

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20110633

天兴牌灵芝西洋参蜂胶软胶囊

- 【原料】 灵芝提取物、蜂胶提取物、西洋参提取物、吡啶甲酸铬
- 【辅料】 大豆油、纯化水、明胶、甘油、蜂蜡
- 【生产工艺】 本品经过筛、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】 高密度聚乙烯瓶应符合YBB00122002的规定；硅胶干燥剂应符合YBB00122005的规定；铝塑封口垫片应符合YBB00212004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	囊皮呈棕褐色，内容物呈棕褐色
滋味、气味	具有本品固有的滋、气味，无异味
状态	椭圆形软胶囊，完整光洁；内容物为油状物；无正常视力可见外来异物

【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，%	≤8.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
酸价，mgKOH/g	≤15.0	GB 5009.229
过氧化值，meq/kg	≤8.0	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	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
黄曲霉毒素B ₁ ，μg/kg	≤5.0	GB 5009.22

【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，CFU/g	≤25	GB 4789. 15
酵母，CFU/g	≤25	GB 4789. 15
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789. 10
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789. 4

【功效成分含量测定】 应符合表4的规定。

表4 功效成分含量测定

项 目	指 标	检测方法
总黄酮（以芦丁计）， g/100g	≥1. 5	1 总黄酮的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计）， g/100g	≥0. 6	2 总皂苷的测定
吡啶甲酸铬， mg/100g	37. 5～62. 5	3 吡啶甲酸铬的测定

1 总黄酮的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

1.1 试剂

1.1.1 聚酰胺粉

1.1.2 芦丁标准溶液：称取5.0mg芦丁，加甲醇溶解并定容至100mL，即得50μg/mL。

1.1.3 乙醇：分析纯。

1.1.4 甲醇：分析纯。

1.2 分析步骤

1.2.1 试样处理：称取一定量的试样，加乙醇定容至25mL，摇匀后，超声提取20min，放置，吸取上清液1.0mL，于蒸发皿中，加1g聚酰胺粉吸附，于水浴上挥去乙醇，然后转入层析柱。先用20mL苯洗，苯液弃去，然后用甲醇洗脱黄酮，定容至25mL。此液于波长360nm测定吸收值。同时以芦丁为标准品，测定标准曲线，求回归方程，计算试样中总黄酮含量。

1.2.2 芦丁标准曲线：吸取芦丁标准溶液：0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL于10mL比色管中，加甲醇至刻度，摇匀，于波长360nm比色。求回归方程，计算试样中总黄酮含量。

1.3 计算和结果表示：

$$X = \frac{A \times V_2 \times 100}{V_1 \times M \times 1000}$$

式中：

X—试样中总黄酮的含量，mg/100g；

A—由标准曲线算得被测液中黄酮量，μg；

M—试样质量，g；

V₁—测定用试样体积，mL；

V₂—试样定容总体积，mL。

计算结果保留二位有效数字。

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1.3.1），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“1.3.2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 吡啶甲酸铬的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

3.1 范围

本方法规定了保健食品中吡啶甲酸铬含量的测定方法。

本方法适用于吡啶甲酸铬作为功效成分添加于片剂、胶囊等试样类型中含量的测定。

本方法的最低检出量10.0mg/kg。

本方法的最佳线性范围：2.00~100μg/mL。

3.2 原理：将粉碎的胶囊和片剂试样使用甲醇：水=1:1进行提取和稀释，根据高压液相色谱紫外检测器外标法定性定量检测。

3.3 试剂

3.3.1 甲醇：优级纯。

3.3.2 磷酸氢二钾、磷酸二氢钾：分析纯。

3.3.3 吡啶甲酸铬标准溶液：准确称量吡啶甲酸铬标准品0.0100g，加入甲醇：水=1:1并定容至100.0mL，如有少量残渣，可使用超声波加速溶解。此溶液每mL含100μg吡啶甲酸铬。

3.4 仪器设备

3.4.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）。

3.4.2 超声波清洗器。

3.4.3 离心机。

3.5 分析步骤

3.5.1 试样处理：取20粒片剂或胶囊试样进行粉碎或混匀，准确称取一定量试样于刻度试管中，加入甲醇：水=1:1并定容至20.0mL，超声提取5min后以3000rpm/min离心3min。经0.45μm滤膜过滤后，备用。

