

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20080278

紫榮牌苦瓜黄芪蜂胶胶囊

【原料】 黄芪、苦瓜冻干粉、蜂胶乙醇提取物、珍珠母粉、乳酸锌、吡啶甲酸铬

【辅料】 无

【生产工艺】 本品经提取（加水煎煮提取2次，分别10倍量2h、8倍量1.5h）、浓缩、减压干燥（<8 0℃，-0.08MPa）、粉碎、混合、装囊、包装、辐照灭菌（⁶⁰Co，4kGy）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】 食品包装用塑料瓶应符合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	内容物为灰色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，内容物为粉末
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
钙（以Ca计），g/100g	5.32~8.87	GB 5009.92 “第一法 火焰原子吸收光谱法”
锌（以Zn计），mg/100g	227.7~379.5	GB 5009.14
水分，g/100g	≤8.0	GB 5009.3
灰分，g/100g	≤19.8	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30	《中华人民共和国药典》
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

【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	≥2.1	1 总黄酮的测定
吡啶甲酸铬, mg/100g	75~125	2 吡啶甲酸铬的测定
总皂苷(以人参皂苷Re计), mg/100g	≥550	3 总皂苷的测定

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;

V_2 —试样定容总体积, mL。

计算结果保留二位有效数字。

2 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））

2.1 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：2.00~100 μ g/mL。

2.2 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。

2.3 试剂

2.3.1 甲醇：优级纯。

2.3.2 磷酸氢二钾、磷酸二氢钾：分析纯。

2.3.3 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100 μ g吡啶甲酸铬。

2.4 仪器设备

2.4.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）。

2.4.2 超声波清洗器。

2.4.3 离心机。

2.5 分析步骤

2.5.1 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0.45 μ m滤膜过滤后，备用。

2.5.2 液相色谱参考条件

2.5.2.1 色谱柱： C_{18} 柱，4.6 $\times$ 250mm。

2.5.2.2 柱温：室温。

2.5.2.3 紫外检测器：检测波长254nm。

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

2.5.2.5 流速：0.5mL/min。

2.5.2.6 进样量：10 μ L。

2.5.2.7 色谱分析：量取10 μ L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。

2.5.3 标准曲线制备 配制浓度为0.0、2.00、5.00、10.0、50.0、100 μ g/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。

2.5.4 分析结果表示

2.5.4.1 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， μ g/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。

2.5.4.2 结果表示：检测结果保留三位有效数字。

2.6 技术参数

2.6.1 准确度：方法的回收率在91.5%~98.4%之间

2.6.2 允许差：平行样测定相对误差 $\leq \pm 5\%$ 。

3 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））

3.1 试剂

3.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂, Sigma化学公司、U. S. A.。

3.1.2 正丁醇: 分析纯。

3.1.3 乙醇: 分析纯。

3.1.4 中性氧化铝: 层析用, 100~200目。

3.1.5 人参皂苷Re: 购自中国食品药品检定研究院。

3.1.6 香草醛溶液: 称取5g香草醛, 加冰乙酸溶解并定容至100mL。

3.1.7 高氯酸: 分析纯

3.1.8 冰乙酸: 分析纯

3.1.9 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。

3.2 仪器

3.2.1 比色计

3.2.2 层析柱

3.3 实验步骤

3.3.1 试样处理

3.3.1.1 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。

3.3.1.2 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, 用水浴溶解残渣, 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。

3.3.2 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3.3.1), 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。

3.3.3 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。

3.3.4 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“3.3.2柱层析…”起, 与试样相同。测定吸光度值。

3.4 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。

【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. 黄芪: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 苦瓜冻干粉

项 目	指 标
来源	苦瓜
制法	经清洗、去籽、榨汁、冻干、粉碎、过筛等主要工艺加工制成
感官要求	黄绿色
苦味素（以人参皂苷Re计），%	≥1.0
水分，%	≤10.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
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. 蜂胶乙醇提取物：应符合GB/T 24283《蜂胶》的规定。

4. 珍珠母粉

项 目	指 标
来源	珍珠母
制法	经清洗、烘干、粉碎等主要工艺加工制成
感官要求	类白色粉末
碳酸钙，%	≥80
酸不溶性灰分	≤4.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤5.0
总砷（以As计），mg/kg	≤2.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
镉（以Cd计），mg/kg	≤3.0
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

5. 乳酸锌：应符合GB 1903.11《食品安全国家标准 食品营养强化剂 乳酸锌》的规定。

6. 吡啶甲酸铬

项 目	指 标
来源	2-吡啶甲酸、三氯化铬
制法	经溶解、过滤、结晶、合成、洗涤等主要工艺加工制成
感官要求	深红色细小结晶性粉末
细度（以80目筛计），%	≥99.0
吡啶甲酸铬含量（以 $\text{Cr}(\text{C}_6\text{H}_4\text{NO}_2)_3$ 干基计），%	98.0~102.0
铬（以Cr计），%	12.18~12.66
六价铬	不得检出
氯化物（Cl），%	≤0.06
硫酸盐（ SO_4 ），%	≤0.2
重金属（以Pb计），%	≤0.001

砷（以As计），%	≤0.0005
干燥失重（105℃），%	≤4.0
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
