等现象；内容物为粉末状
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，%	≤5	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
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（以葡聚糖计）， g/100g	≥2.0	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 原理：样品中相对分子量大于 1×10^4 的高分子物质在80%乙醇溶液中沉淀，与水溶液中单糖和低聚糖分离，用碱性二价铜试剂选择性地从其他高分子物质中沉淀具有葡聚糖结构的多糖，用苯酚-硫酸反应，以碳水化合物形式比色测定其含量，其显色强度与粗多糖中葡聚糖的含量成正比，以此计算样品中粗多糖的含量。

1.2 仪器

1.2.1 分光光度计

1.2.2 离心机（3000r/min）

1.2.3 漩涡混合器

1.3 试剂

除特殊注明外，本方法所用试剂均为分析纯；所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

1.3.1 乙醇溶液（80%）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

1.3.2 氢氧化钠溶液（100g/L）：称取100g氢氧化钠，加水溶解并稀释至1L。加入固体无水硫酸钠至饱和，备用。

1.3.3 铜试剂储备液：称取3.0g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、30.0g枸橼酸钠，加水溶解并稀释至1L，混匀，备用。

1.3.4 铜试剂溶液：取铜试剂储备液50mL，加水50mL混匀后加入无水硫酸钠12.5g并使其溶解，临用现配。

1.3.5 洗涤液：取水50mL，加入10mL铜试剂溶液、50mL氢氧化钠溶液，混匀。

- 1.3.6 硫酸溶液（10%）：取100mL浓硫酸加入到800mL左右水中，混匀，冷却后稀释至1L。
- 1.3.7 苯酚溶液（50g/L）：称取精制苯酚5.0g，加水溶解并稀释至100mL，混匀。溶液置冰箱中可保存1个月。
- 1.3.8 葡聚糖标准储备液：准确称取相对分子量 5×10^5 、已干燥至恒重的葡聚糖标准品0.5000g，加水溶解并定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液1mL含葡聚糖10.0mg。
- 1.3.9 葡聚糖标准使用液：吸取葡聚糖标准储备液1.0mL，置于100mL容量瓶中，加水至刻度，混匀，置冰箱中保存。此溶液1mL含葡聚糖0.10mg。
- 1.4 样品处理
- 1.4.1 样品提取：精密称量样品内容物2.0g，置于100mL容量瓶中，加水80mL，置沸水浴上加热2h，冷却至室温后补加水至刻度，混匀，弃去初滤液，收集续滤液供沉淀粗多糖。
- 1.4.2 沉淀粗多糖：准确量取1.4.1项下续滤液5.0mL，置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀5min后以3000r/min离心5min，弃上清液，残渣用80%（v/v）乙醇溶液数毫升洗涤，离心后弃去上清液，反复操作3~4次。残渣用水溶解并定容至5.0mL，混匀后供沉淀葡聚糖用。
- 1.4.3 沉淀葡聚糖：准确吸取1.4.2项下终溶液2mL，置于20mL离心管中，加入100g/L氢氧化钠溶液2.0mL、铜试剂溶液2.0mL，置沸水浴中煮沸2min，冷却，以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用洗涤液数毫升洗涤，离心后弃去上清液，反复操作3次，残渣用10%（v/v）硫酸溶液2.0mL溶解并转移至50mL容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。此溶液为样品测定液。
- 1.5 标准曲线的绘制：准确吸取葡聚糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL（分别相当于葡聚糖0、0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10mg），分别置于25mL比色管中，准确补充水至2.0mL，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，于漩涡混合器上混匀，小心加入浓硫酸10.0mL，于漩涡混合器上小心混匀，置沸水浴中煮沸2min，冷却后用分光光度计于485nm波长处，以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值。以葡聚糖浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。
- 1.6 样品测定：准确吸取样品测定液2.0mL，置于25mL比色管中，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，于漩涡混合器上混匀，小心加入硫酸10.0mL，于漩涡混合器上小心混匀，置沸水浴中煮沸2min，冷却至室温，用分光光度计于485nm波长处，以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值。从标准曲线上查得相应含量，计算粗多糖含量。
- 1.7 结果计算

