

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20130334

知蜂堂牌蜂胶王浆灵芝片

- 【原料】 蜂王浆冻干粉、灵芝提取物、蜂胶粉
- 【辅料】 微晶纤维素、乳糖、羧甲淀粉钠、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、柠檬黄、日落黄）、二氧化硅、硬脂酸镁、香橙香精
- 【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】 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	包衣呈黄色，片芯呈灰色至灰褐色
滋味、气味	具本品特有的滋味与气味，无异味
性状	包衣片，外观完整光洁、色泽均匀
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	≤0. 5	GB 5009. 12
总砷(以As计)，mg/kg	≤0. 3	GB 5009. 11

总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.1	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
柠檬黄, g/kg	≤0.3	GB 5009.35
日落黄, 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	≤1000	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
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 原理：样品中相对分子量大于 1×10^4 的高分子物质在80%乙醇溶液中沉淀，与水溶液中单糖和低聚糖分离，用碱性二价铜试剂选择性地从其他高分子物质中沉淀具有葡聚糖结构的多糖，与苯酚-硫酸反应以碳水化合物形式比色测定其含量，其显色强度与粗多糖中葡聚糖的含量成正比，以此计算样品中粗多糖含量。

1.2 试剂

除特殊注明外，本方法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。

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

1.2.2 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。

1.2.3 铜储备液：称取3.0g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、30.0g柠檬酸钠，加水溶解并稀释至1L，混匀，备用。

1.2.4 铜试剂溶液：取铜储备液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。

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

1.2.6 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。

1.2.7 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。

1.2.8 葡聚糖标准储备溶液：精密称取干燥至恒重分子量500000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。

1.2.9 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。

1.3 仪器

1.3.1 分光光度计。

1.3.2 离心机。

1.3.3 旋转混匀器。

1.4 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。

1.5 样品处理

1.5.1 样品提取：准确取样品2.0g，置于100mL容量瓶中，加水80mL，置沸水浴上加热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。

1.5.2 沉淀粗多糖：精密取1.5.1项续滤液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。

1.5.3 沉淀葡聚糖：精密取1.5.2项终溶液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，置沸水浴中煮沸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。

1.6 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。

1.7 结果计算

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

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡聚糖计），mg/g；

M—样品称取量，g；

W_1 —样品测定液中葡聚糖的质量，mg；

W_2 —样品空白液中葡聚糖质量，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 —沉淀葡聚糖所用粗多糖溶液体积，mL；

V_5 —样品测定液总体积，mL；

V_6 —测定用样品测定溶液体积，mL。

2 10-羟基- α -癸烯酸的测定

2.1 原理：样品中10-羟基- α -癸烯酸（10-HDA）用甲醇或二氯甲烷提取，于高效液相色谱仪中反相分离后，紫外检测，外标法定量。

2.2 试剂

2.2.1 甲醇：色谱纯。

2.2.2 水：三蒸水。

2.2.3 二氯甲烷：分析纯。

2.2.4 磷酸：优级纯。

2.2.5 10-羟基- α -癸烯酸标准品：购自中国食品药品检定研究院。

2.2.6 30%氢氧化钠。

2.2.7 1mol/L盐酸。

2.2.8 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。

2.3 仪器

2.3.1 液相色谱仪。

2.3.2 超声振荡器。

2.3.3 微孔过滤器（滤膜0.45 μ m）。

2.4 色谱条件

2.4.1 色谱柱：Hypersil ODS₂，4.6mm $\times$ 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：210nm。

2.4.4 灵敏度：0.001。

2.4.5 流速：1mL/min。

2.4.6 进样量：10~20 μ L。

2.5 标准曲线的制备：分别准确吸取标准储备液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，绘制标准曲线图。

2.6 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。

2.7 样品测定：以上样品提取液经0.45 μ m滤膜精滤后，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。

2.8 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times n}{m \times 1000000} \times 100$$

式中：

X—样品中10-羟基- α -癸烯酸含量，g/100g；

m_1 —由标准曲线上查出相应的10-羟基- α -癸烯酸质量， μ g；

n—稀释倍数；

m—样品质量，g；

1000000— μ g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

灵芝提取物的质量标准

项 目	指 标
来源	灵芝 (<i>Ganoderma lucidum</i> (Leyss. ex Fr.) Karst.) ; 应符合《中华人民共和国药典》的要求。
制法	经粉碎、提取（第一次加5倍量水、第二、三次加4倍量水煮沸提取3次，每次45min以上）、减压浓缩、喷雾干燥（进风温度120±5℃，出风温度80±2℃）、过筛、混合、包装等主要工艺加工制成。
提取率，%	6~8
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	≤0.5
总砷（以As计），mg/kg	≤0.3
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.1
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
菌落总数，CFU/g	≤1000
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

蜂胶粉的质量标准

项 目	指 标
来源	蜂胶
制法	经冷冻（-18℃，48h）、低温粉碎、提取（8倍量75%乙醇60℃提取2次，第一次2h，第二次1h）、浓缩、混合（淀粉）、干燥（50~60℃）、冷冻（-18℃，48h）、低温粉碎、包装等主要工艺加工制成。
提取率，%	40~60
感官要求	棕褐色粉末
细度，目	80
总黄酮，%	≥8
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5
总砷（以As计），mg/kg	≤0.3
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.1
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GB 1886.103《食品安全国家标准 食品添加剂 微晶纤维素》的规定。

5. 乳糖：应符合GB 25595《食品安全国家标准 乳糖》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. 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、柠檬黄、日落黄）

薄膜包衣剂的质量标准

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、柠檬黄、日落黄
制法	经称量、预混（18min）、终混（18min）、过筛（60目）、包装制得
得率，%	90~100
感官要求	黄色粉末
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5
总砷（以As计），mg/kg	≤0.3
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.1
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

8. 二氧化硅：应符合GB 25576《食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化硅》的规定。

9. 硬脂酸镁：应符合GB 1886.91《食品安全国家标准 食品添加剂 硬脂酸镁》的规定。

10. 香橙香精：应符合GB 30616《食品安全国家标准 食品用香精》的规定。

确认打印

显示Office编辑区

返回上一页修改