3.5.2 液相色谱参考条件

3.5.2.1 色谱柱：C₁₈柱，4.6×250mm。

3.5.2.2 柱温：室温。

3.5.2.3 紫外检测器：检测波长254nm。

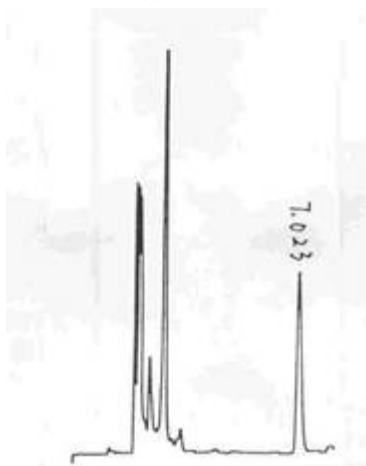
3.5.2.4 流动相：0.125mol/L磷酸盐缓冲溶液：乙腈=425:75。

3.5.2.5 流速：0.5mL/min。

3.5.2.6 进样量：10μL。

3.5.2.7 色谱分析：量取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。

3.5.3 色谱图



在上述色谱条件下，吡啶甲酸铬的保留时间为7.023。

3.5.4 标准曲线制备 配制浓度为0.0、2.00、5.00、10.0、50.0、100μg/mL吡啶甲酸铬标准溶液，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。

3.5.5 分析结果表示

3.5.5.1 计算

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

式中：

X—试样中吡啶甲酸铬的含量，mg/g；

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—试样量，g。

3.5.5.2 结果表示：检测结果保留三位有效数字。

3.6 技术参数

3.6.1 准确度：方法的回收率在91.5%~98.4%之间

3.6.2 允许差：平行样测定相对误差≤±5%。

【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. 灵芝提取物

项 目	指 标
来源	灵芝饮片 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（10倍量纯化水煎煮提取2次，每次2h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风口温度160~180℃，出风口温度60~80℃）、过筛、包装等主要工艺加工制成
感官要求	棕褐色粉末，具有特有的气味和口感
得率，%	约16
粒度	过80目筛
干燥失重，%	≤8.0
多糖含量，%	≥30.0
重金属，ppm	≤10.0
铅（以Pb计），ppm	≤2
总砷（以As计），ppm	≤1
总汞（以Hg计），ppm	≤0.1
细菌总数，CFU/g	≤1000
霉菌和酵母，CFU/g	≤100
大肠杆菌	不得检出
沙门氏菌	不得检出

2. 蜂胶提取物

项 目	指 标
来源	蜂胶（毛胶） 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经低温冷藏（0~-5℃，24h）、粉碎、提取（20倍量95%乙醇冷浸72h）、减压浓缩、低温粉碎（0~-5℃）、过筛、包装等主要工艺加工制成
感官要求	棕褐色至黑褐色粉末状，具有蜂胶的独特香味，燃烧时具有树脂乳香气，微苦，略涩，有微麻感和辛辣感，无肉眼可见外来杂质
得率，%	约50
总黄酮，g/100g	≥17.0
水分，%	≤5.0
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
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠菌群，MPN/g	≤0.3
致病菌	不得检出

3. 西洋参提取物

项 目	指 标
来源	西洋参 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经破碎、过筛、提取（分别用10、8倍量70%乙醇回流提取2次，第1次2h，第2次1.5h）、浓缩、减压干燥（65℃，0.08MPa）、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成
感官要求	棕黄色粉末，微苦并有令人愉悦的气味
得率，%	约10
粒度	过80目筛
干燥失重，%	≤5.0
人参皂苷含量，%	≥10.0
溶剂残留，ppm	≤5000
重金属，ppm	≤10.0
铅（以Pb计），ppm	≤5
总砷（以As计），ppm	≤2
总汞（以Hg计），ppm	≤0.1
细菌总数，CFU/g	≤1000
霉菌和酵母，CFU/g	≤100

大肠杆菌	不得检出
沙门氏菌	不得检出

4. 吡啶甲酸铬

项 目	指 标
来源	甲基吡啶
制法	经氧化（20倍量纯化水加热至80～82℃，分5次加入高锰酸钾）、过滤、络合（三氯化铬，40～45℃）、干燥、过筛等主要工艺加工制成
感官要求	紫红色细小粉末
得率，%	约82
含量[以Cr(C ₆ H ₄ NO ₂) ₃ 干基计]，%	98.0～102.0
干燥失重，%	≤4.0
氯化物，%	≤0.06
硫酸盐，%	≤0.2
六价铬	不得检出

5. 大豆油：应符合GB/T 1535《大豆油》中浸出成品大豆油（一级）的规定。

6. 甘油、明胶、纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

7. 蜂蜡：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
