

# Q/BJFB

## 南昌同心紫巢生物工程有限公司企业标准

Q/BJFB 0001S—2020

---

### 紫巢牌蜂胶铬软胶囊

2020-08-20 发布

2020-08-21 实施

北京蜂贝生物工程有限公司  
南昌同心紫巢生物工程有限公司

发布



## 目 次

前言 .....	II
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 技术要求 .....	1
4 生产加工过程的卫生要求 .....	3
5 检验规则 .....	3
6 标志、标签、包装、运输、贮存 .....	4
附录 A（规范性附录）吡啶甲酸铬的质量要求 .....	5
附录 B（规范性附录）总黄酮、吡啶甲酸铬、酸价的检测方法 .....	6



## 前 言

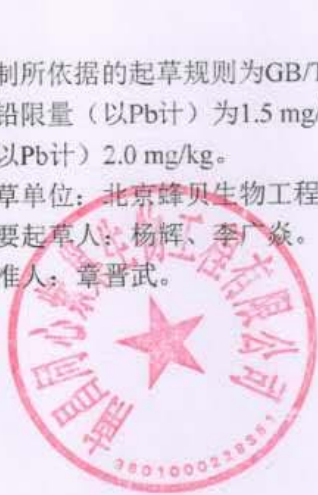
本标准编制所依据的起草规则为GB/T 1.1《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》。

本标准中铅限量（以Pb计）为1.5 mg/kg，严于GB 16740《食品安全国家标准 食品中污染物限量》项下铅限量（以Pb计）2.0 mg/kg。

本标准起草单位：北京蜂贝生物工程有限公司、南昌同心紫巢生物工程有限公司。

本标准主要起草人：杨辉、李广焱。

本标准批准人：章晋武。



## 紫巢牌蜂胶铬软胶囊

### 1 范围

本标准规定了紫巢牌蜂胶铬软胶囊的技术要求、生产加工过程的卫生要求、检验规则、标志、标签、包装、运输及贮存。

本标准适用于以蜂胶、吡啶甲酸铬、色拉油、明胶、甘油、纯净水、三氧化二铁为原料，经混合、压丸、干燥、洗丸、包装等主要工艺加工制成的紫巢牌蜂胶铬软胶囊，其标志性成分为总黄酮和吡啶甲酸铬。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

- GB/T 191 包装储运图示标志
- GB 2716 食品安全国家标准 植物油
- GB 4789.2 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定
- GB 4789.3 食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠菌群计数
- GB 4789.4 食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验
- GB 4789.10 食品安全国家标准 食品微生物学检验 金黄色葡萄球菌检验
- GB 4789.15 食品安全国家标准 食品微生物学检验 霉菌和酵母计数
- GB 5009.11 食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定
- GB 5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定
- GB 5009.17 食品安全国家标准 食品中总汞及有机汞的测定
- GB 5009.227 食品安全国家标准 食品中过氧化值的测定
- GB 5009.229 食品安全国家标准 食品中酸价的测定
- GB 4806.7 食品安全国家标准 食品接触用塑料材料及制品
- GB 16740 食品安全国家标准 保健食品
- GB 17405 保健食品良好生产规范
- SB/T 10096 蜂胶
- JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则
- YBB00122002-2015 口服固体药用高密度聚乙烯瓶
- YBB00152005-2015 药用聚酯/铝/聚乙烯封口垫片
- 《中华人民共和国药典》（2015年版）二部、四部
- 国家质量监督检验检疫总局令（2005）第75号《定量包装商品计量监督管理办法》

### 3 技术要求

### 3.1 原、辅料要求

#### 3.1.1 蜂胶

应符合SB/T 10096的规定。

#### 3.1.2 色拉油

应符合GB 2716的规定。

#### 3.1.3 吡啶甲酸铬

应符合附录A的规定。

#### 3.1.4 明胶、纯净水

应符合《中华人民共和国药典》(2015年版)二部相应品种项下的规定。

#### 3.1.5 甘油

应符合《中华人民共和国药典》(2015年版)四部相应品种项下的规定。

#### 3.1.6 三氧化二铁

应符合《中华人民共和国药典》(2015年版)四部中“红氧化铁”项下的规定。

### 3.2 感官要求

应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标	检验方法
色 泽	外观呈红棕色	取本品15粒,观察色泽、性状,从中取5粒剪开胶囊皮倾出内容物至洁净、干燥、透明的容器中,目测其性状、色泽,鼻嗅其气味、口尝其滋味
滋味、气味	具有本品正常的滋味和气味	
性状	软胶囊,内容物为油状液体	

