

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200307

注康牌灵芝人参三七口服液

- 【原料】 山楂提取物、大枣提取物、蝙蝠蛾拟青霉、三七提取物、灵芝提取物、人参提取物
- 【辅料】 麦芽糖醇、山梨酸钾、纯化水
- 【生产工艺】 本品经过筛、配制、过滤、灌装、热压灭菌（115℃，30min）、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】 钠钙玻璃药瓶应符合YBB00272002的规定，塑料瓶塞应符合GB 4806.7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	内容物呈棕色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	液体，允许有少量沉淀
杂质	无正常视力可见外来杂质

【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
pH值	4~6	《中华人民共和国药典》
可溶性固形物，%	≥8	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	≤0.2	GB/T 5009.19
山梨酸钾（以山梨酸计），g/L	≤0.5	GB 5009.28

【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	≤0/25mL	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	≤0/25mL	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/100mL	≥71.4	1 粗多糖的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），mg/100mL	≥22.6	2 总皂苷的测定
总黄酮（以芦丁计），mg/100mL	≥30.4	3 总黄酮的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理：多糖经乙醇沉淀分离后，去除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羟甲基呋喃甲醛（羟甲基糖醛），再与蒽酮缩合成蓝绿色化合物，其呈色强度与溶液中糖的浓度呈正比，在620nm波长下比色定量。

1.2 仪器

1.2.1 离心机。

1.2.2 离心管。

1.2.3 分光光度计。

1.2.4 水浴锅。

1.2.5 旋涡混合器。

1.3 试剂

实验用水为双蒸水；所用试剂为分析纯级。

1.3.1 无水乙醇。

1.3.2 80%（V/V）乙醇溶液。

1.3.3 80%（W/V）硫酸。

1.3.4 葡聚糖标准液：准确称取干燥恒重的分析纯葡聚糖0.5000g，加水溶解，并定容至50mL，此溶液1mL含10mg葡聚糖，用前稀释100倍为使用液（0.1mg/mL）。

1.3.5 0.1%蒽酮硫酸溶液（W/V）：准确称取0.1g蒽酮置于烧杯中，缓慢加入100mL80%硫酸溶解，溶解后呈黄色透明溶液，现用现配。

1.4 测定步骤

1.4.1 样品处理：准确称量适量样品溶液，置于100mL的容量瓶中，于沸水浴中加热1h，冷却至室温后补加水至刻度（ V_1 ），混匀后过滤，弃去初滤液，收集余下滤液。

1.4.2 沉淀粗多糖：准确吸取上滤液5.0mL（ V_2 ），置于50mL离心管中（或2.0mL于15mL具塞离心管中），加入无水乙醇20mL（或8mL），混匀，于4℃冰箱静置4h以上，以4000r/min离心5min，弃去上清液，残渣用80%（V/V）乙醇溶液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复操作3次，残渣用水溶解并定容至10~25mL（ V_3 ）（根据糖浓度而定）。

1.4.3 标准曲线的绘制：准确吸取葡聚糖标准使用液0、0.20、0.40、0.60、0.80、1.0、1.2mL（相当于葡聚糖0、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10、0.12mg）置于10mL比色管中，加水至2.0mL，加入0.1%蒽酮硫酸溶液6mL，在旋涡混合器上混匀，在沸水浴中加热10min，取出在流水中冷却20min后，在620nm波长处以试剂空白为参比，1cm比色皿测定吸光度值。以葡聚糖质量为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

1.4.4 样品测定：准确吸取样品待测液2.0mL（含糖20~100μg）按标准曲线绘制步骤于620nm波长下测定吸光度值并求出样品含糖量。

1.5 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times V_1 \times V_3}{m_2 \times V_2 \times V_4} \times 100$$

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 —测定用样品液体积，mL。

2 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））

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（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“2.3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

2.4 计算：

$$X_1 = \frac{A_1}{A_2} \times \frac{V}{m} \times \frac{100}{1000} \times \frac{1}{C} \times \frac{1000}{1000}$$

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—试样稀释倍数； m—试样体积，mL。 计算结果保留二位有效数字。

3 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））

3.1 试剂

3.1.1 聚酰胺粉

3.1.2 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。

3.1.3 乙醇：分析纯。

3.1.4 甲醇：分析纯。

3.2 分析步骤

3.2.1 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。

3.2.2 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。

3.3 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/100mL； A—由标准曲线算得被测液中黄酮量，μg；