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times V_1 \times V_3 \times V_5}{m_3 \times V_2 \times V_4 \times V_6}$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡聚糖计），mg/g；

m_1 —样品测定液中葡聚糖的质量，mg；

m_2 —样品空白液中葡聚糖的质量，mg；

m_3 —样品质量，g；

V_1 —样品提取液总体积，mL；

V_2 —沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；

V_3 —粗多糖溶液体积，mL；

V_4 —沉淀葡聚糖所用粗多糖溶液体积，mL；

V_5 —样品测定液总体积，mL；

V_6 —测定用样品测定液体积，mL。

2 腺苷的测定

2.1 原理：试样用乙醇-水进行提取，根据高效液相色谱紫外检测器定性定量检测。

2.2 试剂

2.2.1 磷酸二氢钾：分析纯。

- 2.2.2 无水乙醇：优级纯。
- 2.2.3 甲醇：优级纯。
- 2.2.4 水：纯化水及以上。
- 2.2.5 提取液：乙醇-水（3:2）。
- 2.2.6 腺苷标准溶液：准确称取腺苷对照品0.0100g，加入水溶解并定容至25mL，此溶液每1mL含腺苷0.4 mg。
- 2.3 仪器
- 2.3.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器。
- 2.3.2 电子天平：感量0.1mg及以上。
- 2.3.3 超声波清洗器。
- 2.3.4 离心机。
- 2.4 试样处理：取本品内容物，研细，混匀，准确称取适量，置25mL（V）容量瓶中，加入约20mL提取液，超声提取10min，取出，放冷，加提取液定容至刻度，摇匀，离心（3000rpm，3min）。经0.45μm滤膜过滤后供液相色谱分析用。
- 2.5 色谱条件
- 2.5.1 色谱柱：C₁₈色谱柱 4.6×150mm，5μm，或性能相当的色谱柱。
- 2.5.2 柱温：室温。
- 2.5.3 紫外检测器：检测波长254nm。
- 2.5.4 流动相：甲醇-0.01mol/L磷酸二氢钾溶液=10:90。
- 2.5.5 流速：1.0mL/min。
- 2.5.6 进样量：10μL。
- 2.6 测定：精密吸取10μL腺苷对照品溶液及试样溶液，注入液相色谱仪，以保留时间定性，峰面积与标准比较定量。
- 2.7 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，依法测定，以腺苷标准溶液中腺苷的浓度为横坐标，相应的峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。
- 2.8 结果计算

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

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—标准溶液峰面积，mL；
- m—试样称取量，g。

【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. 蝙蝠蛾被毛孢菌丝体粉

项 目	指 标
来源	中国被毛孢 <i>Hirsutella sinensis</i> Liu, Guo, Yu&Zeng（曾用名蝙蝠蛾被毛孢 <i>Hirsutella hepiali</i> Chen et Shen）

制法	经发酵（25±3℃）、分离、干燥（90±5℃，水分≤6%）、粉碎、混合、包装等主要工艺制成。
感官要求	土黄色至棕褐色粉末，具本品特有的滋味、气味，无异味，无正常视力可见外来异物
腺苷，mg/100g	≥180
甘露醇，g/100g	≥6.0
水分，%	≤8.0
灰分，%	≤8.0
粒度	80目筛的通过率≥90%
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
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

2. 黄精提取物

项 目	指 标
来源	百合科植物滇黄精、黄精或多花黄精 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（15倍量水95±5℃浸提4h）、减压浓缩、醇沉（乙醇浓度达到75~80%，v/v）、减压干燥（60~80℃，-0.06~-0.1MPa，水分≤5%）、粉碎、包装等主要工艺制成。
提取率（或得率），%	12
感官要求	棕色粉末，具本品特有的滋味、气味，无正常视力可见外来异物
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥20
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
粒度	80目筛的通过率≥90%
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	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤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> 、紫芝 <i>Ganoderma sinense</i> 或松杉灵芝 <i>Ganoderma tsugae</i> 的干燥子实体 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（8倍量水95±5℃煎煮2次，每次1h）、减压浓缩、减压干燥（60～80℃、-0.06～-0.1MPa，水分≤5%）、粉碎、包装等主要工艺制成。
提取率（或得率），%	6
感官要求	棕色粉末，具本品特有的滋味、气味，无正常视力可见外来异物
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥5
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
粒度	80目筛的通过率≥90%
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	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

4. 玉米淀粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

5. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

确认打印

显示OFFICE编辑区

返回上一页修改