

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20150040

参灵草牌原草液

【原料】

【辅料】

【生产工艺】 本品经粉碎、过筛、提取、浓缩、混合、灌装、湿热蒸汽灭菌、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】

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	棕黄色至黄褐色
滋味、气味	气微，味微苦
性状	澄清液体，允许有少量振摇易散的沉淀
杂质	无肉眼可见外来杂质

【鉴别】

1 冬虫夏草的鉴别

1.1 原理：紫外光灯（254nm）下检视，供试品薄层色谱中，在与对照品药材色谱相应的位置上，显相同颜色的主斑点。

1.2 试药

1.2.1 三氯甲烷：分析纯

1.2.2 乙酸乙酯：分析纯

1.2.3 异丙醇：分析纯

1.2.4 氨水：分析纯

1.2.5 乙醇：分析纯

1.2.6 甲醇：分析纯

1.2.7 水：纯水

1.2.8 冬虫夏草：购自中国食品药品检定研究院

1.3 供试品溶液的制备：取样品30mL，加热浓缩至约10mL，加乙醇至含80%乙醇，醇沉30min，过滤，滤液蒸干，残渣加甲醇2mL，超声30min，静置，取上层溶液，即得。

1.4 对照药材溶液的制备：取参灵草牌冬虫夏草对照药材粉末0.5g，加80%甲醇30mL回流提取1h，过滤，滤液蒸干，残渣加甲醇2mL，超声30min，静置，取上层溶液，即得。

1.5 鉴别：照薄层色谱法（《中华人民共和国药典》（2010年版）一部附录VI B）试验，取上述2种溶液

各10 μ L, 进行条状点样, 分别点于同一硅胶G薄层板上, 以三氯甲烷-乙酸乙酯-异丙醇-水-氨水(8:2:6:0.5:0.12)为展开剂, 展开, 晾干, 置紫外光灯(254nm)下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。

2 西洋参的鉴别

2.1 原理: 可见光下检视, 供试品薄层色谱中, 在与对照品药材色谱和对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的主斑点。

2.2 试药

2.2.1 甲醇: 分析纯

2.2.2 乙酸乙酯: 分析纯

2.2.3 三氯甲烷: 分析纯

2.2.4 正丁醇: 分析纯

2.2.5 西洋参对照药材: 购自中国食品药品检定研究院

2.2.6 拟人参皂苷F₁₁对照品: 购自中国食品药品检定研究院

2.3 供试品溶液的制备: 取样品50mL, 浓缩至20mL, 用水饱和正丁醇震荡提取3次, 每次20mL, 合并正丁醇提取液, 用水洗涤2次, 每次10mL, 分取正丁醇液, 蒸干, 残渣加甲醇4mL使溶解, 即得。

2.4 对照药材溶液的制备: 取西洋参对照药材粉末1g, 加甲醇25mL, 加热回流30min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加水20mL使溶解, 加水饱和的正丁醇振荡提取2次, 每次25mL, 合并正丁醇提取液, 用水洗涤2次, 每次10mL, 分取正丁醇液, 蒸干, 残渣加甲醇4mL使溶解, 即得。

2.5 对照品溶液的制备: 取拟人参皂苷F₁₁对照品加甲醇制成每1mL各含2mg的溶液, 即得。

2.6 鉴别: 照薄层色谱法(《中华人民共和国药典》(2010年版)一部附录VI B)试验, 吸取上述3种溶液各2 μ L, 分别点于同一硅胶G薄层板上, 以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10)5~10 $^{\circ}$ C放置12h的下层溶液为展开剂, 展开, 展距15cm, 取出, 晾干, 喷以10%硫酸乙醇溶液, 在105 $^{\circ}$ C加热至斑点显色清晰, 置可见光下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上, 分别显相同颜色的斑点。

3 灵芝的鉴别

3.1 原理: 紫外光灯(365nm)下检视, 供试品薄层色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的主斑点。

3.2 试药

3.2.1 乙醚: 分析纯

3.2.2 乙醇: 分析纯

3.2.3 二氯甲烷: 分析纯

3.2.4 丙酮: 分析纯

3.2.5 甲酸: 分析纯

3.2.6 硫酸: 分析纯

3.2.7 无水乙醇: 分析纯

3.2.8 灵芝对照药材: 购自中国食品药品检定研究院

3.3 供试品溶液的制备: 取样品100mL, 加热浓缩至约30mL, 加乙醇至含80%乙醇, 醇沉, 过滤, 滤液蒸干, 残渣加水30mL溶解, 用乙醚提取3次, 每次20mL, 合并乙醚液, 低温蒸干, 残渣加无水乙醇2mL溶解, 即得。

3.4 对照药材溶液的制备: 取灵芝对照药材粉末2g, 加乙醇30mL, 加热回流30min, 过滤, 蒸干, 残渣加无水乙醇2mL使溶解, 即得。

3.5 鉴别: 照薄层色谱法(《中华人民共和国药典》(2010年版)一部附录VI B)试验, 取上述2种溶液各4 μ L, 分别点于同一硅胶G薄层板上, 以二氯甲烷-丙酮-甲酸(8:1:0.8)为展开剂, 展开, 展距8~10cm取出, 晾干, 喷以10%硫酸乙醇溶液, 于105 $^{\circ}$ C加热至斑点显色清晰, 置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。