### 3.3 保健功能

辅助降血糖。

### 3.4 标志性成分

应符合表2的规定。

表2 标志性成分

项 目	指 标	检验方法
总黄酮(以芦丁计), g/100g	≥ 3.16	附录 B.1
吡啶甲酸铬, mg/g	0.9~1.30	附录 B.2

### 3.5 理化指标

应符合表3的规定。

表3 理化指标

项 目	指 标	检验方法
酸价, mgKOH/g	≤ 4	附录B.3
过氧化值, g/100g	≤ 0.25	GB 5009.227
崩解时限, min	≤ 60	《中华人民共和国药典》(2015年版)四部
铅(以Pb计), mg/kg	≤ 1.5	GB 5009.12
总砷(以As计), mg/kg	≤ 0.5	GB 5009.11
总汞(以Hg计), mg/kg	≤ 0.3	GB 5009.17
黄曲霉毒素B <sub>1</sub> , μg/kg	≤ 10	GB 5009.22

## 3.6 微生物指标

应符合表4的规定。

表4 微生物指标

项 目	指 标	检验方法
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
金黄色葡萄球菌	≤ 0/25g	GB 4789.10
沙门氏菌	≤ 0/25g	GB 4789.4

## 3.7 装量或重量差异

按《中华人民共和国药典》(2015年版)四部中“0103胶囊剂 装量差异”项下规定的方法测定。

## 4 生产加工过程的卫生要求

应符合GB 17405的规定。

## 5 检验规则

## 5.1 组批

以装囊前使用同一台混合设备,最后一次混合量所生产的匀质产品为一批。

## 5.2 抽样

每批产品随机抽取,抽样量应为检验所需量的3倍,作为检验及留样。

## 5.3 检验分类

## 5.3.1 原、辅料入库检验

原、辅料入库前由生产单位质量检验部门按本标准检验,合格后方可入库使用。

### 5.3.2 出厂检验

5.3.2.1 每批产品须经检验，检验合格并附合格证方可出厂。

5.3.2.2 出厂检验项目为感官指标、标志性成分、崩解时限、酸价、过氧化值、微生物指标、净含量。

### 5.3.3 型式检验

5.3.3.1 型式检验为本标准的全项目检验。

5.3.3.2 正常情况为每半年进行一次，发生下列情况之一时也应进行：

- a) 产品定型投产时；
- b) 停产3个月以上再恢复生产时；
- c) 原、辅料来源发生变化时；
- d) 本次检验结果与上次检验结果发生较大差异时；
- e) 更换主要生产设备时；
- f) 国家相关管理部门要求时。

### 5.4 判定规则

检验结果中有一项或一项以上指标不符合本标准规定时，应在同一批产品中重新加倍抽样对不合格项目进行复验，若仍有一项不符合时，则该批产品判为不合格。微生物指标不合格不得复检。

### 5.5 仲裁

在保质期内，供需双方对产品质量有异议时，经双方协商，可申请相关法定检验机构进行仲裁检验。

## 6 标志、标签、包装、运输、贮存

### 6.1 标志、标签

产品标志、标签应符合国家相关法律、法规及GB/T 191、GB 16740的规定。

### 6.2 包装

6.2.1 产品规格为0.5g/粒，包装材料应符合YBB 00122002-2015、YBB 00152005-2015和GB 4806.7的规定。

6.2.2 包装要求：应封口严密，不得透气。

### 6.3 运输

6.3.1 运输工具应清洁、无污染，且备有防雨、防晒设施，严禁与有毒、有害物品混装、混运。

6.3.2 装卸时应轻放、轻搬，防止包装破损。

### 6.4 贮存

常温贮存，且备有防潮、防鼠、防尘设施，并不得与有毒、有害物品共存放。

### 6.5 保质期

本产品的保质期为24个月。

## 附录 A

(规范性附录)

## 吡啶甲酸铬的质量要求

## A.1 吡啶甲酸铬

应符合表A.1的规定。

表A.1 吡啶甲酸铬的质量要求

项目	指标
含量[以Cr(C <sub>5</sub> H <sub>4</sub> NO <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> 干基计], %	98.0~102.0
氯化物(Cl), %	≤ 0.006
干燥失重, %	≤ 4
硫酸盐(以SO <sub>4</sub> 计), %	≤ 0.2
铅(以Pb计), mg/kg	≤ 0.001
总砷(以As计), mg/kg	≤ 0.0005
Cr <sup>6+</sup> , mg/kg	不得检出



附录 B  
(规范性附录)

总黄酮、吡啶甲酸铬、酸价的检验方法

B.1 总黄酮的检测方法

B.1.1 试剂

B.1.1.1 聚酰胺粉

B.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 50ug/ml。

B.1.1.3 乙醇: 分析纯。

B.1.1.4 甲醇: 分析纯。

B.1.2 分析步骤

B.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。

B.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。

B.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, ug;
  - M—试样质量, g;
  - V<sub>1</sub>—测定用试样体积, ml;
  - V<sub>2</sub>—试样定容总体积;
- 计算结果保留二位有效数字。

## B.2 吡啶甲酸铬的检验方法

### B.2.1 范围

本方法规定了保健食品中吡啶甲酸铬含量的测定方法。

本方法适用于吡啶甲酸铬作为功效成分添加于片剂、胶囊等试样类型中含量的测定。

本方法的最低检出量 10.0mg/kg.

