

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20130117

水中圣牌唤然口服液

【原料】 黄芪、丹参、枸杞子、黄精、大枣、人参、蛹虫草

【辅料】 苯甲酸钠、甜菊糖苷、纯化水

【生产工艺】 本品经提取（8倍量水煮沸提取3次，每次1.5h）、浓缩、溶解、配制、过滤、灌装、湿热灭菌（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；铝防伪瓶盖应符合BB/T 0034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	棕色至棕褐色
滋味、气味	具本品固有的滋味、气味，无异味
状态	均匀液体，久置允许有少量沉淀物，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	3.0~5.5	《中华人民共和国药典》
可溶性固形物（20℃折光计法），%	≥8.0	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	≤0.1	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
苯甲酸, g/L	≤1.0	GB/T 5009.29

【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	≤0/25mL	GB 4789.10
沙门氏菌	≤0/25mL	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
腺苷, mg/100mL	≥4.67	1 腺苷的测定
总皂苷(以人参皂苷Re计), mg/100mL	≥130	2 总皂苷的测定

1 腺苷的测定(来源于《保健食品检验与评价技术规范》(2003年版))

1.1 范围

本方法规定了保健食品中腺苷的测定方法。

本方法适用于以冬虫夏草为主要原料的保健食品中腺苷的测定。

本方法的检出限: 0.04μg。

本方法的线性范围: 0.40~60.0μg/mL。

1.2 原理: 将粉碎的胶囊、片剂试样使用乙醇-水进行提取, 根据高效液相色谱紫外检测器定性定量检测。

1.3 试剂

除非另有说明, 在分析中仅使用双蒸水。

1.3.1 磷酸二氢钾: 分析纯。

1.3.2 无水乙醇: 优级纯。

1.3.3 甲醇: 优级纯。

1.3.4 提取液: 乙醇-水=3:2。

1.3.5 腺苷标准溶液: 准确称量腺苷标准品0.0100g, 加入水溶解并定容至25mL。此溶液每mL含0.4mg腺苷。

1.4 仪器

1.4.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）。

1.4.2 超声波清洗器。

1.4.3 离心机。

1.5 分析步骤

1.5.1 试样处理：取20粒以上片剂或胶囊试样进行粉碎混匀，准确称取适量试样（精确至0.001g）于25mL容量瓶中，加入约20mL提取液，超声提取10min。取出后加入提取液定容至刻度，混匀后以3000r/min离心3min。经0.45μm滤膜过滤后供液相色谱分析用。

1.5.2 液相色谱参考条件

1.5.2.1 色谱柱：C₁₈柱，4.6×150mm，5μm。

1.5.2.2 柱温：室温。

1.5.2.3 紫外检测器：检测波长254nm。

1.5.2.4 流动相：甲醇-0.01mol/L磷酸二氢钾溶液=10:90。

1.5.2.5 流速：1.0mL/min。

1.5.2.6 进样量：10μL。

1.5.2.7 色谱分析：取10μL标准溶液及试样溶液注入色谱仪中，以保留时间定性，以试样峰高或峰面积与标准比较定量。

1.5.3 标准曲线制备：分别配制浓度为0.400、2.00、4.00、20.0、60.0μg/mL腺苷标准溶液，在给定的仪器条件下进行液相色谱分析，以峰高或峰面积对浓度作标准曲线。

1.5.4 分析结果的表示

1.5.4.1 计算

$$X = \frac{h_1 \times C \times V \times 100}{h_2 \times m \times 1000}$$

式中：

X—试样中腺苷的含量，mg/100g；

h₁—试样峰高或峰面积；

C—标准溶液浓度，μg/mL；

V—试样定容体积，mL；

h₂—标准溶液峰高或峰面积；

m—试样质量，g。

1.5.4.2 结果表示：计算结果保留三位有效数字。

1.6 技术参数

1.6.1 准确度：方法的回收率在92.7%~98.3%之间。

1.6.2 允许差：在重复性条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的±10%。

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：

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

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. 黄芪、丹参、枸杞子、黄精、大枣、人参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
2. 蛹虫草

项 目	指 标
来源	人工培养的蛹虫草子实体
制法	经人工培养（20～23℃）、分离、干燥、粉碎、入库等主要工艺加工制成
感官要求	头部圆柱形至棍棒形，柄圆柱形，表面橙黄色，子囊壳外露，圆锥形于椭圆形，质软柔韧，具虫草子实体特有的香气
腺苷（以C ₁₀ H ₁₃ N ₅ O ₄ 计），mg/100g	≥110.0
蛋白质，%	≥24.0
脂肪，%	≥1.0
多糖，%	≥2.5

水分，%	≤8.0
灰分，%	≤10.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.0
总砷（以As计），mg/kg	≤0.5
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/100g	≤40
霉菌，CFU/g	≤25
酵母，CFU/g	≤25
致病菌（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

3. 苯甲酸钠：应符合GB 1886.184《食品安全国家标准 食品添加剂 苯甲酸钠》的规定。

4. 甜菊糖苷：应符合GB 8270《食品安全国家标准 食品添加剂 甜菊糖苷》的规定。

5. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