【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	4.0~6.0	《中华人民共和国药典》（2010年版）一部
可溶性固形物（20℃折光计法），%	≥1.2	GB/T 12143
铅（以Pb计），mg/L	≤0.5	GB 5009.12
砷（以As计），mg/L	≤0.3	GB/T 5009.11
汞（以Hg计），mg/L	≤0.3	GB/T 5009.17
六六六，mg/L	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/L	≤0.2	GB/T 5009.19
三氯蔗糖，g/L	0.02~0.05	GB/T 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	≤100	GB 4789.2
大肠菌群，MPN/100mL	≤6	GB/T 4789.3-2003
霉菌，cfu/mL	≤10	GB 4789.15
酵母，cfu/mL	≤10	GB 4789.15
致病菌（指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌、溶血性链球菌）	不得检出	GB 4789.4、GB 4789.5、GB 4789.10、GB/T 4789.11

【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	≥30.0	1 总皂苷的测定
腺苷，mg/100mL	≥0.8	2 腺苷的测定

1 总皂苷的测定

1.1 原理：皂苷成分与5%香草醛冰醋酸溶液和高氯酸溶液经显色反应后，反应物于550nm波长处有最大吸收，按照紫外-可见分光光度法，于550nm波长处测定吸光度值，采用对照品比较法测定总皂苷的含量。

1.2 试剂

1.2.1 5%香草醛：称取0.5g香草醛，加冰醋酸溶解且定容定10mL容量瓶中，摇匀，备用，临用前配制。

1.2.2 正丁醇

1.2.3 高氯酸

1.2.4 甲醇：分析纯

1.2.5 人参皂苷Re标准对照品：购自中国食品药品检定研究院

1.3 仪器

1.3.1 紫外-可见分光光度计

1.3.2 恒温水浴锅

1.4 对照品溶液的制备：精密称取人参皂苷Re适量，用甲醇溶解配制成1mL含0.2mg的对照品溶液。

1.5 供试品溶液的制备：精密吸取5mL试样，置于25mL容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，精密吸取5mL稀释溶液于分液漏斗中，用水饱和的正丁醇萃取4次，每次10mL，合并正丁醇萃取液，再用正丁醇饱和水萃取3次，每次10mL，弃去水层，合并正丁醇液，置水浴上蒸干，残渣用甲醇溶解并定容至2mL容量瓶中，摇匀，即得供试品溶液，备用。

1.6 测定：分别精密吸取对照品溶液及供试品溶液各0.5mL，置于10mL具塞试管中，蒸干，放冷，精密加入0.2 mL5%香草醛冰醋酸溶液与0.8mL高氯酸溶液，摇匀，置60℃水浴中加热15min，取出放冷，加5mL冰醋酸溶液，充分摇匀，照紫外-可见分光光度法（《中华人民共和国药典》一部附录VA），以1cm玻璃比色池于550nm波长处测定吸光度值，随行空白。

1.7 结果计算

$$X = \frac{A_{\text{样}} \times C_{\text{对}}}{A_{\text{对}}} \times F \times 100$$

式中：

X—样品中总皂苷含量（以人参皂苷Re计），mg/100mL；

$A_{\text{对}}$ —对照品溶液的吸光度值；

$A_{\text{样}}$ —样品溶液的吸光度值；

$C_{\text{对}}$ —标准管人参皂苷Re的浓度，mg/mL；

F—稀释倍数。

2 腺苷的测定

2.1 试剂

2.1.1 腺苷对照品：购自中国食品药品检定研究院

2.1.2 磷酸二氢钾：分析纯

2.1.3 甲醇：色谱纯

2.2 仪器：高效液相色谱仪

2.3 色谱条件

2.3.1 色谱柱： C_{18} ，4.6mm×150mm，5 μ m。

2.3.3 流动相：甲醇-0.01mol/L磷酸二氢钾溶液=9:91

2.3.3 柱温：室温

2.3.4 检测波长：254nm

2.3.5 流速：1.0mL/min

2.3.6 进样量：20 μ L

2.4 对照品溶液的制备：精密称取腺苷对照品适量，加30%甲醇制成每1mL含10 μ g的溶液，即得。

2.5 供试品溶液的制备：取样品5mL，置于10mL容量瓶中，加30%甲醇定容至刻度，经0.45 μ m微孔滤膜过滤，即得。

2.6 测定：分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各20 μ L，注入液相色谱仪，测定，即得。

2.7 结果计算

$$X = \frac{A_{\text{样}} \times C_{\text{对}}}{A_{\text{对}}} \times F \times 100$$

式中：

X—试样中腺苷的含量，mg/100mL；

$A_{\text{样}}$ —供试品溶液峰面积；

$A_{\text{对}}$ —对照品溶液峰面积；

$C_{\text{对}}$ —对照品溶液的浓度， μ g/mL；

F—稀释倍数。

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】

【原辅料质量要求】
