

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20070231

赐富牌化维纤胶囊

【原料】 蝙蝠蛾被毛孢菌丝体粉、黄芪提取物、丹参提取物、人参提取物、葛根提取物

【辅料】 无

【生产工艺】 本品经提取（10倍量纯化水80~90℃煎煮提取2次，分别120min、90min）、浓缩、干燥（进风温度180~210℃，出风温度90~105℃）、辐照灭菌（⁶⁰Co，3kGy）、混合、制粒、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】 聚氯乙烯固体药用硬片应符合YBB00212005的规定；铝箔应符合YBB00152002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	具本品特有的滋味、气味，无异味
状态	硬胶囊，内容物为粉状或细粒状，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
蛋白质，g/100g	≥20	GB 5009.5
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤7.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30.0	《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	≤0.2	GB 5009.17

六六六, mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
其他污染物限量	符合规定	GB 2762
其他农药最大残留量	符合规定	GB 2763

【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
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥8	1 粗多糖的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），mg/100g	≥500	2 总皂苷的测定
腺苷, mg/100g	≥25	3 腺苷的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理：样品中粗多糖用水溶解，再经乙醇沉淀、水复溶后，与苯酚-硫酸显色，以比色法求出含量。

1.2 仪器

1.2.1 分光光度计

1.2.2 离心机：3000r/min

1.2.3 旋转混匀器

1.3 试剂

除特殊注明外，本方法所用的试剂均为分析纯；所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

1.3.1 无水乙醇

1.3.2 浓硫酸：分析纯，纯度95.5%。

1.3.3 乙醇溶液（80%）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

1.3.4 苯酚溶液（6%）：6g重蒸苯酚（150g苯酚加铝粉0.2g、碳酸氢钠1.0g，蒸馏，收集182℃馏分）用煮沸过的蒸馏水定容至100mL，置冰箱（4℃）中避光保存，可保存半个月。

1.3.5 标准葡萄糖溶液：准确称取0.1g经过105℃干燥至恒重的葡萄糖，加水溶解后以水稀释至100mL，此溶液1mL含葡萄糖1mg，用时从中吸取10mL，用蒸馏水定容至250mL，此葡萄糖标准溶液的浓度记为C（约40μg/mL左右）。

1.4 标准曲线制备：精密移取葡萄糖标准溶液0.4、0.6、0.8、1.0、1.2、1.4、1.6mL，各以水补至2.0mL，用旋转混匀器振匀，然后加入6%苯酚1.0mL，用旋转混匀器振匀，再加5mL浓硫酸，迅速振匀。室温放置5min，然后在沸水浴中保温15min，用自来水冷却5min，再用旋转混匀器振匀，于490nm波长处测定光密度值，以2.0mL水按同样显色操作作为空白，以光密度值为横坐标，葡萄糖标准溶液体积数（毫升数）为

纵坐标绘制标准曲线。

1.5 供试溶液的制备：取20粒样品内容物，混匀，精确称取样品0.500g，置于试管中加蒸馏水45mL，超声溶解，冷却至室温后进行离心，收集上清液，定容至100mL（记为 V_1 ，单位mL）。准确吸取上述过滤液1.0mL，置于10mL离心管中，加入无水乙醇4mL，混匀后，4℃静置6h，离心，弃去上清液。残渣用80%（v/v）乙醇数毫升润洗，倒扣于滤纸上，反复操作3~4次。残渣用水充分溶解，可适当加热（<60℃，冷却至室温）并定容到50mL（记为 V_2 ，单位mL）。

1.6 样品测定：吸取样品液1.0mL（记为 V_3 ，单位mL）（相当于40μg左右的多糖，若多糖量过高或过低使光密度 $OD_{\text{测}}$ 超过0.2~0.6的最佳范围，酌情增减样品液的吸取量，但不得超过2mL，若超过则需要增加样品称取量，即增加m的称取量），加水补充至2.00mL，用旋转混匀器振匀，然后加入6%苯酚溶液1.0mL，用旋转混匀器振匀，再加5mL浓硫酸，迅速振匀。室温放置5min，然后在沸水浴中保温15min，用自来水冷却5min，再用旋转混匀器振匀，于波长490nm处测定光密度值（ $OD_{\text{测}}$ ）。根据 $OD_{\text{测}}$ 和标准曲线查得 V_3 相当于葡萄糖标准溶液的体积数 V_4 ，单位mL。

1.7 结果计算

$$X = \frac{C \times V_1 \times V_2 \times V_4}{V_3 \times m \times 10000}$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），g/100g；

C—葡萄糖标准溶液的浓度，μg/mL；

V_1 —样品提取时定容的体积，mL；

V_2 —样品醇沉物溶解时定容的体积，mL；

V_3 —被测样品的体积，mL；

V_4 —根据 $OD_{\text{测}}$ 和标准曲线查得 V_3 相当于葡萄糖标准溶液的体积数，mL；

m—样品称取量，g。

2 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））

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（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。

