

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20050832

巨擘牌蜂胶桑叶软胶囊

- 【原料】 桑叶提取物、蜂胶、苦瓜提取物、葡萄籽提取物、吡啶甲酸铬
- 【辅料】 大豆油、明胶、甘油、纯化水
- 【生产工艺】 本品经提取（蜂胶用4倍量的95%乙醇85℃回流提取3～4h）、浓缩、干燥（60～70℃）、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】 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	囊皮透明，内容物呈棕色
滋味、气味	具蜂胶特有的气味
性状	软胶囊，完整光洁，无粘结、无破损；内容物为油状物
杂质	无正常视力可见的外来异物

【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， %	≤5.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30	《中华人民共和国药典》
酸价，mgKOH/g	≤4.0	GB 5009.229
过氧化值，g/100g	≤0.10	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
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	≤30000	GB4789.2
大肠菌群，MPN/g	≤0.92	GB4789.3 MPN计数法
霉菌和酵母，CFU/g	≤50	GB4789.15
沙门氏菌	≤0/25g	GB4789.4
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10

【功效成分含量测定】应符合表4的规定。

表4 功效成分含量测定

项 目	指 标	检测方法
总黄酮（以芦丁计），g/100g	≥0.98	1 总黄酮的测定
原花青素，g/100g	≥2.08	2 原花青素的测定
吡啶甲酸铬，mg/100g	32~45	3 吡啶甲酸铬的测定

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;

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。

2 原花青素的测定(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原花青素的测定方法。

本方法适用于保健食品中原花青素的含量测定。

本方法最低检出量为 $3\mu\text{g}$, 最低检出浓度为 $3\mu\text{g/mL}$ 。

本方法最佳线性范围: $3\sim 150\mu\text{g/mL}$ 。

2.2 原理: 原花青素是含有儿茶素和表儿茶素单元的聚合物。原花青素本身无色, 但经过用热酸处理后, 可以生成深红色的花青素离子。本法用分光光度法测定原花青素在水解过程中生成的花青素离子。计算试样中原花青素含量。

2.3 试剂

2.3.1 甲醇: 分析纯。

2.3.2 正丁醇: 分析纯。

2.3.3 盐酸: 分析纯。

2.3.4 硫酸铁铵: $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 溶液: 用浓度为 2mol/L 盐酸配成 2% (w/v) 的溶液。

2.3.5 原花青素标准品: 葡萄籽提取物, 纯度 95% 。

2.4 仪器

2.4.1 分光光度计。

2.4.2 回流装置。

2.5 分析步骤

2.5.1 试样的制备

2.5.1.1 片剂: 取20片试样, 研磨成粉状。

2.5.1.2 胶囊: 挤出20粒胶囊内容物, 研磨或搅拌均匀, 如内容物含油, 应将内容物尽可能挤出。

2.5.1.3 口服液: 摇匀后取样。

2.5.2 提取

2.5.2.1 粉状试样: 称取 $50\sim 100\text{mg}$ 试样, 置于 50mL 容量瓶中, 加入 30mL 甲醇, 超声处理 20min , 放冷至室温后, 加甲醇至刻度, 摇匀, 离心或放置至澄清后取上清液备用。

2.5.2.2 含油试样: 称取 50mg 试样, 置于小烧杯中, 用 20mL 甲醇分数次搅拌, 将原花青素洗入 50mL 容量瓶中, 直至甲醇提取液无色, 加甲醇至刻度, 摇匀。

2.5.2.3 口服液: 吸取适量样液(取样量不超过 1mL), 置于 50mL 容量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀。

2.5.3 测定

2.5.3.1 标准曲线: 称取原花青素标准品 10.0mg 溶于 10mL 甲醇中, 吸取该溶液 0 、 0.1 、 0.25 、 0.5 、 1.0 、 1.5mL , 置于 10mL 容量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀。各取 1mL 测定。与试样测定方法相同。

2.5.3.2 试样测定: 将正丁醇与盐酸按 $95:5$ 的体积比混合后, 取出 6mL 置于具塞锥形瓶中, 再加入 0.2mL 硫酸铁铵溶液和 1mL 试样溶液, 混匀, 置沸水浴回流, 精确加热 40min 后, 立即置冰水中冷却, 在加热完毕 15

min后,于546nm波长处测吸光度,由标准曲线计算试样中原花青素的含量。显色在1小时内稳定。

2.6 分析结果表述:试样中原花青素测定结果按(1)式计算。

2.6.1 计算:

$$X(\%) = \frac{m_1 \times v \times 1000}{m \times 1000 \times 1000} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中:

