

附2

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20150626

健博尔牌蜂胶紫苏软胶囊

- 【原料】 蜂胶粉、紫苏籽油
- 【辅料】 蜂蜡、明胶、纯化水、甘油、可可壳色、二氧化钛
- 【生产工艺】 本品经过筛、混合、均质、压丸、干燥、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	囊皮呈浅棕色至黑色，内容物呈棕色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	软胶囊，完整光洁，无粘连；内容物为油性膏状物
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
α -亚麻酸，g/100g	≥ 36	1 α -亚麻酸、亚油酸的测定
亚油酸，g/100g	≥ 7.8	1 α -亚麻酸、亚油酸的测定
灰分，%	≤ 9	GB 5009.4
崩解时限，min	≤ 30	《中华人民共和国药典》
酸价，mgKOH/g	≤ 12	GB 5009.229
过氧化值，g/100g	≤ 0.25	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
黄曲霉毒素B ₁ , μg/kg	≤10	GB 5009.22

1 α-亚麻酸、亚油酸的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版）中“保健食品中α-亚麻酸、γ-亚麻酸的测定”）

1.1 范围

本方法规定了保健食品中α-及γ-亚麻酸的测定方法。

本方法适用于油脂保健食品中α-及γ-亚麻酸含量的测定。

本标准还适用于油脂保健食品中C₁₆~C₂₂不饱和脂肪酸和角鲨烯含量的测定。

本方法最低检出量：γ-亚麻酸为0.050μg、α-亚麻酸为0.030μg。

本方法最佳线性范围：0~0.50mg/mL。

1.2 原理：将油脂试样（或试样提取的脂肪），经氢氧化钾皂化，在三氟化硼存在下甲醇酯化，然后用气相色谱仪分析，采用外标法定量。

1.3 试剂

所用试剂除注明外均为分析纯

1.3.1 正己烷：沸点68.7℃。

1.3.2 0.5mol/L氢氧化钾甲醇溶液：称取28g KOH溶于1000mL甲醇。

1.3.3 三氟化硼甲醇溶液（1+4）：取40%三氟化硼乙醚溶液1份，加甲醇4份，混匀即可。

1.3.4 α-亚麻酸甲酯>99.0%。

1.3.5 γ-亚麻酸甲酯>99.0%。

1.3.6 标准储备液：称0.0250g的α-亚麻酸甲酯及0.0250g的γ-亚麻酸甲酯标准品，分别用正己烷溶解，并定容于25mL容量瓶中，混匀，浓度分别为1.0mg/mL。

1.3.7 标准使用液：分别取α-亚麻酸甲酯及γ-亚麻酸甲酯标准储备液各5.0mL，置于10mL的容量瓶中，混匀，α-亚麻酸甲酯和γ-亚麻酸甲酯的含量为0.5mg/mL。

1.4 仪器

1.4.1 气相色谱仪：附氢火焰（FID）检测器。

1.4.2 数据处理机或积分仪。

1.4.3 分析天平：1/10000。

1.4.4 分析天平：1/1000。

1.4.5 加热式磁力搅拌器。

1.4.6 标准磨口烧瓶（50mL）和直形冷凝管。

1.5 分析步骤

1.5.1 试样制备

1.5.1.1 脂肪的提取：按GB/T 5009.6中规定的方法提取。

1.5.1.2 皂化：称取0.100g油脂（或脂肪）和磁力搅拌子一并放入50mL磨口烧瓶中（见图1），加入4mL 0.5mol/L氢氧化钾甲醇溶液，上部连接回流冷凝管，并固定于磁力搅拌器上，由冷凝管上口向溶液导入氮气；使反应瓶中始终充满氮气。开启磁力搅拌器，并加热使反应液保持65±5℃，搅拌回流约15min。

1.5.1.3 甲酯化：从冷凝管上部加入4mL三氟化硼甲醇溶液，搅拌（65±5℃），回流约2min，冷至室温，从冷凝管上部加入5mL正己烷继续搅拌5min，移去冷凝管，加入5mL饱和氯化钠水溶液，摇动数分钟，转移至25mL分液漏斗中分离水与有机相，再加3mL正己烷洗水相，分离，弃水相，合并有机相并定容至10mL（浓度低时吹氮浓缩至1.0mL）。供测定用。

