

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200304

天狮牌首乌藤酸枣仁口服液

【原料】 浓缩枣浆、酸枣仁（炒）、首乌藤

【辅料】 纯化水

【生产工艺】 本品经粉碎、提取（酸枣仁（炒）、首乌藤，10倍量纯化水煮沸提取2次，每次1.5h）、过滤、浓缩、醇沉、配制、过滤、灌装、湿热灭菌（105±2℃，45min）、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】

钠钙玻璃管制口服液体瓶应符合YBB00032004的规定；铝塑组合盖应符合Q/CBS 69的规定，具体指标如下

项 目		指 标
外观	铝盖	内外应清洁光亮，无异物。无残留润滑剂、毛刺和损伤。口部无皱纹、无瘪盖、无缺口等严重变形。光泽应基本一致。表面不得有斑痕、点状疤痕，不得有迎光肉眼可见针孔；表面碰伤面积小于2×2mm，表面平整；高温消毒后，颜色无明显变化。
	塑件	表面文字、图案刻线清晰、完整、规范、无残缺。高温消毒后，颜色无明显变化。
铝件机械性能	抗拉强度，N/mm ²	100～180
	延伸率，%	≥2
铝件凸边，%		≤3
开启力（塑料件去除力），N		12-40
开口质量		铝件上的开口处不应受到损坏。
配合性		胶塞垫装入铝盖内，用封盖装置封盖，应配合适宜。
耐灭菌		置蒸汽灭菌器中，121±2℃保温30min，铝盖和塑件应无变形变色，表面不应有任何明显变化，应无松盖、无

	断裂、无异常变形、无表面裂痕。
涂层牢固度	涂层应无任何破损。

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	内容物呈红褐色至棕色
滋味、气味	具本品特有的气味，味甜，无异味
性状	内容物为液体，允许有少量沉淀
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
可溶性固形物（20℃折光计），%	≥28	GB/T 12143
pH值	3.5～5.5	GB/T 10468
总蒽醌（以大黄素和大黄素甲醚总量计），mg/100mL	0.2～10	1 总蒽醌的测定
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5	GB 5009.12
总砷(以As计)，mg/kg	≤0.3	GB 5009.11
总汞(以Hg计)，mg/kg	≤0.3	GB 5009.17
六六六，mg/L	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/L	≤0.1	GB/T 5009.19

1 总蒽醌的测定

- 1.1 色谱条件与系统适用性试验：以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.1%磷酸溶液（80：20）为流动相；检测波长为254nm。理论板数按大黄素峰计算应不低于3000。
- 1.2 对照品溶液的制备：取大黄素对照品、大黄素甲醚对照品适量，精密称定，加甲醇分别制成每1mL含大黄素80μg，大黄素甲醚40μg的溶液。
- 1.3 供试品溶液的制备：将样品超声20min，取供试品溶液适量，置于离心管中，以8000r/min离心20min，精密吸取上清液5mL，置50mL量瓶中，加入甲醇定容至刻度，摇匀，过滤，精密量取续滤液25mL，置具塞锥形瓶中，水浴蒸干，精密加8%盐酸溶液20mL，超声处理（功率100W，频率40kHz）5min，加三氯甲烷20mL，水浴中加热回流1h，取出，立即冷却，置分液漏斗中，用少量三氯甲烷洗涤容器，洗液并入分液漏

斗中，分取三氯甲烷液，酸液再用三氯甲烷振摇提取3次，每次15mL，合并三氯甲烷液，回收溶剂至干，残渣加甲醇使溶解，转移至10mL量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，作为供试品溶液。

1.4 测定法：分别精密吸取两种对照品溶液与上述供试品溶液各20μL，注入液相色谱仪，测定，即得。本品含总蒽醌以大黄素(C₁₅H₁₀O₅)和大黄素甲醚(C₁₆H₁₂O₅)的总量计。

【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
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
总皂苷（以人参皂甙Re计），mg/100mL	≥80	1 总皂苷的测定

1 总皂苷的测定（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 Amberlite-XAD-2大孔树脂，Sigma化学公司、U.S.A.。
 - 1.1.2 正丁醇：分析纯。
 - 1.1.3 乙醇：分析纯。
 - 1.1.4 中性氧化铝：层析用，100～200目。
 - 1.1.5 人参皂苷Re：购自中国食品药品检定研究院。
 - 1.1.6 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。
 - 1.1.7 高氯酸：分析纯
 - 1.1.8 冰乙酸：分析纯
 - 1.1.9 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。
- 1.2 仪器
 - 1.2.1 比色计
 - 1.2.2 层析柱
- 1.3 实验步骤

- 1.3.1 试样处理：取超声20min的口服液适量，摇匀，置于离心管中，以8000r/min离心20min，吸取上清液1.0mL，置于50mL容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀，吸取上清液1.0mL进行柱层析。
- 1.3.2 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1.3.1），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。
- 1.3.3 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。
- 1.3.4 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。
- 1.4 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“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. 浓缩枣浆

项 目	指 标
来源	金丝小枣
制法	经破碎、浸提（4倍量水煎煮提取2h，2倍量水煎煮0.5h）、打浆、分离、巴氏杀菌（95～98℃，30s）、过滤、浓缩、灌装等主要工艺制成
感官要求	红褐色粘稠液体，久置允许有沉淀；具有枣果气味，味甜，无异味；无肉眼可见外来杂质
可溶性固形物，g/100g	≥60
总酸（以苹果酸计），%	≤2.0
二氧化硫残留量（SO ₂ ），mg/kg	≤10
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5
总砷（以As计），mg/kg	≤0.5
菌落总数，CFU/g	≤1000

大肠菌群，MPN/g	≤0.3
霉菌，CFU/g	≤20
酵母，CFU/g	≤20
致病菌（沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌）	不得检出

2. 酸枣仁（炒）：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
3. 首乌藤：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
4. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
