

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190287

康老大牌黄芪人参蜂王浆口服液

- 【原料】 黄芪、大枣、五味子、人参、蜂王浆
- 【辅料】 纯化水、蜂蜜、山梨酸钾
- 【生产工艺】 本品经提取（人参、黄芪、大枣、五味子，浸泡60min，10倍量水煎煮提取2次，每次2h）、浓缩、过滤、混合、配制、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。
- 【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	棕色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	液体，久置容许有少许沉淀物
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【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
可溶性固形物，%	≥7.0	GB/T 12143
pH值	4.0～6.0	《中华人民共和国药典》
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/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
山梨酸钾, 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
总皂苷(以人参皂苷Re计), mg/100mL	≥35	1 总皂苷的测定
10-羟基-2-癸烯酸, mg/100mL	≥13	2 10-羟基-2-癸烯酸的测定

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

1.3.1.1 固体试样：称取1.000g左右的试样（根据试样含人参量定），置于100mL容量瓶中，加少量水，超声30min，再用水定容至100mL，摇匀，放置，吸取上清液1.0mL进行柱层析。

1.3.1.2 液体试样：含乙醇的补酒类保健食品，吸取1.0mL试样放水浴挥干，用水溶解残渣，用此液进行柱层析。

非乙醇类的液体试样：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。

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：

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

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。

2 10-羟基-2-癸烯酸的测定

2.1 仪器

2.1.1 高效液相色谱仪：BIO—ROD700，UV1706多波长紫外检测器。

2.1.2 超声振荡器。

2.1.3 微孔过滤器（滤膜0.45μm）。

2.2 试剂

2.2.1 甲醇：色谱纯。

2.2.2 水：二次蒸馏水，经Milli-Q超纯处理。

2.2.3 二氯甲烷：分析纯。

2.2.4 磷酸：优级纯。

2.2.5 30%氢氧化钠。

2.2.6 1mol/L盐酸。

2.2.7 标准溶液：准确称取10-羟基-2-癸烯酸标准品（购自中国食品药品检定研究院）12.5mg于25mL容量瓶中，用甲醇溶解摇匀并稀释至刻度，此储备液每1mL含本品为0.5mg。

2.3 样品处理：含蜂王浆的口服液（液体样品）准确吸取样品溶液10~20mL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甲醇分次溶解并定溶至25mL，然后取0.1~0.2mL于10mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度。

2.4 色谱条件

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

2.4.2 流动相：甲醇-水-磷酸=50:50:0.2。

2.4.3 检测波长及灵敏度：210nm，0.001。

2.4.4 流速：1mL/min。

2.4.5 进样量：10~20μL。

2.5 标准曲线的绘制：分别准确吸取储备液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-HAD浓度为5、10、15、20、30μg/mL，各取10μL注入HPLC中，以10-HAD峰面积为纵坐标，标准浓度为横坐标绘制标准曲线图。

2.6 样品测定：以上样品提取液经滤膜（0.45μm）精滤后，取10~20μL于HPLC进样测定，记录组分峰面积，在标准曲线上或通过线性回归方程得出相应的10-HAD的质量。

2.7 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times n}{m \times 1000000} \times 100$$

式中：

X—样品中10-羟基-2-癸烯酸含量，%；

m_1 —由标准曲线上查得的相应的10-HAD质量，μg；

n —稀释倍数；

m —样品体积，mL；

1000000—μg换算成g。

【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. 人参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 黄芪：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

3. 大枣：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

4. 五味子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

5. 蜂王浆：应符合GB 9697《蜂王浆》的规定。

6. 蜂蜜：应符合GB 14963《食品安全国家标准 蜂蜜》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。

8. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
