

国家市场监督管理总局

保健食品产品技术要求

BJG20120531

邦特养康牌海奥口服液

BangTeYangKangPaiHaiAokouFuYe

【配方】 黄芪、黄精、蛹虫草、人参、陈皮、茯苓、甜菊糖苷、饮用水

【生产工艺】 本品经提取、浓缩、配制、过滤、湿热灭菌、包装等主要工艺加工制成。

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	棕褐色，色泽均匀
滋味、气味	具本品固有的滋味及气味，无异味
性状	澄清液体，允许有少量可摇匀的沉淀
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
总蒽醌（以1,8-二羟基蒽醌计），mg/L	10.0~30.0	1 总蒽醌的测定
pH值	3.5~5.5	《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），%	≥7.0	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

1 总蒽醌的测定

1.1 原理：蒽醌类化合物经酸水解用氯仿提取后，再用稀碱液萃取，与1,8-二羟基蒽醌对照品比较，用分光光度计在530nm波长处比色定量。

- 1.2 仪器
- 1.2.1 分光光度计
- 1.2.2 加热回流装置：附冷凝管
- 1.3 试剂
- 1.3.1 5mol/L硫酸
- 1.3.2 氯仿：分析纯
- 1.3.3 混合碱液：5%（m/v）氢氧化钠-2%（m/v）氢氧化铵=1:1
- 1.3.4 1,8-二羟基蒽醌对照品贮备液：准备称取1,8-二羟基蒽醌对照品（购自中国食品药品检定研究院）5.8mg，置于50mL容量瓶中，用混合碱液溶解，充分混匀，再用混合碱液稀释至刻度，配制成0.116mg/mL贮备液。
- 1.4 样品处理：取样品25mL，置于200mL带冷凝管的锥形瓶中，加5mol/L硫酸40mL，加热回流水解2h，稍冷后加氯仿30mL，水浴加热回流1h，分离出氯仿液，再加氯仿30mL，加热回流水解30min，分离出氯仿液，再加氯仿20mL，如此反复，提取至氯仿无色为止，收集氯仿提取液过滤，将滤液移至容量瓶中，用氯仿定容至刻度（ V_1 ），摇匀，精密吸取一定量（10mL左右）（ V_2 ）置分液漏斗中，用混合碱液（每次5mL）萃取至无色，将萃取液移至50mL容量瓶中，用混合碱液调至刻度。
- 1.5 标准曲线的绘制：精密吸取上述对照品贮备液1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL（相当于1,8-二羟基蒽醌0.116、0.232、0.348、0.464、0.580mg），分别置于50mL量瓶中，加混合碱液至刻度，摇匀，20min后以混合碱液作空白对照，于530nm波长处测定和记录相应的吸光度值，以1,8-二羟基蒽醌的质量为横坐标，吸光度值为纵坐标绘制标准曲线。
- 1.6 结果计算

$$X = \frac{A \times V_1 \times 100}{m \times V_2}$$

式中：

- X—样品中总蒽醌的含量（以1,8-二羟基蒽醌计），mg/100mL；
- A—样液比色相当于标准品质量，mg；
- V_1 —氯仿提取液总体积，mL；
- V_2 —氯仿测定液体积，mL；
- m—样品体积，mL。

【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/T 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
腺苷，mg/100mL	≥1.5	1 腺苷的测定

粗多糖（以无水葡萄糖计），mg/100mL	≥62	2 粗多糖的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），mg/100mL	≥43	3 总皂苷的测定

1 腺苷的测定

1.1 仪器

1.1.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器和色谱工作站

1.1.2 超纯水装置

1.1.3 超声波提取器

1.1.4 微孔过滤器：滤膜0.45μm

1.2 试剂

除特殊说明外，所用试剂均为分析纯，实验用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

1.2.1 无水乙醇

1.2.2 甲醇

1.2.3 磷酸二氢钾

1.2.4 腺苷标准储备液：准确称取腺苷标准品（购自中国食品药品检定研究院）50.0mg，加超纯水溶解并定容至50mL，混匀，置冰箱内保存。此溶液每1mL含腺苷1.0mg。

