

国家市场监督管理总局  
保健食品产品技术要求

国食健注G20110151

## 九蜂堂牌蜂胶软胶囊

【原料】 紫苏油、蜂胶

【辅料】 明胶、纯化水、甘油

【生产工艺】 本品经冷冻、粉碎、超临界二氧化碳萃取（蜂胶，46℃、25MPa提取4次，每次4h）、分离（7MPa，50℃）、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】 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	囊皮呈无色或淡黄色，均匀透明；内容物呈淡黄色至黄色，均匀一致
滋味、气味	具本品特有气味，微苦、无异味
性状	椭圆形软胶囊，完整光洁；内容物为混悬乳液
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, g/100g	≤3.0	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/T 5009.37
过氧化值, meq/kg	≤5	GB/T 5009.37
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

【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
总黄酮（以芦丁计），mg/100g	≥720	1 总黄酮的测定
α-亚麻酸，g/100g	≥40	2 α-亚麻酸的测定

## 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；

V<sub>1</sub>—测定用试样体积，mL；

V<sub>2</sub>—试样定容总体积，mL。

计算结果保留二位有效数字。

## 2 α-亚麻酸的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版）中“保健食品中α-亚麻酸、γ-亚麻酸的测定”）

### 2.1 范围

本方法规定了保健食品中α-及γ-亚麻酸的测定方法。

本方法适用于油脂保健食品中α-及γ-亚麻酸含量的测定。

本标准还适用于油脂保健食品中C<sub>16</sub>~C<sub>22</sub>不饱和脂肪酸和角鲨烯含量的测定。

本方法最低检出量： $\gamma$ -亚麻酸为0.050 $\mu$ g、 $\alpha$ -亚麻酸为0.030 $\mu$ g。

本方法最佳线性范围：0~0.50mg/mL。

2.2 原理：将油脂试样（或试样提取的脂肪），经氢氧化钾皂化，在三氟化硼存在下甲醇酯化，然后用气相色谱仪分析，采用外标法定量。

### 2.3 试剂

所用试剂除注明外均为分析纯

2.3.1 正己烷：沸点68.7℃。

2.3.2 0.5mol/L氢氧化钾甲醇溶液：称取28g KOH溶于1000mL甲醇。

2.3.3 三氟化硼甲醇溶液（1+4）：取40%三氟化硼乙醚溶液1份，加甲醇4份，混匀即可。

2.3.4  $\alpha$ -亚麻酸甲酯>99.0%。

2.3.5  $\gamma$ -亚麻酸甲酯>99.0%。

2.3.6 标准储备液：称0.0250g的 $\alpha$ -亚麻酸甲酯及0.0250g的 $\gamma$ -亚麻酸甲酯标准品，分别用正己烷溶解，并定容于25mL容量瓶中，混匀，浓度分别为1.0mg/mL。

2.3.7 标准使用液：分别取 $\alpha$ -亚麻酸甲酯及 $\gamma$ -亚麻酸甲酯标准储备液各5.0mL，置于10mL的容量瓶中，混匀， $\alpha$ -亚麻酸甲酯和 $\gamma$ -亚麻酸甲酯的含量为0.5mg/mL。

### 2.4 仪器

2.4.1 气相色谱仪：附氢火焰（FID）检测器。

2.4.2 数据处理机或积分仪。

2.4.3 分析天平：1/10000。

2.4.4 分析天平：1/1000。

2.4.5 加热式磁力搅拌器。

2.4.6 标准磨口烧瓶（50mL）和直形冷凝管。

### 2.5 分析步骤

#### 2.5.1 试样制备

2.5.1.1 脂肪的提取：按GB/T 5009.6中规定的方法提取。

2.5.1.2 皂化：称取0.100g油脂（或脂肪）和磁力搅拌子一并放入50mL磨口烧瓶中，加入4mL0.5mol/L氢氧化钾甲醇溶液，上部连接回流冷凝管，并固定于磁力搅拌器上，由冷凝管上口向溶液中导入氮气；使反应瓶中始终充满氮气。开启磁力搅拌器，并加热使反应液保持65 $\pm$ 5℃，搅拌回流约15min。

2.5.1.3 甲酯化：从冷凝管上部加入4mL三氟化硼甲醇溶液，搅拌（65 $\pm$ 5℃），回流约2min，冷至室温，从冷凝管上部加入5mL正己烷继续搅拌5min，移去冷凝管，加入5mL饱和氯化钠水溶液，摇动数分钟，转移至25mL分液漏斗中分离水与有机相，再加3mL正己烷洗水相，分离，弃水相，合并有机相并定容至10mL（浓度低时吹氮浓缩至1.0mL）。供测定用。

