

国家食品药品监督管理总局

保健食品产品技术要求

BJG20130720

石药牌蜂胶番茄红素维生素E富硒酵母软胶囊

shiyaopaifengjiaofanqiehongsuweishengsuEfuxijiaomuruanjiaonang

【配方】 番茄红素油树脂、蜂胶、天然维生素E、富硒酵母、大豆油、蜂蜡、明胶、甘油、二氧化钛、胭脂红、纯化水

【生产工艺】 本品经粉碎、过筛、混合、压丸、干燥、包装等主要工艺加工制成。

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

| 项 目   | 指 标                      |
|-------|--------------------------|
| 色泽    | 囊皮呈暗红色，内容物呈红褐色           |
| 滋味、气味 | 具本品特有滋味、气味，无异味           |
| 性状    | 软胶囊，表面光洁，无破损、无粘连；内容物为油状物 |
| 杂质    | 无外来可见杂质                  |

【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，%          | ≤2    | GB 5009.4             |
| 崩解时限，min      | ≤60   | 《中华人民共和国药典》（2010年版）一部 |
| 酸价，mgKOH/g    | ≤3    | GB/T 5009.37          |
| 过氧化值，g/100g   | ≤0.25 | GB/T 5009.37          |
| 铅（以Pb计），mg/kg | ≤1.5  | GB 5009.12            |
| 砷（以As计），mg/kg | ≤1.0  | GB/T 5009.11          |
| 汞（以Hg计），mg/kg | ≤0.3  | GB/T 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B1, $\mu\text{g/kg}$ | $\leq 5.0$ | GB/T 5009.22 |
| 二氧化钛, $\text{g/kg}$       | $\leq 2.0$ | GB/T 21912   |
| 胭脂红, $\text{g/kg}$        | $\leq 0.5$ | GB/T 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                                          |
|--------------------------------|-------------|-----------------------------------------------|
| 细菌总数, cfu/g                    | $\leq 1000$ | GB 4789.2                                     |
| 大肠菌群, MPN/100g                 | $\leq 40$   | GB/T 4789.3-2003                              |
| 霉菌, cfu/g                      | $\leq 25$   | GB 4789.15                                    |
| 酵母, cfu/g                      | $\leq 25$   | GB 4789.15                                    |
| 致病菌（指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌、溶血性链球菌） | 不得检出        | GB 4789.4、GB/T 4789.5、GB 4789.10、GB/T 4789.11 |

【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          |
|----------------------------|------------|---------------|
| 番茄红素, $\text{g/100g}$      | $\geq 1.0$ | 1 番茄红素的测定     |
| 总黄酮（以芦丁计）, $\text{g/100g}$ | $\geq 2.3$ | 2 总黄酮的测定      |
| 白杨素, $\text{mg/100g}$      | $\geq 270$ | 3 白杨素、高良姜素的测定 |
| 高良姜素, $\text{mg/100g}$     | $\geq 270$ | 3 白杨素、高良姜素的测定 |
| 维生素E, $\text{g/100g}$      | 1.5~2.8    | GB/T 5009.82  |
| 硒（以Se计）, $\text{mg/100g}$  | 0.8~1.5    | GB 5009.93    |

## 1 番茄红素的测定

1.1 原理：根据番茄红素易溶于二氯甲烷等溶剂的理化特性，样品经2,6-二叔丁基对甲酚-二氯甲烷溶液提取、定容、过滤后进高效液相色谱仪，经反相色谱分离后，由紫外检测器检测，根据保留时间和峰面积进行定性和定量。

### 1.2 试剂

1.2.1 乙腈：色谱纯

1.2.2 甲醇：色谱纯

1.2.3 二氯甲烷：分析纯

1.2.4 2,6-二叔丁基对甲酚：分析纯

1.2.5 环己烷：分析纯

1.2.6 2,6-二叔丁基对甲酚-二氯甲烷溶液：准确称量2.5g 2,6-二叔丁基对甲酚，置于500mL玻璃容器中，加500mL二氯甲烷溶解，摇匀，密闭避光放置，可稳定储存3个月。

1.2.7 番茄红素对照品溶液：精密称取番茄红素对照品（购自Sigma-Aldrich公司，纯度 $\geq 90\%$ ）适量，置于50mL棕色容量瓶中，加10mg 2,6-二叔丁基对甲酚，用二氯甲烷溶解，摇匀，制成每1mL含番茄红素0.1mg的溶液，即得。此溶液临用现配。由于番茄红素不稳定，使用前需使用紫外可见分光光度计标定其含量。番茄红素对照品溶液在 $-20^{\circ}\text{C}$ 可储存24h。