本方法的最佳线性范围：2.00~100ug/ml。

### B.2.2 原理

将试样使用甲醇：水=1:1 进行提取和稀释，根据高压液相色谱紫外检测器外标法定性定量检测。

### B.2.3 试剂

B.2.3.1 甲醇 优级纯

B.2.3.2 磷酸氢二钾、磷酸二氢钾 分析纯

B.2.3.3 吡啶甲酸铬标准溶液 准确称量吡啶甲酸铬标准品 0.0100g, 加入甲醇：水=1:1 并定容至 100.0ml, 如有少量残渣, 可使用超声波加速溶解。此溶液每 ml 含 100ug 吡啶甲酸铬。

### B.2.4 仪器设备

B.2.4.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器 (UV)。

B.2.4.2 超声波清洗器

B.2.4.3 离心机。

### B.2.5 分析步骤

B.2.5.1 试样处理：取 20 粒胶囊试样，用剪刀剪开胶囊皮，挤出内容物，混匀，准确称取一定量试样于刻度试管中，加入甲醇：水=1:1 并定容至 20.0ml, 于 60-70℃ 水浴中加热溶解 5 分钟，取出放冷至室温，再放置超声提取 5min 后以 3000rpm/min 离心 3min。经 0.45um 滤膜过滤后，备用。

#### B.2.5.2 液相色谱参考条件

B.2.5.2.1 色谱柱：C<sub>18</sub> 柱 4.6×250mm。

B.2.5.2.2 柱温：室温。

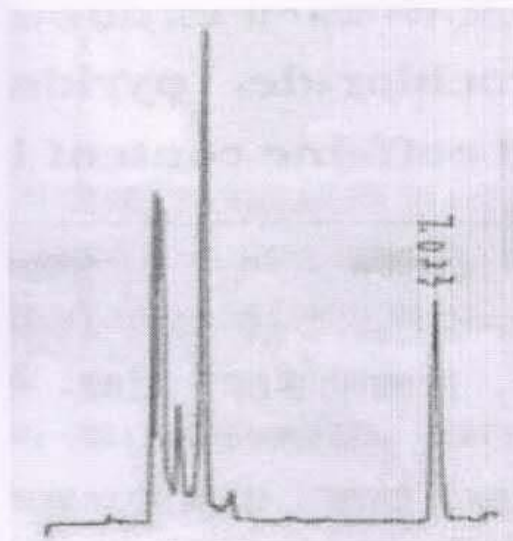
B.2.5.2.3 紫外检测器：检测波长 254nm。

B.2.5.2.4 流动相：0.125mol/L 磷酸盐缓冲液：乙腈=425:75。

B.2.5.2.5 流速：0.5ml/min

B.2.5.2.6 进样量：10ul

B.2.5.2.7 色谱分析：量取 10ul 标准溶液及试样溶液注入液相色谱仪中，以保留时间定性，以试样峰高或峰面积与标准比较定量。



#### B.2.5.3 色谱图

在上述色谱条件下，吡啶甲酸铬的保留时间为7.023。

#### B.2.5.4 标准曲线制备

配置浓度为0.0、2.00、5.00、10.0、50.0、100ug/ml 吡啶甲酸铬标准溶液，在给定的仪器条件下，进行液相色谱分析，以峰高或峰面积对浓度作标准曲线。

#### B.2.5.5 分析结果表示

##### B.2.5.5.1 计算

$$X = \frac{h_1 \times C \times V}{h_2 \times m \times 1000}$$

式中：X—试样中吡啶甲酸铬的含量，mg/g。

$h_1$ —试样峰高或峰面积；

C—标准溶液浓度， $\mu\text{g/ml}$ ；

V—试样定容体积，ml；

$h_2$ —标准溶液峰高或峰面积；

m—试样量，g。

##### B.2.5.5.2 结果表示 检测结果保留三位有效数字。

#### B.2.6 技术参考

准确度 方法的回收率在91.5%~98.4%之间

允许差 平行样测定相对误差 $\leq \pm 5\%$

### B.3 酸价的测定

#### B.3.1 试样制备

取 100 粒软胶囊，剪开，收集内容物，加入 5-10 倍的石油醚，搅拌，使样品充分分散于石油醚中，然后常温下浸提 12h 以上。再用滤纸过滤，收集滤液，在分液漏斗中用 85% 的乙醇洗涤 3 次（85% 的乙醇用量与滤液体积相等，每次静置时间不低于 2 分钟），收集石油醚层（上层）于一个烧瓶，置于水浴温度不高于 45℃ 的旋转蒸发仪内，0.08MPa-0.1MPa 负压条件下，将其中的溶剂彻底旋转蒸干，取残留的液体油脂作为试样进行酸价测定。

#### B.3.2 检验方法

按 GB 5009.229 规定的方法检测。