X—试样中原花青素的百分含量, g/100g;

m_1 —反应混合物中原花青素的量, μg ;

v—待测样液的总体积, mL;

m—试样的质量, mg。

2.6.2 结果表示:计算结果保留三位有效数字。

2.7 技术参数

2.7.1 相对标准偏差: <10%。

2.7.2 回收率: 84.6~94.4%。

3 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))

3.1 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 $\mu\text{g/mL}$ 。

3.2 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。

3.3 试剂

3.3.1 甲醇:优级纯。

3.3.2 磷酸氢二钾、磷酸二氢钾:分析纯。

3.3.3 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 μg 吡啶甲酸铬。

3.4 仪器设备

3.4.1 高效液相色谱仪:附紫外检测器(UV)。

3.4.2 超声波清洗器。

3.4.3 离心机。

3.5 分析步骤

3.5.1 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 μm 滤膜过滤后,备用。

3.5.2 液相色谱参考条件

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

3.5.2.2 柱温:室温。

3.5.2.3 紫外检测器:检测波长254nm。

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

3.5.2.5 流速: 0.5mL/min。

3.5.2.6 进样量: 10 μL 。

3.5.2.7 色谱分析:量取10 μL 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。

3.5.3 色谱图

在上述色谱条件下,吡啶甲酸铬的保留时间为7.023。

3.5.4 标准曲线制备 配制浓度为0.0、2.00、5.00、10.0、50.0、100μg/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。

3.5.5 分析结果表示

3.5.5.1 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，μg/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。

3.5.5.2 结果表示：检测结果保留三位有效数字。

3.6 技术参数

3.6.1 准确度：方法的回收率在91.5%~98.4%之间

3.6.2 允许差：平行样测定相对误差≤±5%。

【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. 桑叶提取物

项 目	指 标
来源	桑叶 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（分别8、6、4倍70%乙醇80℃提取3次，每次1.5h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度130~160℃，出风温度60~80℃）、粉碎、过筛等主要工艺加工制成
提取率，%	13~15
感官要求	棕色粉末
目数	80目
野尻霉素，%	≥2.5
干燥失重，%	≤10.0
重金属（以Pb计），mg/kg	≤1.5
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠杆菌	不得检出
霉菌和酵母，CFU/g	≤50

沙门氏菌	≤0/25g
------	--------

2. 蜂胶：应符合GB/T 24283《蜂胶》的规定。

3. 苦瓜提取物

项 目	指 标
来源	苦瓜 应符合相关食品安全国家标准
制法	经提取（分别8、6、4倍80%乙醇80℃提取3次，每次1h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度130~160℃，出风温度60~80℃）、粉碎、过筛等主要工艺加工制成
提取率，%	6~8
感官要求	黄色粉末
目数	80目
苦瓜素，%	≥10
干燥失重，%	≤6.0
灰分，%	≤10
重金属（以Pb计），mg/kg	≤1.5
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠杆菌	不得检出
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g

4. 葡萄籽提取物

项 目	指 标
来源	葡萄籽 应符合相关食品安全国家标准
制法	经提取（分别8、8、4倍80%乙醇≤75℃提取3次，每次1h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度130~160℃，出风温度60~80℃）、粉碎、过筛等主要工艺加工制成
提取率，%	15~18
感官要求	浅棕色粉末
目数	80目
水中不溶物，%	≤5.0
原花青素，%	≥90
干燥失重，%	≤5.0
灰分，%	≤1.0
重金属（以Pb计），mg/kg	≤1.5
砷（以As计），mg/kg	≤1.0
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50

5. 吡啶甲酸铬

--	--

项 目	指 标
来源	甲基吡啶、三价铬化合物
制法	甲基吡啶氧化成的吡啶甲酸与三价铬化合物络合产物经纯化、分离、干燥等主要工艺加工制成
吡啶甲酸铬含量（以 $\text{Cr}(\text{C}_6\text{H}_4\text{NO}_2)_3$ 计），%	≥ 98.0
六价铬	不得检出
水分，%	≤ 4.0
细度（通过180mm试验筛），%	≥ 95
重金属（以Pb计），%	≤ 1.5
砷（以As计），mg/kg	≤ 1.0

6. 大豆油：应该符合GB/T 1535《大豆油》的规定。
7. 明胶、甘油、纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-