

国家市场监督管理总局  
保健食品产品技术要求

国食健注G20090375

## 圣傲牌雪源软胶囊

【原料】 蝙蝠蛾被毛孢菌丝体粉、西洋参提取物

【辅料】 大豆油、明胶、纯化水、甘油、蜂蜡、巧克力棕色素(日落黄、胭脂红、亮蓝)、黑色素(胭脂红、亮蓝、柠檬黄)、胭脂红

【生产工艺】 本品经混合、均质、压丸、干燥、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	囊皮呈红褐色至褐色，内容物呈棕褐色
滋味、气味	味微苦，气微腥
性状	软胶囊，完整光洁，不粘接、不变形、无破损；内容物为膏状物
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【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
灰分，%	≤4.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
酸价，mgKOH/g	≤5	GB 5009.229
过氧化值，g/100g	≤0.19	GB 5009.227
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	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19
黄曲霉毒素B <sub>1</sub> , μg/kg	≤5	GB/T 5009.22
胭脂红, g/kg	≤0.4	GB 5009.35
日落黄, mg/kg	≤1.0	GB 5009.35
柠檬黄, g/kg	≤0.2	GB 5009.35
亮蓝, g/kg	≤0.1	GB 5009.35

【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	≤0.3	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, mg/kg	≥50	1 腺苷的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计）, g/kg	≥12	2 总皂苷的测定

## 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。

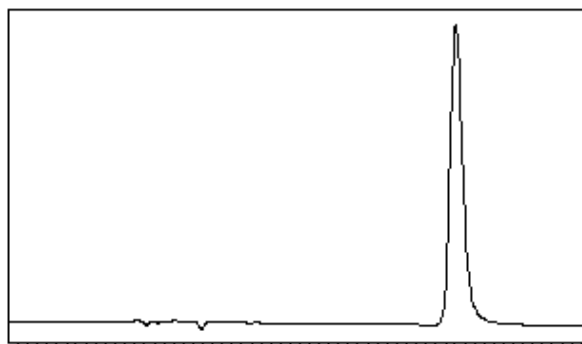
1.5.2.3 紫外检测器：检测波长254nm。

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：10μL。

1.5.2.7 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

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

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<sub>1</sub>—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；

h<sub>2</sub>—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±10%。

## 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
- 2.3.1.1 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。
- 2.3.1.2 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。
- 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；

A<sub>1</sub>—被测液的吸光度值；

A<sub>2</sub>—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。

**【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

##### 蝙蝠蛾被毛孢菌丝体粉质量要求

项 目	指 标
来源	从天然冬虫夏草中分离得到的蝙蝠蛾被毛孢 ( <i>Hirsutella hepiali</i> Chen&Shen)
制法	经发酵（17~19℃，8~10d）、菌丝分离、干燥（60~80℃）、粉碎、包装等主要工艺。
收率，%	8
感官要求	灰色至淡黄色粉末，气微腥
甘露醇，%	≥7.0

腺苷, %	≥0.08
水分, %	≤6.0
炽灼残渣, %	≤7.0
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
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

## 2. 西洋参提取物

### 西洋参提取物质量要求

项 目	指 标
来源	西洋参( <i>Panax quinquefolium</i> L.)的根须应符合《中华人民共和国药典》的规定。
制法	经粉碎、提取(4~5倍70%乙醇80℃回流提取3~4次,每次3h)、过滤、浓缩、干燥(蒸汽压力300~150KPa,真空度80~98KPa,80min)、冷却、粉碎、包装等主要工艺。
得率, %	25
感官要求	黄棕色粉末,特殊香味,味甘微苦
总皂苷, %	≥25
干燥失重, %	≤5
灰分, %	≤5
铅(以Pb计), mg/kg	≤2
总砷(以As计), mg/kg	≤0.2
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.1
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	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

3. 大豆油:应符合GB/T 1535《大豆油》的规定。

4. 蜂蜡:应符合《中华人民共和国药典》的规定。

5. 明胶:应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 甘油:应符合《中华人民共和国药典》的规定。

7. 纯化水:应符合《中华人民共和国药典》的规定。

8. 胭脂红:应符合GB 1886.220《食品安全国家标准 食品添加剂 胭脂红》的规定。

9. 黑色素

9.1 来源:柠檬黄、胭脂红、亮蓝。

9.2 制法:经混合、包装等工艺制成。

9.3 胭脂红:应符合GB 1886.220《食品安全国家标准 食品添加剂 胭脂红》的规定。

9.4 亮蓝:应符合GB 1886.217《食品安全国家标准 食品添加剂 亮蓝》的规定。

9.5 柠檬黄:应符合GB 4481.1《食品安全国家标准 食品添加剂 柠檬黄》的规定。

10. 巧克力棕色素

10.1 来源:日落黄、胭脂红、亮蓝。

10.2 制法:经混合、包装等工艺制成。

10.3 日落黄:应符合GB 1886.224《食品安全国家标准 食品添加剂 日落黄铝色淀》的规定。

10.4 胭脂红:应符合GB 1886.220《食品安全国家标准 食品添加剂 胭脂红》的规定。

10.5 亮蓝:应符合GB 1886.217《食品安全国家标准 食品添加剂 亮蓝》的规定。