

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20210142

扶正牌枣仁灵芝口服液

【原料】 酸枣仁、灵芝、人参、远志、五味子

【辅料】 三氯蔗糖、纯化水

【生产工艺】 本品经提取（酸枣仁、人参、灵芝、远志、五味子，加8倍量75%乙醇回流提取2次，每次2h；药渣加8倍量水煎煮提取2次，每次1.5h）、过滤、浓缩、配制、过滤、灌装、热压灭菌（116℃，40min）、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】 玻璃瓶应符合YBB00032004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	内容物呈黄棕色
气味、滋味	味甜、微苦
性状	口服液，允许有少量轻摇易散的沉淀
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
pH	4.0~6.0	《中华人民共和国药典》
可溶性固形物，%	≥5.0	GB/T 12143
铅（以Pb计），mg/L	≤0.5	GB 5009.12
总砷（以As计），mg/L	≤0.3	GB 5009.11
六六六，mg/L	≤0.2	GB/T 5009.19

滴滴涕, mg/L	≤0.1	GB/T 5009.19
三氯蔗糖, g/L	≤0.1	GB 22255

【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/mL	≤1000	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/mL	≤0.43	GB 4789.3 “MPN计数法”
霉菌和酵母, CFU/mL	≤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
粗多糖（以葡聚糖计），mg/100 mL	≥110	1 粗多糖的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），mg/100mL	≥120	2 总皂苷的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理：食品中相对分子质量 $>1 \times 10^4$ 的高分子物质在80%乙醇溶液中沉淀，与水溶液中单糖和低聚糖分离，用碱性二价铜试剂选择性地从其他高分子物质中沉淀具有葡聚糖结构的多糖，用苯酚—硫酸反应以碳水化合物形式比色测定其含量，其显色强度与粗多糖中葡聚糖的含量成正比，以此计算食品中粗多糖含量。

1.2 试剂

本方法所用试剂除特殊说明外，均为分析纯，所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

1.2.1 乙醇溶液（80%）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

1.2.2 氢氧化钠溶液（100g/L）：称取100g氢氧化钠，加水溶解并稀释至1L，加入固体无水硫酸钠至饱和，备用。

1.2.3 铜试剂储备液：称取3.0gCuSO₄·5H₂O，30.0g柠檬酸钠，加水溶解并稀释至1L，混匀，备用。

1.2.4 铜试剂溶液：取铜试剂储备液50mL，加水50mL，混匀后加入固体无水硫酸钠12.5g，并使其溶解。临用新配。

1.2.5 洗涤剂：取水50mL，加入10mL铜试剂溶液、10mL氢氧化钠溶液，混匀。

1.2.6 硫酸溶液（10%）：取100mL浓硫酸加入到800mL左右水中，混匀，冷却后稀释至1L。

1.2.7 苯酚溶液（50g/L）：称取精制苯酚5.0g，加水溶解并稀释至100mL，混匀。溶液置冰箱中可保存1个月。

1.2.8 葡聚糖标准储备溶液：准确称取相对分子质量 5×10^5 已干燥至恒重的葡聚糖标准品0.5000g，加水溶解，并定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液每1mL含10.0mg葡聚糖。

1.2.9 葡聚糖标准使用液：吸取葡聚糖标准储备溶液1.0mL，置于100mL容量瓶中，加水至刻度，混匀，置冰箱中保存。此溶液每1mL含葡聚糖0.10mg。

1.3 仪器

1.3.1 分光光度计。

1.3.2 离心机(3600r/min)。

1.3.3 旋转混合器。

1.4 分析步骤

1.4.1 标准曲线:精密称取葡聚糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00(相当于葡聚糖0、0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10mg),分别置于25mL比色管中,准确补充水至2.0mL,加入50g/L苯酚溶液1.0mL,在旋转混合器中混匀,小心加入浓硫酸10.0mL,于旋转混合器上小心混匀,置沸水浴中煮沸2min,冷却后用分光光度计在485nm波长处以试剂空白溶液为参比,1cm比色皿测定吸光度值,以葡聚糖浓度为横坐标,吸光度值为纵坐标,绘制标准曲线。

1.4.2 样品处理

1.4.2.1 样品取样:精密量取本品10mL至50mL容量瓶中,加水定容至50mL,摇匀,准确吸取5mL置于50mL离心管中,加入无水乙醇20mL,混匀沉淀12h,以3600r/min离心5min,弃去上清液。残渣用80%乙醇(体积分数)溶液数毫升洗涤,离心后弃去上清液,反复2次操作。残渣用水溶解并定容至5.0mL,混匀后,供沉淀葡聚糖。

1.4.2.2 沉淀葡聚糖:精密取1.4.2.1项终滤液2mL置于20mL离心管中,加入100g/L氢氧化钠溶液2.0mL,铜试剂溶液2.0mL,沸水浴中2min煮沸,冷却后,放置沉淀2h以上,以3600r/min离心5min,弃去上清液。残渣用洗涤液数毫升洗涤,离心后弃去上清液,反复2次操作后。残渣用10%(体积分数)硫酸溶液1.0mL溶解并转移至10mL容量瓶中,加水稀释至刻度。混匀,此溶液为样品测定液。

1.5 测定:精密吸取样品测定液1.0mL置于25mL比色管中,加入50g/L苯酚溶液0.5mL,在旋转混匀器上混匀后,小心加入浓硫酸5.0mL,于旋转混匀器上小心混匀,置沸水浴中煮沸2min,冷却至室温后用分光光度计在485nm波长处,以试剂空白为参比,1cm比色皿测定吸光度值。从标准曲线上查出葡聚糖含量,计算样品中粗多糖含量。同时做样品空白实验。

1.6 结果计算

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times V_1 \times V_3 \times V_5 \times 100}{m_3 \times V_2 \times V_4 \times V_6}$$

式中:

X—样品中粗多糖含量(以葡聚糖计),mg/100mL;

m_1 —样品测定液中葡聚糖的质量,mg;

m_2 —样品空白液中葡聚糖质量,mg;

m_3 —样品质量,mL;

V_1 —样品提取液总体积,mL;

V_2 —沉淀粗多糖所用样品提取液体积,mL;

V_3 —粗多糖溶液体积,mL;

V_4 —沉淀葡聚糖所用粗多糖溶液体积,mL;

V_5 —样品测定液总体积,mL;

V_6 —测定用样品测定溶液体积,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：吸取1.0mL试样，加水定容至10mL，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“2.3.2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/100mL；

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“口服溶液剂 口服混悬剂 口服乳剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 酸枣仁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 灵芝：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

3. 人参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

4. 远志：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

5. 五味子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 三氯蔗糖：应符合GB 25531《食品安全国家标准 食品添加剂 三氯蔗糖》的规定。

7. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
