

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20110343

合辉牌蜂王浆蜂胶灵芝片（草莓味）

- 【原料】 蜂王浆冻干粉、灵芝提取物、蜂胶粉（蜂胶、淀粉）
- 【辅料】 微晶纤维素、乳糖、羧甲淀粉钠、二氧化硅、硬脂酸镁、草莓香精、薄膜包衣剂（羟丙甲纤维素、聚乙二醇400、滑石粉、葡萄糖、二氧化钛、苋菜红）
- 【生产工艺】 本品经过筛、混合、制粒、压片、包衣、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	包衣呈粉色，片芯呈灰色至灰褐色
滋味、气味	具本品特有的滋味和气味，无异味
性状	包衣片剂，外观完整光洁
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，%	≤8	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《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	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19
苋菜红，g/kg	≤0.3	GB 5009.35

【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	$\leq 0/25\text{g}$	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25\text{g}$	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
粗多糖（以葡聚糖计），g/100g	≥ 1.4	1 粗多糖的测定
10-羟基- α -癸烯酸，g/100g	≥ 1.2	2 10-羟基- α -癸烯酸的测定

1 粗多糖的测定

1.1 试剂

除特殊注明外，所用试剂均为分析纯；所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

1.1.1 乙醇溶液（800mL/L）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

1.1.2 氢氧化钠溶液（100g/L）：称取100g氢氧化钠，加水溶解并稀释至1L，加入固体无水硫酸钠至饱和，备用。

1.1.3 铜储备溶液：称取3.0gCuSO₄·5H₂O、30.0g柠檬酸钠，加水溶解并稀释至1L，混匀，备用。

1.1.4 铜试剂溶液：取铜储备溶液50mL，加水50mL，混匀后加入固体无水硫酸钠12.5g并使其溶解。临用新配。

1.1.5 洗涤剂：取水50mL，加入10mL铜试剂溶液、10mL氢氧化钠溶液，混匀。

3.1.1.6 硫酸溶液（100mL/L）：取100mL浓硫酸加入到800mL左右水中，混匀，冷却后稀释至1L。

1.1.7 苯酚溶液（50g/L）：称取精制苯酚5.0g，加水溶解并稀释至100mL，混匀。溶液置冰箱中可保存1个月。

1.1.8 葡聚糖标准储备液：精密称取分子量500000、干燥至恒重的葡聚糖标准品0.5000g，用水溶解并定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液1mL含葡聚糖10.0mg。

1.1.9 葡聚糖标准使用液：吸取葡聚糖标准储备液1.0mL，置于100mL容量瓶中，加水至刻度，混匀，置冰箱中保存。此溶液1mL含葡聚糖0.10mg。

1.2 仪器

1.2.1 分光光度计

1.2.2 离心机

1.2.3 旋转混匀器

1.3 标准曲线的制备：精密吸取葡聚糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL（相当于葡聚糖0、0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10mg），分别置于25mL比色管中，准确补充水至2.0mL，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，在旋转混匀器上混匀，小心加入浓硫酸10.0mL，于旋转混匀器上小心混匀，置沸水浴中煮沸2min，冷却后用分光光度计在485nm波长处，以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值。以葡聚糖浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

1.4 样品处理

1.4.1 样品提取：准确取样品2.0g，置于100mL容量瓶中，加水80mL，于沸水浴上加热2h，冷却至室温后加水至刻度，混匀，过滤，弃去初滤液，收集续滤液供沉淀粗多糖。

1.4.2 沉淀粗多糖：精密取样品5.0mL，置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀后，以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用800mL/L乙醇溶液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复操作3~4次。残渣用水溶解并定容至5.0mL，混匀后，供沉淀葡聚糖。

1.4.3 沉淀葡聚糖：精密取上述溶液2mL，置于20mL离心管中，加入100g/L氢氧化钠溶液2.0mL、铜试剂溶液2.0mL，于沸水浴中煮沸2min，冷却后以3000r/min离心5min，弃上清液。残渣用洗涤液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复3次操作后，残渣用100mL/L硫酸溶液2.0mL溶解并转移至50mL容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。此溶液为样品测定液。

1.5 样品测定：精密吸取样品测定液2.0mL，置于25mL比色管中，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，在旋转混匀器上混匀后，小心加入浓硫酸10.0mL，于旋转混匀器上小心混匀，置沸水浴中煮沸2min，冷却至室温后用分光光度计在485nm波长处，以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值。从标准曲线上查出葡聚糖质量，计算样品粗多糖含量。同时做样品空白实验。