#### 2.5.2 气相色谱参考条件

2.5.2.1 色谱柱：FFAP（改性聚乙二醇20M，30m $\times$ 0.25mm i.d. 0.25 $\mu$ m）。

2.5.2.2 柱箱温度：215℃。

2.5.2.3 进样口温度：250℃。

2.5.2.4 检测器温度：260℃。

2.5.2.5 氮气：50mL/min，30:1分流；氢气：45mL/min；空气：500mL/min。

2.5.3 定性分析：在上述仪器条件下，分别取标准使用液和试样测定液1.0 $\mu$ L，注入气相色谱仪，以保留时间来确定 $\alpha$ -及 $\gamma$ -亚麻酸甲酯。

2.5.4 定量分析：试样中 $\alpha$ 或 $\gamma$ -亚麻酸甲酯色谱峰面积或峰高与标准的比较定量。

2.6 分析结果：试样中 $\alpha$ 或 $\gamma$ -亚麻酸测定结果按（1）式计算

#### 2.6.1 计算

$$\chi(\%) = \frac{A_1/A_2 \times \rho \times v}{m \times 1000} \times 0.952 \times 100\% \quad (1)$$

式中：

$\chi$ — $\alpha$ 或 $\gamma$ -亚麻酸含量，%；

$A_1$ —试样中 $\alpha$ 或 $\gamma$ -亚麻酸甲酯色谱峰面积或峰高；

$A_2$ —标准使用液色谱峰面积或峰高；

$\rho$ —标准使用液浓度, mg/mL;  
 $v$ —正己烷定容体积, mL;  
 $m$ —试样质量, g;  
 0.952—亚麻酸换算系数。

脂肪试样再换算原保健食品试样中 $\gamma$ -亚麻酸和 $\alpha$ -亚麻酸的量。

2.6.2 结果表述: 计算结果保留三位有效数字。

2.7 技术参数: 相对标准偏差 $<10\%$ , 回收率 $93.0\% \sim 101.7\%$ 。

2.8 色谱参考图

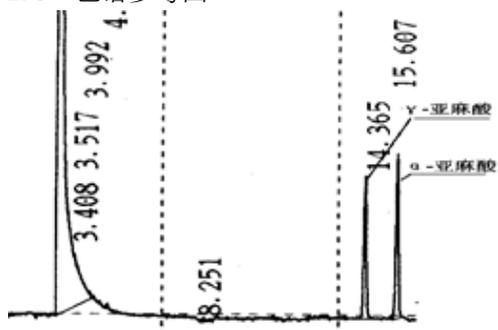


图1 标准色谱图

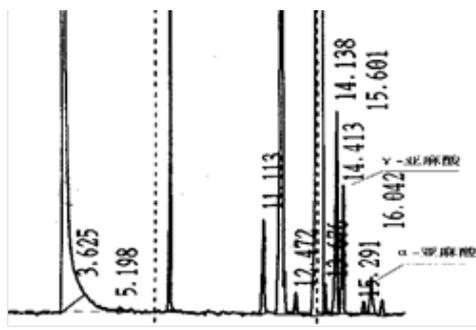


图2 试样色谱图

气相色谱参考条件

色谱柱: FFAP (改性聚乙二醇20M,  $30\text{m} \times 0.25\text{mm i.d. } 0.25\mu\text{m}$ )。

柱箱温度:  $215^\circ\text{C}$ 。

进样口温度:  $250^\circ\text{C}$ 。

检测器温度:  $260^\circ\text{C}$ 。

氮气:  $50\text{mL}/\text{min}$ , 30:1分流; 氢气:  $45\text{mL}/\text{min}$ ; 空气:  $500\text{mL}/\text{min}$ 。

**【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. 蜂胶: 应符合GB/T 24283《蜂胶》的规定。

2. 紫苏油

紫苏油质量要求

项 目	指 标
来源	紫苏籽
制法	经筛选、压榨(40MPa)、过滤(600目)、混匀、分装等主要工艺制成。
提取率, %	18
感官要求	淡黄色至黄色透明微油状液体, 具有紫苏油固有的气味和滋味, 无异味
杂质, %	$\leq 0.1$
水分及挥发物, %	$\leq 0.1$
$\alpha$ -亚麻酸, %	$\geq 50$
酸价(KOH), mg/g	$\leq 2.0$
过氧化值, mmol/kg	$\leq 2.5$
溶剂残留, mg/kg	$\leq 50$
铅(以Pb计), mg/kg	$\leq 0.1$
总砷(以As计), mg/kg	$\leq 0.1$
菌落总数, CFU/mL	$\leq 1000$
大肠菌群, MPN/mL	$\leq 0.43$

霉菌和酵母, CFU/mL	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g
农药残留	按GB 2763的规定执行。

3. 明胶：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
  4. 甘油：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
  5. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-