

附2

国家市场监督管理总局  
保健食品产品技术要求

国食健注G20100519

神华维康牌蝙蝠蛾拟青霉菌丝体胶囊

【原料】 蝙蝠蛾拟青霉菌丝体粉

【辅料】 无

【生产工艺】 本品经过筛、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	内容物呈棕黄色至棕褐色
滋味、气味	微甘，具中药香味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，无黏连、变形和破裂；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, g/100g	≤9.0	GB 5009.3
灰分, g/100g	≤9.0	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	≤1000	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	≥0.16	1 腺苷的测定
甘露醇, g/100g	≥8.0	2 甘露醇的测定

## 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

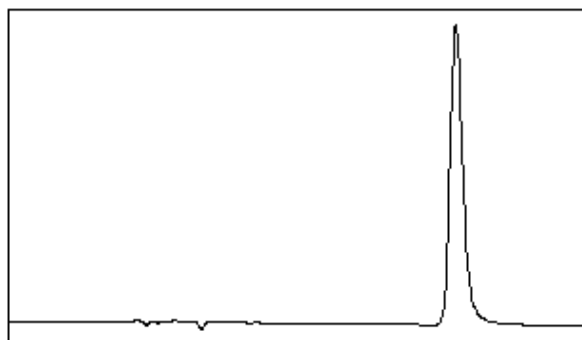
1.5.1 试样处理：取20粒以上片剂或胶囊试样进行粉碎混匀，准确称取适量试样（精确至0.001g）于25mL容量瓶中，加入约20mL提取液，超声提取10min。取出后加入提取液定容至刻度，混匀后以3000r/min离心3min。经0.45μm滤膜过滤后供液相色谱分析用。

#### 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 甘露醇的测定

2.1 原理：利用高碘酸将甘露醇氧化成甲醛，产生的碘酸和过量的高碘酸与碘化钾作用，游离出来的单质碘用硫代硫酸钠滴定，与空白试验值之差求出含量。

2.2 试剂

2.2.1 无水乙醇

2.2.2 高碘酸钠溶液：取硫酸溶液（1 $\rightarrow$ 20）90mL与高碘酸钠溶液（1 $\rightarrow$ 1000）110mL混合。

2.2.3 碘化钾试液

2.2.4 硫代硫酸钠溶液（0.02mol/L）

2.3 分析步骤

2.3.1 供试品溶液的制备：取本品内容物2g，精密称定，置50mL圆底烧瓶中，加50%乙醇20mL，密塞，称定重量（精确至0.01g）。置水浴上回流2h，冷却后，取下烧瓶，称重，用50%乙醇补足缺失重量，摇匀，用干燥滤纸滤过，弃去初滤液，取续滤液作为供试品溶液。

2.3.2 甘露醇类物质的测定：精密量取供试品溶液2.0mL，置10mL容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，精密量取2.0mL，置碘量瓶中，精密加入高碘酸钠溶液25mL，置水浴上加热15min，放冷，加碘化钾试液5mL，密塞，放置5min，用硫代硫酸钠溶液（0.02mol/L）滴定，至近终点时，加淀粉指示液1mL，继续滴至蓝色消失，并将滴定结果用空白试验校正。每1mL的硫代硫酸钠溶液（0.02mol/L）相当于0.3643mg甘露醇

( $C_6H_{14}O_6$ )，按公式计算甘露醇含量(%)。

## 2.4 结果计算

$$\text{甘露醇}(\%) = \frac{F \times (V_C - V_1) \times T}{W/D \times 1000} \times 100\%$$

式中：

$$F = C_1 / C_2$$

F—滴定液浓度校正因子；

$C_1$ —硫代硫酸钠实际摩尔浓度，mol/L；

$C_2$ —硫代硫酸钠规定摩尔浓度，mol/L；

$V_C$ —空白试液消耗硫代硫酸钠滴定量，mL；

$V_1$ —供试品消耗硫代硫酸钠滴定量，mL；

T—滴定度，每1mL的硫代硫酸钠溶液(0.02mol/L)相当于0.3643mg甘露醇( $C_6H_{14}O_6$ )；

D—供试品稀释倍数；

W—供试品的重量，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. 蝙蝠蛾拟青霉菌丝体粉

项 目	指 标
来源	蝙蝠蛾拟青霉菌
制法	以食用葡萄糖、白砂糖、黄豆饼粉、磷酸二氢钾、硫酸镁为原料，配制成培养基，经接种蝙蝠蛾拟青霉菌、发酵(27℃±2℃，25~37h)、提取(放罐前后料管蒸汽消毒15min以上，发酵液经程控隔膜压滤机固液分离，湿菌丝体送干燥岗位，滤液弃用)、干燥(螺带真空干燥机，75±5℃，6~10h；流化床干燥机干燥，75±5℃，2~5h)、粉碎、过筛、混合、包装等工艺制成。
感官要求	棕黄色至棕褐色粉末，微甘，具中药香味
粒度(通过80目筛)，%	100
鉴别(薄层色谱法试验)	呈正反应
腺苷，g/100g	≥0.16
甘露醇，g/100g	≥8.0
干燥失重，%	≤9.0
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
菌落总数，CFU/g	≤1000
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