

国家市场监督管理总局  
保健食品产品技术要求

国食健注G20050810

正信<sup>®</sup>蝙蝠蛾拟青霉灵芝孢子粉胶囊

【原料】 蝙蝠蛾拟青霉菌丝体、灵芝孢子粉

【辅料】

无

【生产工艺】 本品经提取（蝙蝠蛾拟青霉菌丝体，加10倍水煎煮提取2次，每次2h）、过滤、浓缩、破壁（灵芝孢子粉）、混合、减压干燥（0.08MPa，80℃）、粉碎、过筛、微波灭菌（2450MHz，2min）、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	内容物呈棕色
滋味、气味	具本品特有的气味及滋味，无异味
状态	硬胶囊，内容物为粉末，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	≤7.0	GB 5009.3
灰分, g/100g	≤5.0	GB 5009.4
崩解时限, min	≤30	《中华人民共和国药典》
铅(以Pb计), mg/kg	≤1.5	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

【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, g/100g	≥0.076	1 腺苷的测定
粗多糖（以葡聚糖计）, g/100g	≥1.71	2 粗多糖的测定

## 1 腺苷的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

### 1.1 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。

1.2 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。

### 1.3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用双蒸水。

1.3.1 磷酸二氢钾：分析纯。

1.3.2 无水乙醇：优级纯。

1.3.3 甲醇：优级纯。

1.3.4 提取液：乙醇-水=3:2。

1.3.5 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。

### 1.4 仪器

1.4.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）。

1.4.2 超声波清洗器。

1.4.3 离心机。

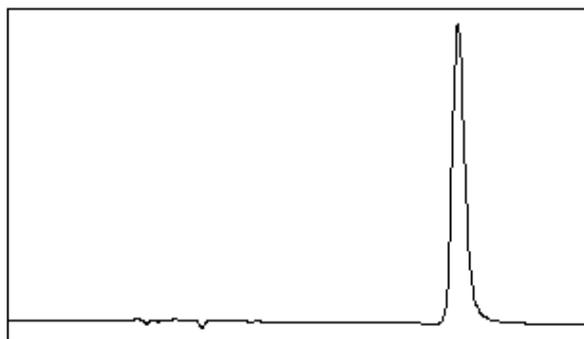
### 1.5 分析步骤

1.5.1 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。

#### 1.5.2 液相色谱参考条件

1.5.2.1 色谱柱：C<sub>18</sub>柱，4.6×150mm，5μm。

- 1.5.2.2 柱温：室温。
- 1.5.2.3 紫外检测器：检测波长254nm。
- 1.5.2.4 流动相：甲醇-0.01mol/L磷酸二氢钾溶液=10:90。
- 1.5.2.5 流速：1.0mL/min。
- 1.5.2.6 进样量：10 $\mu$ L。
- 1.5.2.7 色谱分析：取10 $\mu$ 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

1.5.3 标准曲线制备：分别配制浓度为0.400、2.00、4.00、20.0、60.0 $\mu$ 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。

1.5.4 分析结果的表示

1.5.4.1 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， $\mu$ 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。

1.5.4.2 结果表示：计算结果保留三位有效数字。

1.6 技术参数

1.6.1 准确度：方法的回收率在92.7%~98.3%之间。

1.6.2 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 $\pm 10\%$ 。

## 2 粗多糖的测定

2.1 主要仪器

2.1.1 分光光度计

2.1.2 离心机(3000r/min)

2.1.3 旋转混匀器

2.2 试剂

除特殊注明外，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。

2.2.1 乙醇溶液(80%)：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

2.2.2 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。

2.2.3 铜储备液：称取3.0gCuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O、30.0g柠檬酸钠，加水溶解并稀释至1L，混匀，备用。

2.2.4 铜试剂溶液：取铜储备液50mL，加水50mL，混匀后加入固体无水硫酸钠12.5g并使其溶解。临用新配。

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

2.2.6 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。

2.2.7 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。

2.2.8 葡聚糖标准储备液：准确称取相对分子量 $5 \times 10^5$ 、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。

2.2.9 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。

### 2.3 样品处理

2.3.1 样品提取：称取固体样品2.0g，置于100mL容量瓶中，加水8mL左右，于沸水浴上加热2h，冷却至室温后补加水至刻度，混匀后，过滤，弃去初滤液，收集续滤液供沉淀粗多糖。

2.3.2 沉淀粗多糖：准确吸取3.1.3.1项续滤液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，弃去上清液。残渣用80% (v/v)乙醇溶液数毫升洗涤，离心后弃上清液，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。

2.3.3 沉淀葡聚糖：准确吸取3.1.3.2项终溶液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，于沸水浴中煮沸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。

2.4 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(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，在旋转混匀器上混匀，小心加入浓硫酸10.0mL，于旋转混匀器上小心混匀，置沸水浴中煮沸2min，冷却后用分光光度计在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，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

2.5 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，在旋转混匀器上混匀，小心加入浓硫酸10.0mL，于旋转混匀器上小心混匀，置沸水浴中煮沸2min，冷却至室温，用分光光度计在485nm波长处，以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值。从标准曲线上查出葡聚糖含量，计算样品中粗多糖含量。同时做样品空白实验。

### 2.6 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。

#### 【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：应符合中华人民共和国卫生部标准WS3-C1-0001-95(Z)《发酵虫草菌粉》(Cs-4)的规定。

2. 灵芝孢子粉

项 目	指 标
来源	灵芝Ganoderma lucidum的孢子粉
	经过筛、除杂、烘干(水分 $\leq 7.0\%$ )、粉碎、过

制法	筛、包装等主要工艺加工制成
感官要求	棕色均匀粉末，不得有结块现象，具有本品特有的 气味及滋味，无异味，无正常视力可见外来异物
水分，%	$\leq 7$
灰分，%	$\leq 3$
粗多糖（以葡聚糖计），g/100g	$\geq 0.45$
铅（以Pb计），mg/kg	$\leq 2.0$
总砷（以As计），mg/kg	$\leq 1.0$
总汞（以Hg计），mg/kg	$\leq 0.3$

3. 明胶空心胶囊：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

---