

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20110318

老山牌王浆蜂胶软胶囊

- 【原料】 蜂王浆冻干粉、蜂胶
- 【辅料】 红花籽油、蜂蜡、明胶、纯化水、甘油
- 【生产工艺】 本品经混合、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	外观呈棕褐色，表面略带光泽；内容物呈棕褐色
滋味、气味	味略酸、涩、辣；内容物具蜂胶特有香味，无异味
性状	软胶囊，外表光洁，囊皮厚薄均匀，无气泡、破损、瘪囊、霉变等现象；内容物为油状液体
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
蛋白质，g/100g	≥10.0	GB 5009.5
灰分，%	≤2.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
酸价，mgKOH/g	≤12.0	GB/T 5009.37

过氧化值（以脂肪计），g/100g	≤0.25	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
六六六，mg/kg	≤0.05	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤0.05	GB/T 5009.19
黄曲霉毒素B ₁ ，μg/kg	≤10	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	≤2000	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
10-羟基-2-癸烯酸，g/100g	≥1.2	1 10-羟基-2-癸烯酸的测定
总黄酮（以芦丁计），g/100g	≥1.4	2 总黄酮的测定

1 10-羟基-2-癸烯酸的测定

1.1 原理：10-羟基-2-癸烯酸（10-HDA）在210nm波长下有最大吸收，在一定范围内，其吸光度与浓度成正比，用无水乙醇将样品中蛋白质等去除，取上清液用液相色谱法进行分析。

1.2 试剂

1.2.1 磷酸（AR）。

1.2.2 甲醇（HPLC级）。

1.2.3 纯化水。

1.2.4 10-羟基-2-癸烯酸对照品（中国食品药品检定研究院）。

1.2.5 无水乙醇（AR）。

1.2.6 五氧化二磷（AR）。

1.3 色谱条件

1.3.1 色谱柱：用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂。

1.3.2 流动相：甲醇-0.009mol/L磷酸溶液=47:53。

1.3.3 检测波长：210nm。

1.3.4 理论板数：按10-羟基-2-癸烯酸峰计算应不低于2500。

1.4 对照品溶液的制备：精密称取以五氧化二磷为干燥剂，室温减压干燥24h的10-羟基-2-癸烯酸对照品10mg，置10mL容量瓶中，用无水乙醇溶解，定容，摇匀。精密吸取2mL置10mL容量瓶中，用无水乙醇定容，摇匀，即得。每1mL中含10-羟基-2-癸烯酸0.2mg。

1.5 样品溶液的制备：取1粒软胶囊，精密称重。剪开，挤出内容物，用少量无水乙醇洗净胶皮并晾干。胶皮精密称重，计算出内容物的重量。合并内容物，将胶皮剪碎，与内容物一起置于50mL容量瓶中，加10%氢氧化钠溶液2mL，涡旋1min，加适量纯化水溶解，超声处理40min，摇匀，冷却，加适量纯化水定容至刻度，过滤。精密吸取过滤液3.0mL于25mL容量瓶中，用5%~10%盐酸溶液中和至pH值至5~6，用无水乙醇稀释并定容至25mL，用0.45μm滤膜过滤，滤液即为样品溶液。

1.6 测定：精密吸取对照品溶液与样品溶液各5μL，分别注入液相色谱仪，测定，即得。

1.7 结果计算

$$X = \frac{\frac{C_{\text{标}}}{A_{\text{标}}} \times A_{\text{样}} \times 50}{1000 \times W} \times 100$$

式中：

X—样品中10-羟基-2-癸烯酸的含量，g/100g；

$C_{\text{标}}$ —对照品溶液中10-羟基-2-癸烯酸的浓度，mg/mL；

$A_{\text{标}}$ —对照品溶液中10-羟基-2-癸烯酸的峰面积；

$A_{\text{样}}$ —样品溶液中10-羟基-2-癸烯酸的峰面积；

W—样品称取量，g。

2 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））

2.1 试剂

2.1.1 聚酰胺粉

2.1.2 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。

2.1.3 乙醇：分析纯。

2.1.4 甲醇：分析纯。

2.2 分析步骤

2.2.1 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。

2.2.2 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。

2.3 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_1 —测定用试样体积，mL；

V_2 —试样定容总体积，mL。
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. 蜂王浆冻干粉：应符合GB/T 21532《蜂王浆冻干粉》的规定。
 2. 蜂胶：应符合GB/T 24283《蜂胶》的规定。
 3. 红花籽油：应符合GB/T 22465《红花籽油》的规定。
 4. 蜂蜡：应符合GB/T 24314《蜂蜡》的规定。
 5. 明胶：应符合GB 6783《食品安全国家标准 食品添加剂 明胶》的规定。
 6. 甘油：应符合GB 29950《食品安全国家标准 食品添加剂 甘油》的规定。
 7. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-