

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200488

鼎中牌西洋参蜂王浆口服液

- 【原料】 西洋参、蜂王浆冻干粉
- 【辅料】 纯化水、食用葡萄糖、蜂蜜、柠檬酸、山梨酸钾
- 【生产工艺】 本品经提取（西洋参，10倍量水提取3次，每次1.5h）、过滤、浓缩 、配制、过滤、灭菌（0.45μm微孔滤膜）、灌装、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，钠钙玻璃输液瓶应符合YBB00032005的规定，纸盒应符合GB/T 22806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	浅黄色至黄色
滋味、气味	具本品特有的滋、气味，味甘微苦
性状	液体，久置允许有少量轻摇即散的沉淀
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值	3.5~5.5	《中华人民共和国药典》
可溶性固形物（20℃折光计法），%	≥20.0	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
总汞(以Hg计), mg/L	≤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
山梨酸, g/L	≤1.0	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
10-羟基- α -癸烯酸, mg/100mL	≥30	1 10-羟基- α -癸烯酸的测定
总皂苷(以人参皂苷Re计), mg/100mL	≥130	2 总皂苷的测定

1 10-羟基- α -癸烯酸的测定

1.1 试剂

1.1.1 甲醇: 色谱纯。

1.1.2 水: 三蒸水。

1.1.3 二氯甲烷: 分析纯。

1.1.4 磷酸: 优级纯。

1.1.5 10-羟基- α -癸烯酸标准品: 中国食品药品检定研究院。

1.1.6 30%氢氧化钠。

1.1.7 1mol/L盐酸。

1.1.8 10-羟基- α -癸烯酸标准品溶液: 准确称取10-羟基- α -癸烯酸标准品12.5mg于25mL容量瓶中, 用甲醇溶液摇匀并稀释至刻度, 此储备液每1mL含10-羟基- α -癸烯酸0.5mg。

1.2 仪器

1.2.1 高效液相色谱仪。

1.2.2 超声振荡器。

1.2.3 微孔过滤器(滤膜0.45 μ m)。

1.3 色谱条件

1.3.1 色谱柱: Hypersil ODS2柱, 4.6mm×200mm, 5μm。

1.3.2 流动相: 甲醇: 水: 磷酸=50: 50: 0.2 (v/v/v)。

1.3.3 检测波长: 210nm。

1.3.4 灵敏度: 0.001。

1.3.5 流速: 1mL/min。

1.3.6 进样量: 10~20μL。

1.3 样品处理: 取样品10mL于分液漏斗中, 加1mol/L盐酸调至pH2~3, 分别用30、20、20mL二氯甲烷提取, 合并提取液在45℃水浴上蒸干, 用25mL甲醇分次溶解, 并定容至25mL, 然后取0.1~0.2mL于10mL容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度。

1.4 标准曲线的绘制: 分别准确吸取标准储备液0.1、0.2、0.3、0.4、0.6mL于10mL容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 使10-羟基-α-癸烯酸浓度为5、10、15、20、30μg/mL, 各取10μL注入HPLC中, 以10-羟基-α-癸烯酸峰面积为纵坐标, 标准溶液浓度为横坐标, 绘制标准曲线标准。

1.5 样品测定: 以上样品提取液经0.45μm滤膜精滤后, 取10~20μL于HPLC进样测定, 记录组分峰面积, 在标准曲线上查出相应的10-羟基-α-癸烯酸的质量。

1.6 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times n}{m \times 1000000}$$

式中:

X—样品中10-羟基-α-癸烯酸含量, g/100g;

m₁—由标准曲线上查出相应的10-羟基-α-癸烯酸质量, μg;

n—稀释倍数;

m—样品质量, g;

1000000—μg换算成g。

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 结果计算

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

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. 西洋参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 蜂王浆冻干粉：应符合GB/T 21532《蜂王浆冻干粉》的规定。
 3. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 4. 食用葡萄糖：应符合GB/T 20880《食用葡萄糖》的规定。
 5. 蜂蜜：应符合GB 14963《食品安全国家标准 蜂蜜》的规定。
 6. 柠檬酸：应符合GB 1886.235《食品安全国家标准 食品添加剂 柠檬酸》的规定。
 7. 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。
-