

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20140131

合辉牌灵芝天麻蜂王浆胶囊

【原料】

【辅料】

【生产工艺】 本品经过筛、混合、装囊、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】

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	内容物呈浅棕色至棕色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味
性状	硬胶囊，外观光洁；内容物为粉末
杂质	无肉眼可见杂质

【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
水分，%	≤9	GB 5009.3
灰分，%	≤8	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30	《中华人民共和国药典》（2010年版）一部
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

【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/100g	≤90	GB/T 4789.3-2003
霉菌，cfu/g	≤25	GB 4789.15
酵母，cfu/g	≤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
10-羟基- α -癸烯酸，g/100g	≥1.1	1 10-羟基- α -癸烯酸的测定
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥1.3	2 粗多糖的测定

1 10-羟基- α -癸烯酸的测定

1.1 试剂

1.1.1 甲醇：色谱纯

1.1.2 水：三蒸水

1.1.3 二氯甲烷：分析纯

1.1.4 磷酸：优级纯

1.1.5 10-羟基- α -癸烯酸标准品：购自中国食品药品检定研究院

1.1.6 30%氢氧化钠

1.1.7 1mol/L盐酸

1.1.8 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，用甲醇溶解摇匀并稀释至刻度，此储备液每1mL含癸烯酸为0.5mg。

1.2 仪器

1.2.1 液相色谱仪

1.2.2 超声振荡器

1.2.3 微孔过滤器（滤膜0.45 μ m）

1.3 色谱条件

1.3.1 色谱柱：Hypersil ODS2，4.6mm×200mm，5 μ m。

1.3.2 流动相：甲醇-水-磷酸=50:50:0.2（v/v/v）

1.3.3 检测波长：210nm

1.3.4 灵敏度: 0.001

1.3.5 流速: 1mL/min

1.3.6 进样量: 10~20 μ L

1.4 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于10mL容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度。

1.5 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HPLC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。

1.6 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HPLC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。

1.7 结果计算

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

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。

2 粗多糖的测定

2.1 原理: 多糖经乙醇沉淀分离后, 去除其他可溶性糖及杂质的干扰, 糖与硫酸在沸水浴中加热脱水生成羟甲基呋喃甲醛(羟甲基糖醛), 再与蒽酮缩合成蓝绿色化合物, 其呈色强度与溶液中糖的浓度成正比, 于620nm波长处比色定量。

2.2 仪器

2.2.1 离心机: 4000r/min

2.2.2 100mL离心瓶或10mL具盖离心管

2.2.3 分光光度计

2.2.4 水浴锅

2.3 试剂

实验用水为双蒸水; 所用试剂为分析纯级。

2.3.1 葡萄糖标准溶液: 准备称取1.0000g经过98~100 $^{\circ}$ C干燥至恒重分析纯葡萄糖, 加水溶解后以水稀释至1000mL, 此溶液1mL含葡萄糖1mg, 用前稀释10倍(0.1mg/mL), 现用现配。

2.3.2 0.2%蒽酮硫酸溶液: 称取0.2g蒽酮, 置于烧杯中, 缓缓加入100mL浓硫酸(分析纯), 溶解后呈黄色透明溶液, 现用现配。

2.4 样品处理: 准确称取均匀研碎的样品粉末1~2g, 置于100mL的离心瓶中, 加15mL热水(温度 $>90^{\circ}$ C)搅拌直至溶解无沉淀物为止, 定容。取此待测液15mL加75mL无水乙醇搅拌均匀。在离心机中以4000r/min离心10min, 小心弃去上清液, 再加15mL热水(温度 $>90^{\circ}$ C)冲洗离心瓶中沉淀物, 重复一次后再以4000r/min离心10min, 小心地用吸管将上层液体吸去。然后用热水分次溶解沉淀并稀释定容至100~250mL(使样液含糖量在0.02~0.08mg/mL之间)。过滤, 弃去初滤液即为待测液。

2.5 标准曲线的绘制: 准确吸取葡萄糖标准液(0.1mg/mL) 0、0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0mL于10mL具塞比色管中, 加水至1.0mL, 加入蒽酮试剂5mL, 充分混匀, 置沸水浴中加热10min, 取出在流水中冷却20min后, 于620nm波长处, 以试剂空白调零, 测定各管的吸光度值绘制标准曲线。

2.6 样品测定: 准确吸取样品待测液10mL(含糖20~80 μ g), 按2.5项标准曲线的绘制步骤于620nm波长处测定吸光度值并求出样品含糖量。

2.7 结果计算

$$X = \frac{m_1}{m \times 1000} \times F \times n \times 100$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），g/100g；

m_1 —由标准曲线查得样品液含糖质量，mg；

m—样品质量，g；

n—稀释倍数；

F—换算因子。

换算因子的测定：准确称取被测定物质的纯品20mg，置于100mL容量瓶中，加蒸馏水溶解并稀释至刻度，吸取0.2~0.4mL于10mL具塞比色管中，加水至1.0mL，按上法测定。从标准曲线中查出供试液中相当于标准葡萄糖的质量（mg）。

$$F = \frac{m}{m_1 \times n}$$

式中：

m—多糖纯品的质量，mg；

m_1 —多糖纯品供试液中相当于标准葡萄糖的质量，mg；

n—供试液的稀释倍数。

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】

【原辅料质量要求】

确认打印

显示Office编辑区

返回上一页修改