附2

国家市场监督管理总局 保健食品产品技术要求

国食健注G20060102

华兴牌蜂胶灵软胶囊

【原料】 蜂胶、蜂王浆、葛根、桑叶

【辅料】 聚乙二醇400、明胶、甘油、纯化水

【生产工艺】 本品经提取（蜂胶，80%乙醇10倍量渗漉，1~3ml/kg.min，70~80h，4倍量聚乙二醇400浸泡4h；葛根，70%乙醇80±2℃回流提取2次，第1次10倍量2h，第2次8倍量1.5h；桑叶，加水95~98℃煎煮提取2次，第1次15倍量1.5h，第2次12倍量1h，60%乙醇醇沉24h）、浓缩、干燥（蜂王浆，冷冻干燥；葛根、桑叶，真空干燥，0.09Mpa，70±2℃）、粉碎、混合、压丸、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】

塑料瓶应符合GB 4806.7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	囊皮透明，内容物呈深棕色
滋味、气味	具有蜂胶及药用植物提取物特有的清香，酸，涩略有苦味，无其他异味
性状	橄榄型软胶囊，无破损
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，%	≤3.0	GB 5009.4
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

崩解时限	≤60.0	《中华人民共和国药典》
六六六, mg/kg	≤0.10	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.10	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
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）， g/100g	≥1.2	1 总黄酮的测定
葛根素, g/100g	≥1.4	2 葛根素的测定
10-羟基-2-癸烯酸, g/100g	≥0.4	3 10-羟基-2-癸烯酸的测定

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；

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 葛根素的测定

2.1 原理：样品中的葛根素经提取、过滤后，用HPLC，相对保留时间定性，外标法峰面积定量。

2.2 试剂

如无特殊说明，所用试剂为分析纯。

2.2.1 磷酸。

2.2.2 乙腈：色谱纯。

2.2.3 甲醇：色谱纯。

2.2.4 标准溶液：以70%甲醇配制成含葛根素50 μ g/mL的标准使用液。

2.3 仪器：

2.3.1 Waters-2690HPLC系统。

2.3.2 996检测器。

2.3.3 超声波清洗器。

2.3.4 实验室常用玻璃仪器。

2.4 样品处理：精密称取固体样品（样品去壳混匀）约1.0g左右（液体样品混匀取5mL），于50mL比色管中；加70%甲醇约35mL，超声提取5min，用70%甲醇定容为50mL，混匀，过滤，滤液过0.45 μ m水相滤膜，即为样品处理液。

2.5 样品测定：在下述仪器条件下分别进标准使用液和样品处理液10 μ L，用相对保留时间定性，峰面积外标法定量。

2.6 色谱条件：

2.6.1 色谱柱：RP18柱 5 μ 3.9 $\times$ 150vmm。

2.6.2 流动相：0.1%磷酸水溶液+乙腈=92+8。

2.6.3 流速：10.0mL/min。

2.6.4 检测波长：239nm。

2.6.5 进样量：10 μ L。

2.7 计算：

$$X = \frac{C \times 50}{M \times 100}$$

式中：

X—样品中葛根素的含量，mg/g

C—测出的样品处理液中葛根素的浓度， μ g/mL；

M—取样量，g。

3 10-羟基-2-癸烯酸的测定

3.1 原理：样品中的10-羟基-2-癸烯酸经甲醇超声提取后，用HPLC分析，紫外检测器检测，相对保留时间定性，外标法峰面积定量。

3.2 试剂

本规范方法所用水为去离子水或同等纯度的水。

3.2.1 甲醇：优级纯。

3.2.2 乙腈：优级纯。

3.2.3 盐酸：优级纯。

3.3 仪器

3.3.1 HPLC系统。

3.3.2 紫外检测器。

3.3.3 超声波清洗器。

3.4 标准溶液：精密称取20mg 10-羟基-2-癸烯酸标准品于100mL容量瓶中，加入甲醇溶解后定容，浓度为0.2mg/mL。

3.5 样品处理：称取约0.5g样品，精密称取定于50mL比色管中，加甲醇约40mL，超声提取5min，取出用甲醇定容为50mL，混合，放置冰箱中过夜，上清液过0.45 μ m水相滤膜为样品处理液。

3.6 测定：在下述仪器条件下分别进行标准使用液和样品处理液10 μ L，用相对保留时间定性，峰面积定量。

3.7 仪器条件

- 3.7.1 色谱柱: u-BondapakTM C18柱 (4.6x250mm)。
- 3.7.2 紫外检测器: 检测波长210nm。
- 3.7.3 灵敏度: 0.02AUFs。
- 3.7.4 流动相: 水+乙腈+盐酸=70+30+2。
- 3.7.5 流速: 1.0mL/min。
- 3.8 计算:

$$X = (C \times 50) / (M \times 1000)$$

式中:

X—样品中10-羟基-2-癸烯酸的含量, mg/g;

C—测定的样品处理液中10-羟基-2-癸烯酸的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

M—为取样量, 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. 蜂王浆: 应符合GB 9697《蜂王浆》的规定
 - 3. 葛根、桑叶、聚乙二醇400、明胶、甘油、纯化水, 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-