

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20080434

老山牌蜂胶紫苏软胶囊

【原料】 紫苏籽油、蜂胶

【辅料】 蜂蜡、明胶、水、甘油

【生产工艺】 本品经混合、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】 聚酯瓶应符合YBB00262002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	囊皮呈透明浅黄色，内容物呈棕褐色
滋味、气味	内容物有蜂胶特有香味，味苦，无异味
性状	软胶囊，外表光洁，囊皮厚薄均匀，无气泡、无破损、无瘪囊、无霉变；内容物为油状液体
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, g/100g	≤2.0	GB 5009.4
崩解时限, min	≤60	《中华人民共和国药典》
酸价, mgKOH/g	≤12.0	GB 5009.229
过氧化值（以脂肪计）, g/100g	≤0.25	GB 5009.227
铅（以Pb计）, mg/kg	≤1.5	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
-----------------------------	-----	------------

【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
总黄酮（以芦丁计）, g/100g	≥8.5	1 总黄酮的测定
α-亚麻酸, g/100g	≥22.0	2 α-亚麻酸的测定

1 总黄酮的测定

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。

2 α-亚麻酸的测定

2.1 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。

2.2 试剂

所用试剂除注明外均为分析纯

2.2.1 正己烷：沸点68.7℃。

2.2.2 0.5mol/L氢氧化钾甲醇溶液：称取28g KOH溶于1000mL甲醇。

2.2.3 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。

2.2.4 α -亚麻酸甲酯>99.0%。

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

2.2.7 标准使用液：取 α -亚麻酸甲酯5.0mL，置于10mL的容量瓶中，混匀， α -亚麻酸甲酯的含量为0.5mg/mL。

2.3 仪器

2.3.1 气相色谱仪：附氢火焰（FID）检测器。

2.3.2 数据处理机或积分仪。

2.3.3 分析天平：1/10000。

2.3.4 分析天平：1/1000。

2.3.5 加热式磁力搅拌器。

2.3.6 标准磨口烧瓶（50mL）和直形冷凝管。

2.4 分析步骤

2.4.1 试样制备

2.4.1.1 脂肪的提取：按GB/T 5009.6中规定的方法提取。

2.4.1.2 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，加入4mL0.5mol/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中导入氮气；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 $65\pm 5^\circ\text{C}$ ，搅拌回流约15min。

2.4.1.3 甲脂化：从冷凝管上部加入4mL三氟化硼甲醇溶液，搅拌（ $65\pm 5^\circ\text{C}$ ），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。

2.4.2 气相色谱参考条件

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

2.4.2.2 柱箱温度：215℃。

2.4.2.3 进样口温度：250℃。

2.4.2.4 检测器温度：260℃。

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

2.4.3 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1.0 μL ，注入气相色谱仪，以保留时间来确定 α -及 γ -亚麻酸甲酯。

2.4.4 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。

2.5 分析结果：试样中 α 或 γ -亚麻酸测定结果按（1）式计算

2.5.1 计算

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

式中：

X— α -亚麻酸含量，%；

A_1 —试样中 α -亚麻酸甲酯色谱峰面积或峰高；

A_2 —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 α -亚麻酸的量。

2.5.2 结果表述：计算结果保留三位有效数字。

2.6 技术参数：相对标准偏差<10%，回收率93.0%~101.7%。

【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. 紫苏籽油

项 目	指 标
来源	紫苏籽
制法	经压榨、初油、精炼〔脱胶、碱炼脱酸（ $A_v \leq 1.0\text{mg/g}$ ）、水洗、脱水、脱色、脱臭（ $POV \leq 3.0\text{meq}$ ）、脱蜡〕、过滤、灌装等主要工艺加工制成
感官要求	淡黄色至棕黄色，透明、清晰的油状液体，具有紫苏籽油固有的滋味和气味，无异味，无正常视力可见外来异物
α -亚麻酸，g/100g	≥ 51
酸价，mgKOH/g	≤ 0.8
过氧化值，mmol/kg	≤ 6
水分，g/100g	≤ 0.30
铅(以Pb计)，mg/kg	≤ 0.1
总砷(以As计)，mg/kg	≤ 0.1
苯并(a)芘， $\mu\text{g/kg}$	≤ 10

2. 蜂胶：应符合GB/T 24283《蜂胶》的规定。

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. 水：应符合《中华人民共和国药典》中“纯化水”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。