### 1.3 仪器

#### 1.3.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器

#### 1.3.2 超声波清洗器

### 1.4 色谱条件

#### 1.4.1 色谱柱：ODS $C_{18}$ 柱，250mm×4.6mm，5 $\mu$ m。

#### 1.4.2 流动相：甲醇-乙腈=1:1

#### 1.4.3 柱温：30℃

#### 1.4.4 检测波长：472nm

#### 1.4.5 流速：1.0mL/min

#### 1.4.6 进样量：10 $\mu$ L

1.5 样品处理：称取0.1g均匀样品（精确称量至0.001g），置于50mL棕色容量瓶中，加2,6-二叔丁基对甲酚-二氯甲烷溶液40mL，超声提取30min，加2,6-二叔丁基对甲酚-二氯甲烷溶液至刻度，摇匀，过0.45 $\mu$ m滤膜，滤液备用。

1.6 番茄红素对照品溶液的标定：转移1.0mL ( $V_D$ ) 番茄红素对照品溶液于100mL ( $V_E$ ) 棕色容量瓶中，用环己烷定容至刻度，以环己烷作参比，于476nm波长处测定对照品溶液吸光度值。

$$C_{ST} = 1000 \times A \times D / 331$$

式中：

$C_{ST}$ —对照品溶液中番茄红素浓度， $\mu$ g/mL；

A—对照品溶液于476nm波长处的吸光度值；

D—稀释因子 $V_E/V_D$ ；

1000—比例因子；

331—番茄红素在环己烷中的吸光系数。

1.7 标准曲线的绘制：分别吸取番茄红素对照品溶液，用二氯甲烷稀释并在棕色容量瓶中定容，得浓度分别为0.2、0.5、1.0、5.0、10.0、20.0、50.0、100.0 $\mu$ g/mL的标准系列。

1.8 色谱分析：取对照品溶液及样品溶液注入色谱仪中，以保留时间定性，以样品峰面积与对照品峰面积比较定量。

### 1.9 结果计算

$$X = C \times V \times 100 / (m \times 1000)$$

式中：

X—样品中番茄红素的含量，g/100g；

C—根据标准曲线查得样品溶液中番茄红素浓度， $\mu$ g/mL；

V—样品的定容体积，mL；

m—样品质量，mg。

## 2 总黄酮的测定

2.1 样品处理：称取0.5g均匀样品（精确称量至0.001g），加乙醇定容至25mL，摇匀后超声提取20min，静置。吸取上清液1.0mL于蒸发皿中，加入5mL乙醇及1g聚酰胺粉，用玻璃棒混匀吸附，于60℃水浴上挥去乙醇，然后转入层析柱中。量取20mL苯液，清洗蒸发皿，再将苯液转入层析柱中，分3次完成。15min后开启层析柱活塞，弃去苯液。量取20mL甲醇，分3次清洗蒸发皿，再将甲醇转入层析柱，15min后开启层析柱活塞，将黄酮洗脱于25mL容量瓶中，用甲醇定容。以甲醇作参比，于360nm波长处测定吸光度值，同时以芦丁为对照品，用标准曲线法定量。

2.2 余同《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版）中“保健食品中总黄酮的测定”规定的方法。

## 3 白杨素和高良姜素的测定

3.1 对照品溶液的制备：精密称取白杨素对照品、高良姜素对照品（中国食品药品检定研究院，纯度100%）适量，加甲醇分别制成每1mL含白杨素30 $\mu$ g、高良姜素20 $\mu$ g的溶液，即得。

3.2 供试品溶液的制备：称取0.5g均匀样品（精确至0.001g），置于50mL容量瓶中，以甲醇溶解，超声提取15min，放至室温，定容，摇匀，过0.45 $\mu$ m滤膜，取续滤液，即得。

### 3.3 色谱条件

#### 3.3.1 色谱柱：ODS $C_{18}$ 柱，250mm×4.6mm，5 $\mu$ m。

3.3.2 流动相：甲醇-0.15%磷酸溶液=62:38

3.3.3 柱温：30℃

3.3.4 检测波长：268nm

3.3.5 流速：1.0mL/min

3.3.6 进样量：10μL

3.4 测定：取对照品溶液及样品溶液注入色谱仪中，以保留时间定性，以样品峰面积与对照品峰面积比较定量。

3.5 结果计算

$$X = \frac{A_{\text{样}} \times M_{\text{对}} \times V_{\text{样}}}{A_{\text{对}} \times M_{\text{样}} \times V_{\text{对}}}$$

式中：

X—样品中白杨素或高良姜素的含量，g/100g；

$A_{\text{对}}$ —白杨素或高良姜素对照品峰面积；

$A_{\text{样}}$ —样品中白杨素或高良姜素峰面积；

$M_{\text{对}}$ —白杨素或高良姜素对照品质量，mg；

$M_{\text{样}}$ —样品质量，mg；

$V_{\text{对}}$ —白杨素或高良姜素对照品定容体积，mL；

$V_{\text{样}}$ —样品定容体积，mL。

【保健功能】 增强免疫力

【适宜人群】 免疫力低下者

【不适宜人群】 婴幼儿、少年儿童、孕妇、乳母

【食用方法及食用量】 每日2次，每次2粒

【规格】 500mg/粒

【贮藏】 阴凉干燥处保存

【保质期】 24个月

---