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。

3 腺苷的测定

3.1 原理: 将粉碎的胶囊、片剂试样使用水进行提取, 根据高效液相色谱紫外检测器定性定量检测。

3.2 试剂

除非另有说明, 在分析中仅使用双蒸水。

3.2.1 磷酸二氢钾: 分析纯。

3.2.2 甲醇: 优级纯。

3.2.3 提取液: 水。

3.2.4 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。

3.3 仪器

3.3.1 高效液相色谱仪: 附紫外检测器(UV)。

3.3.2 超声波清洗器。

3.3.3 离心机。

3.4 分析步骤

3.4.1 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。

3.4.2 液相色谱参考条件

3.4.2.1 色谱柱: C₁₈柱, 4.6×150mm, 5μm。

3.4.2.2 柱温: 室温。

3.4.2.3 紫外检测器: 检测波长254nm。

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

3.4.2.5 流速: 1.0mL/min。

3.4.2.6 进样量: 10μL。

3.4.2.7 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。

3.4.3 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。

3.4.4 分析结果的表示

3.4.4.1 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。

3.4.4.2 结果表示：计算结果保留三位有效数字。

3.5 技术参数

3.5.1 准确度：方法的回收率在92.7%~98.3%之间。

3.5.2 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. 蝙蝠蛾被毛孢菌丝体粉

项 目	指 标
来源	蝙蝠蛾被毛孢Hirsutella hepialid Chen et shen
制法	经菌种培养、发酵（16~18℃，96~240h）、过滤、提取（膜浓缩，孔径：分子量300）、喷雾干燥（进风温度180~210℃，出风温度90~105℃）、包装等主要工艺加工制成
感官要求	土黄色粉（或细粒）状，具本品特有的滋气味，无异味，无杂质
水分，%	≤8.0
灰分，%	≤8.0
蛋白质，%	≥20
腺苷，mg/100g	≥10
甘露醇，g/100g	≥5
粗多糖，g/100g	≥15
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
铅（以Pb）计，mg/kg	≤1.0
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/100g	≤90
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
致病菌（沙门氏菌、金黄色葡萄球菌）	不得检出

2. 黄芪提取物

项 目	指 标
来源	黄芪 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（5、5、3倍水煎煮提取3次，分别120min、120min、90min）、浓缩、喷雾干燥（进风温度190℃，出风温度75℃）、包装等主要工艺加工制成
感官要求	淡棕色至棕色粉末状，具本品特有的滋气味，无异味，无杂质
得率，%	25
黄芪多糖，g/100g	20~40
水分，%	≤8.0
灰分，%	≤8.0
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
铅（以Pb）计，mg/kg	≤1.0

总砷（以As计），mg/kg	≤0.5
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/100g	≤90
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
致病菌（沙门氏菌、金黄色葡萄球菌）	不得检出

3. 丹参提取物

项 目	指 标
来源	丹参 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（6~8倍水煮沸浸提2次，每次120min）、浓缩、喷雾干燥（进风温度190℃，出风温度75℃）、包装等主要工艺加工制成
感官要求	淡棕色至棕色粉末状，具本品特有的滋气味，无异味，无杂质
得率，%	33
丹参酮，g/100g	0.5~1.0
水分，%	≤8.0
灰分，%	≤8.0
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
铅（以Pb）计，mg/kg	≤1.0
总砷（以As计），mg/kg	≤0.5
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/100g	≤90
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
致病菌（沙门氏菌、金黄色葡萄球菌）	不得检出

4. 人参提取物

项 目	指 标
来源	人参 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（6~8倍量水煮沸浸提2次，每次120min）、浓缩、喷雾干燥（进风温度190℃，出风温度75℃）、包装等主要工艺加工制成
得率，%	33
感官要求	淡棕色至棕色粉末状，具本品特有的滋气味，无异味，无杂质
人参皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥8
水分，%	≤8.0
灰分，%	≤8.0
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
铅（以Pb）计，mg/kg	≤1.0
总砷（以As计），mg/kg	≤0.5
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/100g	≤90
霉菌和酵母，CFU/g	≤50

致病菌（沙门氏菌、金黄色葡萄球菌）	不得检出
-------------------	------

5. 葛根提取物

项 目	指 标
来源	葛根 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（6~8倍量水煮沸浸提2次，每次120min）、浓缩、喷雾干燥（进风温度190℃，出风温度75℃）、包装等主要工艺加工制成
感官要求	淡棕色至棕色粉末状，具本品特有的滋气味，无异味，无杂质
得率，%	4.5
葛根素，g/100g	≥20
水分，%	≤8.0
灰分，%	≤8.0
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
铅（以Pb）计，mg/kg	≤1.0
总砷（以As计），mg/kg	≤0.5
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/100g	≤90
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
致病菌（沙门氏菌、金黄色葡萄球菌）	不得检出

6. 明胶空心胶囊：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