M—试样体积，mL； 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。

【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. 山楂提取物

项 目	指 标
来源	山楂的干燥成熟果实 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制 法	经提取（8倍量80%乙醇回流提取3次，每次1h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进口温度 $175\pm 5^{\circ}\text{C}$ ，出口温度 $70\pm 5^{\circ}\text{C}$ ）、过筛等主要步骤制成
提取率，%	约6
感官要求	黄色至棕褐色粉末，具有原料特有的滋味、气味
黄酮，%	≥ 10
水分，%	≤ 9
灰分，%	≤ 9
粒度，目数	80
铅（以Pb计），mg/kg	≤ 2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤ 1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤ 0.3
六六六，mg/kg	≤ 0.2
滴滴涕，mg/kg	≤ 0.2
展青霉素， $\mu\text{g/kg}$	≤ 50
菌落总数，CFU/g	≤ 30000
大肠菌群，MPN/g	≤ 0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤ 50
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25\text{g}$
沙门氏菌	$\leq 0/25\text{g}$

2. 大枣提取物

项 目	指 标
来源	枣的干燥成熟果实 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制 法	经去核、粉碎、脱脂（95%乙醇回流脱脂2次）、过滤、提取（30倍量纯化水 $50\sim 60^{\circ}\text{C}$ 浸提4h）、过滤、浓缩、沉淀（无水乙醇）、过滤、喷雾干燥（进口温度 $170\pm 5^{\circ}\text{C}$ ，出口温度 $65\pm 5^{\circ}\text{C}$ ）等主要工艺制成
提取率，%	约10
感官要求	棕褐色粉末，具有原料特有的滋味、气味
粗多糖，%	≥ 30
水分，%	≤ 9
灰分，%	≤ 9
粒度，目数	80
铅（以Pb计），mg/kg	≤ 2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤ 1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤ 0.3
菌落总数，CFU/g	≤ 30000
大肠菌群，MPN/g	≤ 0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤ 50

金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

3. 蝙蝠蛾拟青霉

项 目	指 标
来源	蝙蝠蛾拟青霉 (<i>Paecilomyces hepiali</i> Chen & Dai)
制 法	经培养基配制、灭菌 (121℃, 30min)、菌种活化、接种、培养 (种子罐培养4d, 发酵罐培养3d, 培养温度25±1℃)、过滤、干燥 (90±5℃, 约30~35h)、混合、包装等主要工艺制成
感官要求	棕色粉末, 具有原料特有的滋味、气味
腺苷, %	≥0.18
水分, %	≤9
灰分, %	≤9
菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

4. 三七提取物

项 目	指 标
来源	三七的干燥根和根茎 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制 法	经粉碎、过筛、提取 (10倍量70%乙醇回流提取3次, 每次2h)、过滤、浓缩、减压干燥 (0.08MPa, 65~75℃)、粉碎、过筛等主要工艺制成
提取率, %	约12
感官要求	浅黄棕色粉末, 具有原料特有的滋味、气味
总皂苷, %	≥10
水分, %	≤5
灰分, %	≤9
粒度	80目
铅 (以Pb计), mg/kg	≤2.0
总砷 (以As计), mg/kg	≤2.0
总汞 (以Hg计), mg/kg	≤0.3
六六六, mg/kg	≤0.2
滴滴涕, mg/kg	≤0.2
菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

5. 灵芝提取物

项 目	指 标
来源	赤芝[GanodermaLucidum(Curtis)P. Karst.]的干燥子实体 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制 法	经提取（10倍量纯化水回流提取2次，每次2h）、过滤、浓缩、减压干燥（0.08MPa，65~75℃）、粉碎、过筛等主要工艺制成
提取率，%	约10
感官要求	棕色至棕褐色粉末，具有原料特有的滋味、气味
粗多糖，%	≥10
水分，%	≤9
灰分，%	≤9
粒度	80目
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.5
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

6. 人参提取物

项 目	指 标
来源	人参的干燥根和根茎 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制 法	经粉碎、提取（分别加10倍量、8倍量70%乙醇回流提取2次，每次45min）、过滤、浓缩、萃取（等量正丁醇萃取3次）、干燥（0.08MPa，65~75℃）、粉碎、过筛等主要工艺制成
提取率，%	约6
正丁醇残留，%	≤0.5
感官要求	黄棕色粉末，具有原料特有的滋味、气味
总皂苷，%	≥30
水分，%	≤9
灰分，%	≤9
粒度	80目
铅（以Pb计），mg/kg	≤5.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

7. 麦芽糖醇：应符合GB 28307《食品安全国家标准 食品添加剂 麦芽糖醇和麦芽糖醇液》的规定。

8. 山梨酸钾：应符合GB 1886.39《食品安全国家标准 食品添加剂 山梨酸钾》的规定。

9. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