1.6 结果计算

$$X = \frac{W_1 - W_2}{M \times V_2 / V_1 \times V_4 / V_3 \times V_6 / V_5}$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），mg/g；

M—样品质量，g；

W_1 —样品测定液中葡萄糖的质量，mg；

W_2 —样品空白液中葡萄糖的质量，mg；

V_1 —样品提取液总体积，mL；

V_2 —沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；

V_3 —粗多糖溶液体积，mL；

V_4 —沉淀葡萄糖所用粗多糖溶液体积，mL；

V_5 —样品测定液总体积，mL；

V_6 —测定用样品测定液体积，mL。

2 10-羟基- α -癸烯酸的测定

2.1 试剂

2.1.1 甲醇：色谱纯。

2.1.2 水：三蒸水。

2.1.3 二氯甲烷：分析纯。

2.1.4 磷酸：优级纯。

2.1.5 10-羟基- α -癸烯酸（10-HDA）标准品：购自中国食品药品检定研究院。

2.1.6 30%氢氧化钠。

2.1.7 1mol/L盐酸。

2.1.8 标准溶液：准确称取10-羟基- α -癸烯酸标准品12.5mg于25mL容量瓶中，用甲醇溶液摇匀并稀释至刻度，此储备液每1mL含10-羟基- α -癸烯酸0.5mg。

2.2 仪器

2.2.1 液相色谱仪。

2.2.2 超声振荡器。

2.2.3 微孔过滤器（滤膜0.45 μ m）。

2.3 样品处理：准确称取100~200mg样品于25mL容量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度，超声助溶，过滤，弃去初滤液，准确吸取0.1~0.2mL续滤液于10mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度。

2.4 色谱条件

2.4.1 色谱柱：Hypersil ODS₂，4.6 $\times$ 200mm，5 μ m。

2.4.2 流动相：甲醇-水-磷酸=50:50:0.2（v/v）。

2.4.3 检测波长及灵敏度：210nm，0.001。

2.4.4 流速：1mL/min。

2.4.5 进样量：10~20 μ L。

2.5 标准曲线的绘制：分别准确吸取储备液0.1、0.2、0.3、0.4、0.6mL于10mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，使10-羟基- α -癸烯酸为5、10、15、20、30 μ g/mL，各取10 μ L注入高效液相色谱仪中，以10-羟基- α -癸烯酸峰面积为纵坐标，标准浓度为横坐标，绘制标准曲线。

2.6 样品测定：以上样品提取液经滤膜（0.45 μ m）精滤后，取10~20 μ L于高效液相色谱仪进样测定，记录组分峰面积，在标准曲线上查出相应的10-羟基- α -癸烯酸的质量。

2.7 结果计算

$$m_1 \times n$$

X = (m1/n) / (m/1000000) × 100

式中：

- X—样品中10-羟基-α-癸烯酸含量，g/100g；
- m₁—由标准曲线上查出相应的10-羟基-α-癸烯酸质量，μg；
- n—稀释倍数；
- m—样品质量，g；
- 1000000—μg换算成g的换算系数。

【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”项下片剂的规定。

【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. 灵芝提取物

项 目	指 标
来源	灵芝（ <i>Ganoderma lucidum</i> ） 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（15倍纯化水100℃提取2次，每次2 h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度170～180℃，出风温度80～90℃）、过筛、包装等主要工艺加工制成
提取率，%	约7
感官要求	棕褐色粉末
细度，目	80
多糖，%	≥10
水分，%	≤5
灰分，%	≤5
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
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
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. 蜂胶粉（蜂胶、淀粉）：

项 目	指 标
来源	蜂胶、淀粉
制法	经冷冻（-18℃）、低温粉碎（-5℃）、提取（8倍75%乙醇60℃提取2次，第1次2h，第2次1h）、浓缩、混合、干燥（50～60℃）、冷冻（-18℃）、低温粉碎（-5℃）、包装等主要工艺加工制成
感官要求	棕褐色粉末
细度，目	80
总黄酮，%	≥8
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

4. 微晶纤维素：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

5. 乳糖：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 羧甲淀粉钠：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

7. 二氧化硅：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

8. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

9. 草莓香精：应符合GB 30616《食品安全国家标准 食品用香精》的规定。

10. 薄膜包衣剂（羟丙甲纤维素、聚乙二醇400、滑石粉、葡萄糖、二氧化钛、苋菜红）：

项 目	指 标
来源	羟丙甲纤维素、聚乙二醇400、滑石粉、葡萄糖、二氧化钛、苋菜红
制法	经配料、投料、混合、粉碎、过筛、总混、包装等主要工艺加工制成
感官要求	粉色粉末
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
