

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20130110

厚德牌蜂王浆冻干粉蛹虫草胶囊

- 【原料】 蜂王浆冻干粉、蛹虫草粉
- 【辅料】 无
- 【生产工艺】 本品经过筛、混合、装囊、包装、辐照灭菌（⁶⁰Co，6kGy）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】 口服固体药用聚酯瓶应符合YBB00262002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	内容物呈淡黄色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味
状态	硬胶囊，完整光洁，无破损；内容物为粉末；无肉眼可见外来杂质

【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
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤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	≤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
-----------------	------	------------

【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中“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
10-羟基-2-癸烯酸, g/100g	≥1.82	1 10-羟基-2-癸烯酸的测定
腺苷, mg/100g	≥6.5	2 腺苷的测定

1 10-羟基-2-癸烯酸的测定

1.1 原理：样品中10-羟基-2-癸烯酸（10-HAD）用甲醇或二氯甲烷提取，于高压液相色谱仪中反相分离后，紫外检测，外标法定量。

1.2 仪器

1.2.1 高压液相色谱仪：BIO-ROD700，附UV1706多波长紫外检测器。

1.2.2 超声振荡器。

1.2.3 微孔过滤器：滤膜0.45μm。

1.3 试剂

1.3.1 甲醇：色谱纯

1.3.2 水：三蒸水，经Milli-Q超纯处理。

1.3.3 二氯甲烷：分析纯

1.3.4 磷酸：优级纯

1.3.5 10-羟基-2-癸烯酸（10-HAD）标准品：中国食品药品检定研究院

1.3.6 30%氢氧化钠

1.3.7 1mol/L盐酸

1.3.8 标准溶液：准确称取10-羟基-2-癸烯酸标准品12.5mg于25mL容量瓶中，用甲醇溶解摇匀并稀释至刻度，此储备液1mL含10-羟基-2-癸烯酸为0.5mg。

1.4 样品处理：准确称取200mg样品于25mL容量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度，超声助溶，过滤，弃去初滤液，准确吸取0.2mL于10mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度。

1.5 色谱条件

1.5.1 色谱柱：Hypersil ODS2, 4.6×200mm, 5μm。

1.5.2 流动相：甲醇-水-磷酸=50:50:0.2（v/v）。

1.5.3 检测波长：210nm。

1.5.4 流速：1mL/min。

1.5.5 进样量：20μL。

1.5.6 灵敏度：0.001。

1.6 标准曲线的绘制：分别准确吸取标准储备液0.1、0.2、0.3、0.4、0.6mL于10mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，使10-羟基-2-癸烯酸浓度为5、10、15、20、30μg/mL，各取10μL注入HPLC中，以10-羟基-2-癸烯酸峰面积为纵坐标，标准浓度为横坐标绘制标准曲线。

1.7 样品测定：以上样品提取液经滤膜（0.45μm）精滤后，取20μL于HPLC进样测定，记录组分峰面积，在标准曲线上查出相应的10-羟基-2-癸烯酸的质量。

1.8 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times n}{m \times 1000000} \times 100$$

式中：

X—样品中10-羟基-2-癸烯酸的含量，g/100g；

m₁—由标准曲线上查出相应的10-羟基-2-癸烯酸质量，μg；

n—稀释倍数；

m—样品质量，g；

1000000—μg换算成g。

2 腺苷的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

2.1 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。

2.2 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。

2.3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用双蒸水。

2.3.1 磷酸二氢钾：分析纯。

2.3.2 无水乙醇：优级纯。

2.3.3 甲醇：优级纯。

2.3.4 提取液：乙醇-水=3:2。

2.3.5 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。

2.4 仪器

2.4.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）。

2.4.2 超声波清洗器。

2.4.3 离心机。

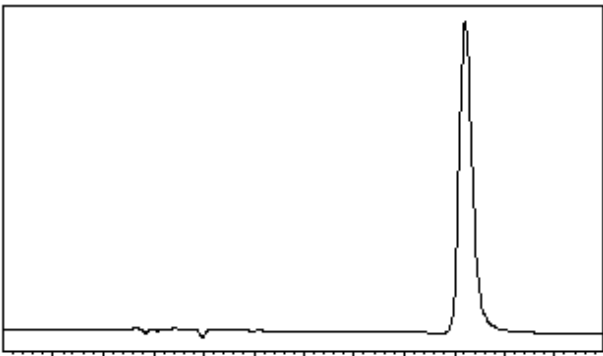
2.5 分析步骤

2.5.1 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。

2.5.2 液相色谱参考条件

2.5.2.1 色谱柱：C₁₈柱，4.6×150mm，5μm。

- 2.5.2.2 柱温：室温。
- 2.5.2.3 紫外检测器：检测波长254nm。
- 2.5.2.4 流动相：甲醇-0.01mol/L磷酸二氢钾溶液=10:90。
- 2.5.2.5 流速：1.0mL/min。
- 2.5.2.6 进样量：10μL。
- 2.5.2.7 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

- 2.5.3 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。
- 2.5.4 分析结果的表示
 - 2.5.4.1 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。

- 2.5.4.2 结果表示：计算结果保留三位有效数字。
- 2.6 技术参数
 - 2.6.1 准确度：方法的回收率在92.7%~98.3%之间。
 - 2.6.2 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. 蜂王浆冻干粉：应符合GB/T 21532《蜂王浆冻干粉》的规定。
- 2. 蛹虫草粉：应符合《关于批准塔格糖等6种新食品原料的公告》（2014年第10号）及下表规定：

项 目	指 标
来源	人工培养的蛹虫草子实体 <i>Cordyceps militaris</i>

制法	经配培养基、培养基湿热灭菌（121℃，30min）、接菌、菌丝培养、采收、烘干（约60℃）、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成。
感官要求	橙黄色粉末
腺苷，mg/100g	≥15.0
水分，%	≤8
灰分，%	≤10
粒度，目	80
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
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/g	≤0.92
霉菌及酵母菌，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	不得检出
沙门氏菌	不得检出

3. 明胶空心胶囊：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
