

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G20090578

斯巴达牌人参蜂花粉颗粒

【原料】 蜂花粉（经辐照玉米花粉）、蜂花粉（经辐照荞麦花粉）、蜂花粉（经辐照油菜花粉）、人参粉

【辅料】 乳糖、D-甘露糖醇、预胶化淀粉、三硅酸镁、二氧化硅

【生产工艺】 本品经过筛、混合、制粒、干燥、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】 药品包装用铝箔应符合YBB00152002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 | 黄褐色 |
| 滋味、气味 | 具本品固有的滋味、气味、无异味 |
| 性状 | 颗粒，无霉变、吸潮等现象 |
| 杂质 | 无肉眼可见的外来杂质 |

【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 |
|-------------------|------|-----------|
| 蛋白质，g/100g | ≥8.0 | GB 5009.5 |
| 粗多糖（以葡萄糖计），g/100g | ≥0.5 | 1 粗多糖的测定 |
| 水分，g/100g | ≤6.0 | GB 5009.3 |
| 灰分，g/100g | ≤8.0 | GB 5009.4 |

| | | |
|-----------------|--------------------------|--------------|
| 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 |
| 六六六, mg/kg | ≤0.2 | GB/T 5009.19 |
| 滴滴涕, mg/kg | ≤0.2 | GB/T 5009.19 |
| 粒度 | ≤不能通过一号筛与能通过五号筛的总和不超过15% | 《中华人民共和国药典》 |

1 粗多糖的测定

1.1 原理: 多糖经乙醇沉淀分离后, 除去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羧甲基呋喃甲醛(羟甲基糠醛), 再与苯酚缩合成有色化合物, 其呈色强度与溶液中糖的浓度成正比, 在485nm波长下比色定量。

1.2 仪器

- 1.2.1 离心机: 4000r/min。
- 1.2.2 离心瓶容量100mL或具盖10mL离心管。
- 1.2.3 分光光度计。
- 1.2.4 水浴锅。
- 1.2.5 具塞锥形瓶。
- 1.2.6 37℃恒温箱。

1.3 试剂

- 1.3.1 实验用水为双蒸水; 所用试剂为分析纯。
- 1.3.2 D-葡萄糖标准液: 准确称取1.0000g经过98℃~100℃干燥至恒重的分析纯D-葡萄糖(纯度≥99.9%), 加水溶解后以水稀释至1000mL, 此溶液1mL含1mg葡萄糖, 用前稀释10倍(0.1mg/mL), 现用现配。
- 1.3.3 5%苯酚溶液: 称取5g苯酚置于烧杯中, 水溶解后以水稀释至100mL。
- 1.3.4 浓硫酸。
- 1.3.5 淀粉酶。
- 1.3.6 碘。
- 1.3.7 葡萄糖酶。
- 1.3.8 乙酸钠。
- 1.3.9 无水乙醇。

1.4 样品处理: 准确称取2g均匀研碎的样品粉末, 置于100mL的具塞锥形瓶中加50mL热水(温度>90℃)溶解, 在沸水浴中加热15min, 使淀粉糊化, 冷却至60℃以下。加1mL10%的淀粉酶溶液, 加0.5mL乙酸钠缓冲液(pH=7.4), 加塞, 于55~60℃保温1h, 中间间歇搅拌(取1滴上清液用碘液检验是否完全水解。若呈蓝色, 再加淀粉酶溶液并继续保温, 直至酶水解液加碘液后不呈蓝色为止), 加热至沸(使酶失活), 然后再加入1%的葡萄糖酶在37℃温箱中, 保温24h, 使淀粉全部酶解成葡萄糖。再移样液于蒸发皿中, 并在沸水浴中稍浓缩, 放冷, 小心将样液转入25mL容量瓶中, 用水洗容器, 并定溶至刻度, 过滤。弃去初滤液。取此滤液5mL加20mL无水乙醇搅拌均匀, 在离心机中以4000r/min离心15min, 并小心弃去上清液, 再加85%乙醇25mL搅拌均匀, 在离心机中以4000r/min离心15min, 并小心弃去上清液, 沉淀加水定容至100mL容量瓶中, 即为待测液。

1.5 标准曲线的绘制: 准确称取葡萄糖标准液(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2.0mL，加入5%的苯酚1mL充分混匀，迅速滴加浓硫酸5mL，混合均匀后在沸水浴中加热2min，取出冷却到室温后，在485nm波长下，以蒸馏水作试剂空白，测定各管的吸光度值与对照品溶液的浓度绘制标准曲线。

1.6 样品测定：准确吸取样品待测液1mL，加入5%的苯酚1mL充分混匀，迅速滴加浓硫酸5mL，混合均匀后在沸水浴中加热2min，取出冷却到室温后，在485nm波长下，以蒸馏水作试剂空白，测定的吸光度，根据标准曲线公式求出样品含糖量。

1.7 结果计算

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

式中：

X-样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），%；

m_1 -由标准曲线查得样品液含糖量，mg；

m-样品重量，g；

n-稀释倍数。

【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 | ≥0.1 | 1 总黄酮的测定 |
| 总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g | ≥0.5 | 2 总皂苷的测定 |

