

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20070132

利君牌蜂胶芦荟软胶囊

- 【原料】 蜂胶、大豆提取物、芦荟
- 【辅料】 大豆油、蜂蜡、聚山梨酯80、明胶、纯化水、甘油
- 【生产工艺】 本品经提取（蜂胶，4倍量95%乙醇85℃提取3～4h；芦荟，60%乙醇回流提取2次，分别8倍量2h、6倍量1.5h）、浓缩、真空干燥（50～60℃）、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】 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	囊皮无色透明，内容物呈棕褐色
滋味、气味	具有芳香气味，味微苦
性状	软胶囊，表面光滑，无破损；内容物为油状物，均匀无结块
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	≥3.3	GB 5009.5
总蒽醌（以1,8-二羟基蒽醌计），mg/100g	300～600	1 总蒽醌的测定
灰分，%	≤2.96	GB 5009.4

崩解时限, min	≤60	《中华人民共和国药典》
酸价, mgKOH/g	≤30	GB 5009.229
过氧化值, meq/kg	≤12	GB 5009.227
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	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19

1 总蒽醌的测定

1.1 试剂

1.1.1 对照品溶液的制备：精密称取1,8-二羟基蒽醌25.0mg，加冰醋酸溶解并稀释至50mL。

1.1.2 混合酸溶液：25%盐酸溶液2mL，加冰醋酸18mL。

1.1.3 混合碱溶液：取等量的10%氢氧化钠溶液和4%氨溶液混合。

1.2 仪器：分光光度计。

1.3 样品测定：精密称取25mg样品置于100mL圆底烧瓶中，加混合酸溶液6mL，混匀，在沸水浴中回流15min，放冷，加乙醚30mL提取，提取液通过脱脂棉滤入分液漏斗中，继续用乙醚洗涤残渣2次，每次5mL，药渣再加混合酸4mL，在沸水浴中回流15min，放冷，加乙醚20mL提取，并用乙醚洗涤残渣2次，每次5mL，合并乙醚液，用水30、20mL振摇洗涤2次，弃去水洗液，乙醚液用混合碱溶液50、20、20mL提取3次，合并碱提取液，置100mL容量瓶中，加混合碱溶液至刻度，混匀，取约50mL置100mL锥形瓶中，称重（准确至0.01g），置沸水浴中回流30min，取出，迅速冷却至室温，称重，补加10%氨溶液到原来的重量，混匀即得。同时精密量取对照品溶液2.0mL，置100mL容量瓶中，加混合碱溶液稀释至刻度，混匀，即得，于暗处放置30min备用。以混合碱溶液为空白，在525nm波长处分别测定吸光度值。

1.4 结果计算

$$X = \frac{E_1}{W \times 10 \times E} \times 100\%$$

式中：

X—样品中总蒽醌含量（以1,8-二羟基蒽醌计），%；

E₁—样品的吸光度值；

E—对照溶液的吸光度值；

W—样品重量，g。

【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
总黄酮（以芦丁计），g/100g	≥2.60	1 总黄酮的测定
芦荟苷，mg/100g	170～240	2 芦荟苷的测定
大豆异黄酮（以染料木素、大豆苷元、染料木苷、大豆苷计），g/100g	≥2.53	3 大豆异黄酮的测定
染料木素，g/100g	≥0.009	3 大豆异黄酮的测定
大豆苷元，g/100g	≥0.2	3 大豆异黄酮的测定
染料木苷，g/100g	≥0.4	3 大豆异黄酮的测定
大豆苷，g/100g	≥2.0	3 大豆异黄酮的测定

