

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20060068

佳芝牌人参灵芝孢子粉胶囊

【原料】 灵芝孢子粉、人参、蝙蝠蛾拟青霉菌丝体粉

【辅料】

无

【生产工艺】 本品经干燥、粉碎、过筛、混合、装囊、包装、辐照灭菌（⁶⁰Co，4KGy）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的要求。

【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	具本品特有滋味、气味
状态	硬胶囊，完整光洁、无粘结、无破裂，内容物为粉末状；无肉眼可见杂质

【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，%	≤5	GB 5009.4
崩解时限，min	≤20	《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	<0.002	GB/T 5009.19

滴滴涕, mg/kg	<0.006	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
总皂苷（以人参皂苷Re计），mg/100g	≥310	1 总皂苷的测定
粗多糖（以葡萄糖计），mg/100g	≥800	2 粗多糖的测定
腺苷，mg/100g	≥32.7	3 腺苷的测定

1 总皂苷的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

1.1 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

1.3.1.1 固体试样: 称取1.000g左右的试样（根据试样含人参量定），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。

1.3.1.2 液体试样: 含乙醇的补酒类保健食品, 吸取1.0mL试样放水浴挥干, 用水浴溶解残渣, 用此液进行柱层析。

非乙醇类的液体试样: 吸取1.0mL试样（假如浓度高、或颜色深, 需稀释一定体积后再取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 粗多糖的测定

2.1 原理：样品中分子量大于10000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的从其它高分子物质中沉淀具有葡聚糖结构的水溶性多糖，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，以葡萄糖为标准参照物并以此计算样品中粗多糖含量。

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 铜储备溶液：称取3.0g CuSO₄·5H₂O、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：取铜储备溶液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 葡萄糖标准储备液：准确称取已干燥至恒重的无水葡萄糖标准品0.5000g，加水溶解并定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液1mL含葡萄糖10.0mg。

2.2.9 葡萄糖标准使用液：吸取葡萄糖标准储备液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含葡萄糖0.10mg。

2.3 仪器

2.3.1 分光光度计

2.3.2 离心机：3000r/min

2.3.3 旋转混匀器

2.4 标准曲线的绘制：准确吸取葡萄糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL（相当于葡萄糖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。以葡萄糖浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

2.5 样品处理

2.5.1 样品提取：称取混合均匀的固体样品2.0g，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，于沸水浴上加热2 h，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。

2.5.2 沉淀粗多糖：准确吸取2.5.1项终滤液5.0mL，置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混合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，供沉淀葡萄糖。

2.5.3 沉淀葡萄糖：准确吸取2.5.2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，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。

2.6 样品的测定：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萄糖含量，计算样品中粗多糖含量。同时做样品空白试验。

2.7 结果计算

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

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），mg/g；

m_1 —样品测定液中葡萄糖质量，mg；

m_2 —样品空白液中葡萄糖质量，mg；

m—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 —沉淀葡萄糖所用粗多糖溶液体积，mL；

V_5 —样品测定液总体积，mL；

V_6 —测定用样品测定溶液体积，mL。

3 腺苷的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

3.1 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：0.04 μ g。

本方法的线性范围：0.40~60.0 μ g/mL。

3.2 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。

3.3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用双蒸水。

3.3.1 磷酸二氢钾：分析纯。

3.3.2 无水乙醇：优级纯。

3.3.3 甲醇：优级纯。

3.3.4 提取液：乙醇-水=3:2。

3.3.5 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。

3.4 仪器

3.4.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）。

3.4.2 超声波清洗器。

3.4.3 离心机。

3.5 分析步骤

3.5.1 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。

3.5.2 液相色谱参考条件

3.5.2.1 色谱柱：C₁₈柱，4.6×150mm，5μm。

3.5.2.2 柱温：室温。

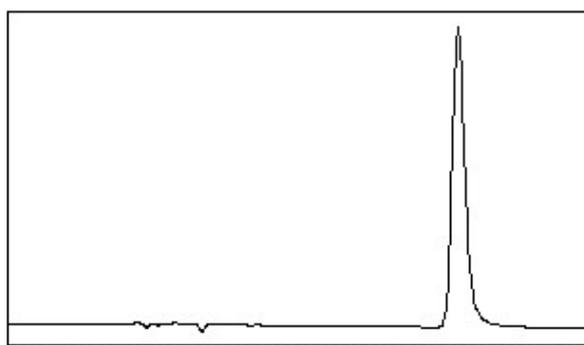
3.5.2.3 紫外检测器：检测波长254nm。

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

3.5.2.5 流速：1.0mL/min。

3.5.2.6 进样量：10μL。

3.5.2.7 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。



腺苷标准溶液色谱图

3.5.3 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。

3.5.4 分析结果的表示

3.5.4.1 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。

3.5.4.2 结果表示：计算结果保留三位有效数字。

3.6 技术参数

3.6.1 准确度：方法的回收率在92.7%~98.3%之间。

3.6.2 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. 灵芝孢子粉

灵芝孢子粉质量要求

项 目	指 标
来源	孢子粉原料
制法	经粗选（100目）、气流分析（400~500目）、粉碎（40目）、烘干（60度）、包装等主要工艺加工制成。
得率，%	37~40

感官要求	棕色或深棕色，粉末，味微苦、无异味，无肉眼可见的杂质
多糖含量，%	≥1
水分，%	<8
灰分，%	<3
粒度（过40目筛剩余物），%	≤5
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.01
农药残留量，ppm	≤5
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤25
金黄色葡萄球菌	不得检出
沙门氏菌	不得检出
志贺氏菌	不得检出
溶血性链球菌	不得检出

2. 人参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

3. 蝙蝠蛾拟青霉菌丝体粉

蝙蝠蛾拟青霉菌丝体粉质量要求

项 目	指 标
来源	新鲜冬虫夏草中分离所得的虫草菌-蝙蝠蛾拟青霉菌
制法	经配置种子培养基、灭菌（0.1MPa，121℃、30min）、种子培养、配置发酵培养料、灭菌（0.1MPa，121℃、30min）、发酵培养（菌种温度恒温24℃~26℃，48~50h）、压滤、干燥（90±5℃、30~35h）、粉碎、混合（30min）、包装等主要工艺加工制成。
得率，%	1.5~3
感官要求	浅棕褐色粉末，气香，味微苦
腺苷含量，%	>0.14
水分，%	<9
灰分，%	<5
粒度，目	80~120
铅（以Pb计），mg/kg	<1.5
总砷（以As计），mg/kg	<1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	<0.3
六六六，mg/kg	<0.1
滴滴涕，mg/kg	<0.1
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤25
金黄色葡萄球菌	不得检出
沙门氏菌	不得检出
志贺氏菌	不得检出
溶血性链球菌	不得检出

4. 明胶空心胶囊：应符合《中华人民共和国药典》的规定。