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；

V_1 —测定用试样体积，mL；

V_2 —试样定容总体积，mL。

2 总皂苷的测定

2.1 试剂

2.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂，Sigma化学公司、U.S.A。

2.1.2 正丁醇：分析纯。

2.1.3 乙醇：分析纯。

2.1.4 中性氧化铝：层析用，100~200目。

2.1.5 人参皂苷Re：购自中国食品药品检定研究院。

2.1.6 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。

2.1.7 高氯酸：分析纯。

2.1.8 冰乙酸：分析纯。

2.1.9 人参皂苷Re标准溶液：精确称取人参皂苷Re标准品0.020g，用甲醇溶解并定容至10.0mL，即每毫升含人参皂苷Re2.0mg。

2.2 仪器

2.2.1 比色计。

2.2.2 层析柱。

2.3 实验步骤

2.3.1 试样处理

2.3.1.1 固体试样：称取1.000g左右的试样（根据试样含人参量定），置于100mL容量瓶中，加少量水，超声30min，再用水定容至100mL，摇匀，放置，吸取上清液1.0mL进行柱层析。

2.3.1.2 液体试样：含乙醇的补酒类保健食品，吸取1.0mL试样放水浴挥干，用水浴溶解残渣，用此液进行柱层析。

非乙醇类的液体试样：吸取1.0mL试样（假如浓度高、或颜色深，需稀释一定体积后再取1.0mL）进行柱层析。

2.3.2 柱层析：用10mL注射器作层析管，内装3cmAmberlite-XAD-2大孔树脂，上加1cm中性氧化铝。先用25mL70%乙醇洗柱，弃去洗脱液，再用25mL水洗柱，弃去洗脱液，精确加入1.0mL已处理好的试样溶液（见2.3.1），用25mL水洗柱，弃去洗脱液，用25mL70%乙醇洗脱人参皂苷，收集洗脱液于蒸发皿中，置于60℃

水浴挥干。以此作显色用。

2.3.3 显色：在上述已挥干的蒸发皿中准确加入0.2mL5%香草醛冰乙酸溶液，转动蒸发皿，使残渣都溶解，再加0.8mL高氯酸，混匀后移入5mL带塞刻度离心管中，60℃水浴上加热10min，取出，冰浴冷却后，准确加入冰乙酸5.0mL，摇匀后，以1cm比色池于560nm波长处与标准管一起进行比色测定。

2.3.4 标准管：吸取人参皂苷Re标准溶液（2.0mg/mL）100μL放蒸发皿中，放在水浴挥干（低于60℃），或热风吹干（勿使过热），以下操作从“1.3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

2.4 计算：

$$X = \frac{A_1}{A_2} \times C \times \frac{V}{m} \times \frac{100}{1000} \times \frac{1}{1000}$$

式中：

X—试样中总皂苷含量（以人参皂苷Re计），g/100g；

A₁—被测液的吸光度值；

A₂—标准液的吸光度值；

C—标准管人参皂苷Re的量，μg；

V—试样稀释体积，mL；

m—试样质量，g。

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”项下颗粒剂的规定。

【原辅料质量要求】

1. 蜂花粉（经辐照玉米花粉）：应符合GB 14891.2《辐照花粉卫生标准》和GB/T 30359《蜂花粉》的规定。

2. 蜂花粉（经辐照荞麦花粉）：应符合GB 14891.2《辐照花粉卫生标准》和GB/T 30359《蜂花粉》的规定。

3. 蜂花粉（经辐照油菜花粉）：应符合GB 14891.2《辐照花粉卫生标准》和GB/T 30359《蜂花粉》的规定。

4. 人参粉

| 项 目 | 指 标 |
|-------------------------|--------------------------------------|
| 来源 | 人参 (<i>Panax ginseng</i> C. A. Mey) |
| 制法 | 经干燥、粉碎等工艺加工制成。 |
| 感官要求 | 黄红色粉末，味微苦，具引湿性 |
| 粒度 | 过100目筛 |
| 总皂苷 (UV法)，g/100g | ≥4.0 |
| 干燥失重，g/100g | ≤5.0 |
| 灼烧残渣，g/100g | ≤5.0 |
| 农药残渣 (PHC+DDT+PCNB)，ppb | ≤30 |
| 重金属，mg/kg | ≤10 |
| 菌落总数，CFU/g | ≤1000 |
| 大肠菌群，MPN/100g | ≤30 |
| 霉菌，CFU/g | ≤25 |
| 酵母，CFU/g | ≤25 |

| | |
|---------|--------|
| 金黄色葡萄球菌 | ≤0/25g |
| 沙门氏菌 | ≤0/25g |

5. 乳糖：应符合GB 25595《食品安全国家标准 乳糖》的规定。
6. D-甘露糖醇：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
7. 预胶化淀粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
8. 三硅酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
9. 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。

确认打印

显示Office编辑区

返回上一页修改