1 总黄酮的测定

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 芦荟苷的测定

2.1 试剂

2.1.1 甲醇：色谱纯。

2.1.2 水：重蒸水。

2.1.3 芦荟苷标准品：供含量测定用。

2.1.4 芦荟苷标准溶液的制备：精确称取芦荟苷标准品10mg，加甲醇溶解并移入100mL容量瓶中，定容至刻度。

2.2 仪器

2.2.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器。

2.2.2 色谱柱： C_{18} （以十八烷基键合硅胶填料为填充剂）或具同等性能的色谱柱，150mm×6mm，5 μ m。

2.2.3 超声波清洗器。

2.2.4 C_{18} 净化富集柱： C_{18} 预柱，装量0.5g，分配型。

2.2.5 离心机：3000r/min。

2.3 色谱分离条件

2.3.1 流动相：甲醇+水=55+45。

2.3.2 流速：1mL/min。

2.3.3 柱温：40℃。

2.3.4 检测波长：293nm。

2.3.5 灵敏度：0.016AUFS。

2.3.6 进样量：20 μ L。

2.4 分析步骤

2.4.1 试样制备：称取样品内容物1.00g于具塞三角瓶，精密加入甲醇50mL溶解，经超声震提5min，过滤。

2.4.2 测定步骤：分别精密吸取标准溶液和试样溶液20 μ L注入高效液相色谱仪，依上述色谱条件，以保留时间定性，用外标法计算试样中芦荟苷的含量。

2.5 计算公式

$$X = \frac{A_1 \times C \times V}{A_2 \times m}$$

式中：

X—试样中芦荟苷含量，mg/g；

A_1 —试样中芦荟苷的峰面积；

C—标准液的质量浓度，mg/mL；

A_2 —标准液中芦荟苷的峰面积；

V—试样定容体积，mL；

m—试样的质量，g。

计算结果保留三位有效数字。

2.6 允许误差：同一试样两次测定值之差不得超过两次测定平均值的10%。

3 大豆异黄酮的测定

3.1 原理：目前发现的大豆异黄酮包括游离型苷元和结合型糖苷元两类共有12种，染料木素（Genistein, G）和大豆苷元（Daidzein, D）是其中两种重要化合物。本法用80%乙醇作为溶剂，提取样品中的染料木素、大豆苷元，以反相高效液相色谱分离，在紫外检测器260nm条件下检测其峰面积，以染料木素、大豆苷元、染料木苷和大豆苷四项含量之和计算大豆异黄酮含量。

3.2 仪器

3.2.1 高效液相色谱仪。

- 3.2.2 检测器：紫外检测器。
- 3.2.3 离心机。
- 3.2.4 超声波振荡器。
- 3.3 试剂
- 3.3.1 甲醇：色谱纯。
- 3.3.2 乙醇：优级纯。
- 3.3.3 双重蒸馏水。
- 3.3.4 染料木素：纯度 $\geq 98\%$ 。
- 3.3.5 染料木苷：纯度 $\geq 98\%$ 。
- 3.3.6 大豆苷元：供含量测定用。
- 3.3.7 大豆苷：纯度 $\geq 99\%$ 。
- 3.3.8 大豆异黄酮标准溶液：准确称取经五氧化二磷干燥至恒重的染料木素、大豆苷元、染料木苷和大豆苷标准品，加甲醇溶解并定量稀释成分别含染料木素、大豆苷元、染料木苷和大豆苷 $50\mu\text{g/mL}$ 的标准混合液。
- 3.4 样品处理：取本品约 1g 置具塞三角瓶中，精密加入甲醇 50mL ，超声提取 15min （超声水温不得超过 35°C ），摇匀，过滤，即得。
- 3.5 色谱条件
- 3.5.1 色谱柱：十八烷基硅烷键合硅胶。
- 3.5.2 流动相：A：乙腈和B：磷酸水溶液（用磷酸调节 pH 至 3.0 ）。
- 3.5.3 流速： 1.0mL/min 。
- 3.5.4 柱温： 30°C 。
- 3.5.5 检测波长： $\text{UV}260\text{nm}$ 。
- 3.5.6 进样量： $10\mu\text{L}$ 。
- 3.6 样品测定：分别吸取上述对照品溶液与供试品溶液各 $20\mu\text{L}$ ，注入液相色谱仪，按外标法计算。
- 3.7 结果计算

$$X = \frac{S_1 \times c \times V}{S_2 \times m}$$

式中：

X —样品中染料木素/大豆苷元/染料木苷/大豆苷的含量， $\mu\text{g/g}$ ；

S_1 —样品峰面积；

c —标准溶液浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

S_2 —标准溶液峰面积；

V —样品定容体积， mL ；

m —样品质量， g 。

$$X = X_1 + X_2 + X_3 + X_4$$

式中：

X —样品中大豆异黄酮含量， $\mu\text{g/g}$ ；

X_1 —样品中染料木素含量， $\mu\text{g/g}$ ；

X_2 —样品中大豆苷元含量， $\mu\text{g/g}$ ；

X_3 —样品中染料木苷含量， $\mu\text{g/g}$ ；

X_4 —样品中大豆苷含量， $\mu\text{g/g}$ 。

【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. 大豆提取物：

项 目	指 标
来源	豆粕 应符合相关食品安全国家标准
制法	经提取（3倍量80%乙醇60℃保温提取3次，每次2 h）、浓缩、除糖、过滤、上柱（乙酰胺）、水洗脱、80%乙醇洗脱、浓缩、喷雾干燥（进口温度190～210℃，出口温度80～90℃）、过筛、包装等工艺制成
提取率，%	约20
感官要求	浅棕色粉末，具本品特有的气味，微苦，无异味，无肉眼可见外来杂质
大豆异黄酮，g/100g	≥20.0
粒度，目	80
水分，%	≤4.0
灰分，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5
总砷（以As计），mg/kg	≤0.3
黄曲霉毒素B ₁ ，μg/kg	≤5.0
溶剂残留，%	≤0.05
密度，g/100mL	50～62
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

3. 芦荟：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

4. 大豆油：应该符合GB/T 1535《大豆油》的规定。

5. 蜂蜡：应符合GB/T 24314《蜂蜡》的规定。

6. 聚山梨酯80：应符合GB 25554《食品安全国家标准 食品添加剂 聚氧乙烯（20）山梨醇酐单油酸酯（吐温80）》的规定。

7. 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。

8. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

9. 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。

确认打印

显示Office编辑区

返回上一页修改