

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190435

康晶牌蛹虫草片

- 【原料】 蛹虫草子实体粉（经辐照）
- 【辅料】 无
- 【生产工艺】 本品经过筛、制粒、干燥、压片、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	黄色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	片剂，完整光洁
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
灰分，%	≤12	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《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	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.2	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
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
腺苷, mg/100g	≥55	1 腺苷的测定
虫草素, mg/100g	≥200	2 虫草素的测定

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：C₁₈柱，4.6×150mm，5μm。

1.5.2.2 柱温：室温。

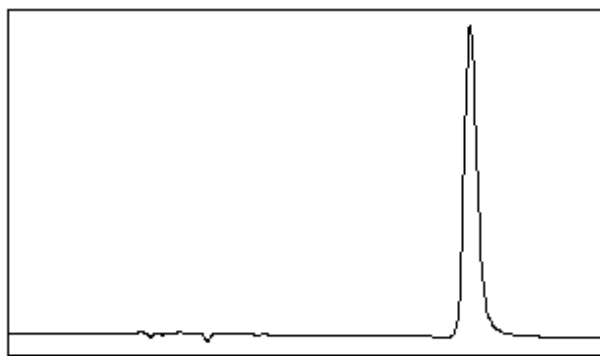
1.5.2.3 紫外检测器：检测波长254nm。

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_1 —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_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±10%。

2 虫草素的测定

2.1 原理：将样品用乙醇-水进行提取，根据高效液相色谱紫外检测器定性定量检测。

- 2.2 试剂
- 2.2.1 磷酸二氢钾：分析纯。
- 2.2.2 甲醇：优级纯。
- 2.2.3 无水乙醇：优级纯。
- 2.2.4 提取液：乙醇-水=3：2。
- 2.3 仪器
- 2.3.1 分析天平：万分之一。
- 2.3.2 高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）。
- 2.3.3 高速离心机：4000转/分钟。
- 2.3.4 超声波仪：频率55KHz，功率180W。
- 2.4 标准溶液的制备：准确称取虫草素标准品0.00100g，加水溶解并定容至25mL，即得每1mL含0.4mg虫草素的溶液。
- 2.5 样品溶液的制备：取本品20片，粉碎，过80目筛，混匀，精密称取适量（精确至0.001g），置于25mL容量瓶中，加入约20mL提取液，超声处理10min，取出，再加入提取液定容至刻度，摇匀，以3000rpm/min离心3min，再经0.45μm滤膜过滤，即得，供液相色谱分析用。
- 2.6 色谱条件
- 2.6.1 色谱柱：C₁₈柱 4.6×150mm，5μm。
- 2.6.2 柱温：室温。
- 2.6.3 紫外检测器：检测波长260nm。
- 2.6.4 流动相：0.01mol/L磷酸二氢钾溶液- 甲醇=90：10。
- 2.6.5 流速：1.0mL/min。
- 2.6.6 进样量：10μL。
- 2.7 标准曲线制备：分别配制浓度为0.400、2.00、4.00、20.0、60.010μg/mL虫草素标准溶液，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。
- 2.8 样品测定：分别精密吸取标准品溶液与样品溶液各10μL，注入液相色谱仪，以保留时间定性，以样品峰高或峰面积于标准比较定量。
- 2.9 结果计算

$$X = \frac{h_1 \times C \times V}{h_2 \times m \times 1000} \times 100$$

式中：

- X—样品中虫草素的含量，mg/100g；
- h₁—样品的峰高或峰面积；
- C—标准溶液浓度，μg/mL；
- V—样品定容的体积，mL；
- h₂—标准溶液峰高或峰面积；
- m—样品称样量，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“片剂”的规定。

【原辅料质量要求】

蛹虫草子实体粉

蛹虫草子实体粉的质量标准	
项 目	指 标

来源	蛹虫草菌种
制法	经接种、培养（18~20℃）、干燥、粉碎、过筛、包装、辐照灭菌（ ⁶⁰ Co，6kGy）等主要工艺加工制成。
感官要求	黄色固体粉末，味淡，具有本品固有的菌香味，无异味
粒度	80目
水分，%	≤10.0
灰分，%	≤8.0
腺苷，%	≥0.055
虫草素，%	≥0.2
粗多糖（以葡萄糖计），%	≥2.5
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
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g