1.5.2 气相色谱参考条件

1.5.2.1 色谱柱：FFAP（改性聚乙二醇20M，30m×0.25mm i.d. 0.25μm）。

1.5.2.2 柱箱温度：215℃。

1.5.2.3 进样口温度：250℃。

1.5.2.4 检测器温度：260℃。

1.5.2.5 氮气：50mL/min，30:1分流；氢气：45mL/min；空气：500mL/min。

1.5.3 定性分析：在上述仪器条件下，分别取标准使用液和试样测定液1.0μL，注入气相色谱仪，以保留时间来确定α-及γ-亚麻酸甲酯。

- 1.5.4 定量分析：试样中α或γ-亚麻酸甲酯色谱峰面积或峰高与标准的比较定量。
- 1.6 分析结果：试样中α或γ-亚麻酸测定结果按（1）式计算
- 1.6.1 计算

$$\chi(\%) = \frac{A_1/A_2 \times \rho \times v}{m \times 1000} \times 0.952 \times 100\%$$

(1)

式中：

- χ—α或γ-亚麻酸含量，%；
- A₁—试样中α或γ-亚麻酸甲酯色谱峰面积或峰高；
- A₂—标准使用液色谱峰面积或峰高；
- ρ—标准使用液浓度，mg/mL；
- v—正己烷定容体积，mL；
- m—试样质量，g；
- 0.952—亚麻酸换算系数。

脂肪试样再换算原保健食品试样中γ-亚麻酸和α-亚麻酸的量。

- 1.6.2 结果表述：计算结果保留三位有效数字。
- 1.7 技术参数：相对标准偏差<10%，回收率93.0%~101.7%。
- 1.8 色谱参考图

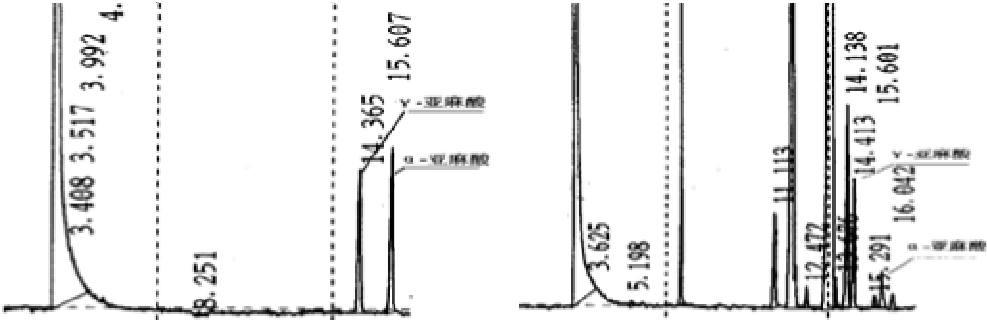


图1 标准色谱图

图2 试样色谱图

气相色谱参考条件

色谱柱：FFAP（改性聚乙二醇20M，30m×0.25mm i.d. 0.25μm）。

柱箱温度：215℃。

进样口温度：250℃。

检测器温度：260℃。

氮气：50mL/min，30:1分流；氢气：45mL/min；空气：500mL/min。

【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	≤0/25g	GB 4789. 4
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	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
总黄酮（以芦丁计），g/100g	≥3.6	1 总黄酮的测定

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；

V₂—试样定容总体积，mL。

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. 蜂胶粉

1.1 来源：蜂胶乙醇提取物。

1.2 制法：经粉碎、过筛等主要工艺制成。

1.3 应符合GB/T 24283《蜂胶》的规定。

2. 紫苏籽油

项 目	指 标
来源	紫苏籽
制法	经压榨、过滤等主要工艺制成。
感官要求	淡黄色透明液体，具苏籽油特殊的味道，无异味，无明显外来杂质
相对密度（25℃）	0.921~0.931
水分，%	≤0.5
酸值，mgKOH/g	≤2.0
过氧化值，%	≤0.25
碘值，g/100g	150~165

皂化值, mgKOH/g	180~200
亚油酸, %	11~20
α -亚麻酸, %	50~65
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
黄曲霉毒素B ₁ , $\mu\text{g/kg}$	≤ 10
菌落总数, CFU/g	≤ 30000
大肠菌群, MPN/g	≤ 0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤ 50

3. 蜂蜡: 应符合GB/T 24314《蜂蜡》的规定。

4. 明胶: 应符合GB 6783《食品安全国家标准 食品添加剂 明胶》的规定。

5. 纯化水: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 甘油: 应符合GB 29950《食品安全国家标准 食品添加剂 甘油》的规定。

7. 可可壳色: 应符合GB 1886.30《食品安全国家标准 食品添加剂 可可壳色》的规定。

8. 二氧化钛: 应符合GB 25577《食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化钛》的规定。