1.2.5 腺苷标准使用液：准确吸取腺苷标准储备液1.0mL，置于50mL容量瓶中，用超纯水稀释至刻度，混匀。此溶液每1mL含腺苷20.0μg。

1.3 色谱条件

1.3.1 色谱柱：C18柱，250nm×4.6mm

1.3.2 流动相：乙腈-0.010mol/L磷酸二氢钾=8:92（v/v）

1.3.3 流速：1.0mL/min

1.3.4 检测波长：254nm

1.3.5 灵敏度：0.02AUFS

1.3.6 进样量：10μL

1.4 样品处理：准确量取样品1.0mL，用0.45μm微孔滤膜过滤，滤液供液相色谱分析用。

1.5 样品测定：取样品处理液10μL，注入色谱仪中分离测定，与标准品的保留时间比较定性，以峰面积外标法定量。

1.6 结果计算

$$X = \frac{V_1 \times c}{V}$$

式中：

X—样品中腺苷的含量，μg/mL；

V₁—测定样品液体积，mL；

c—测定液中腺苷浓度，μg/mL；

V—样品体积，mL。

2 粗多糖的测定

2.1 仪器

2.1.1 离心机：4000r/min

2.1.2 50mL离心管或15mL具塞离心管

2.1.3 分光光度计

2.1.4 水浴锅

2.1.5 旋涡混合器

2.2 试剂

实验用水为双蒸水，所用试剂为分析纯级。

2.2.1 无水乙醇

2.2.2 80%（v/v）乙醇溶液

2.2.3 80%（w/v）硫酸

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

2.2.5 0.1%（w/v）蒽醌硫酸溶液：准确称取0.1g蒽醌置于烧杯中，缓缓加入100mL80%硫酸溶解，溶解后呈黄色透明溶液。现用现配。

2.3 样品处理

2.3.1 样品提取：准确吸取样品5.0mL，置于100mL容量瓶中，加水至刻度（ V_1 ），混匀后过滤，弃去初滤液，收集续滤液供沉淀粗多糖。

2.3.2 沉淀粗多糖：准确吸取2.3.1项续滤液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，离心后弃去上清液，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）。

2.4 标准曲线的绘制：精密吸取葡萄糖标准使用液0、0.20、0.40、0.60、0.80、1.0mL（相当于葡萄糖0、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10mg），置于10mL比色管中，补加水至2.0mL，加入0.1%蒽醌硫酸溶液6mL，在旋涡混合器上混匀，置沸水浴中加热10min，取出，在流水中冷却20min后，用分光光度计在620nm波长处，以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值。以葡萄糖质量为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

2.5 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波长处测定吸光度值并求出样品中粗多糖含量。

2.6 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（以无水葡萄糖计），mg/100mL；

m_1 —样品测定液中葡萄糖的质量，mg；

m_2 —样品体积，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；

3 总皂苷的测定

3.1 仪器

3.1.1 722分光光度计

3.1.2 PT-大孔吸附树脂柱

3.1.3 超声波振荡器

3.2 试剂

3.2.1 甲醇：分析纯

3.2.2 乙醇：分析纯

3.2.3 高氯酸：分析纯

3.2.4 冰乙酸：分析纯

3.2.6 重蒸水

3.2.5 5%香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。

3.2.7 人参皂苷Re标准溶液：精确称取人参皂苷Re标准品（购自中国食品药品检定研究院）约2.0mg，用甲醇溶解并定容至10.0mL，即每毫升含人参皂苷Re2.0mg。

3.3 测定步骤

3.3.1 样品处理：准确吸取1.0mL样品，直接进行柱分离。

3.3.2 柱层析：以PT-大孔吸附树脂柱进行层析分离，准确吸取上述以处理好的样品溶液1.0mL上柱，用15mL水洗柱，以洗去糖分等水溶性杂质，弃去洗脱液，再用20mL85%乙醇洗脱总皂苷，收集洗脱液于蒸发皿中，置水浴挥干。以此作显色用。

3.3.3 显色：在3.3.2项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10mL比色管中，塞紧盖子，置于60℃以下的水浴上加

温15min，取出，冰浴冷却后，准确加入冰乙酸5.0mL，摇匀后，以试剂空白溶液为参比，以1cm比色皿用分光光度计在560nm波长处与标准管一起进行比色测定。

3.4 标准曲线的绘制：吸取人参皂苷Re标准溶液（2.0mg/mL）0、20、40、60、80、100μL（相当于人参皂苷Re0、40、80、120、160、200μg），分别置于10mL比色管中，用氮气吹干，按3.3.3项显色步骤测定吸光度值并绘制标准曲线。人参总皂苷浓度在40~200μg/mL之间与吸光度值呈线性关系，相关系数（r）0.999。

3.5 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times V_1 \times 1000}{V \times V_2 \times 1000 \times 1000}$$

式中：

X—试样中总皂苷含量（以人参皂苷Re计），g/L；

V—试液体积，L；

V₁—样品总体积，mL；

V₂—样品测定用体积，mL；

m₁—从标准曲线查得待测液中人参皂苷Re量，μg。

【保健功能】 缓解体力疲劳、增强免疫力

【适宜人群】 易疲劳者、免疫力低下者

【不适宜人群】 少年儿童、孕妇、乳母、食用真菌过敏者

【食用方法及食用量】 每日1次，每次50mL，早餐前服用，服用前摇匀，开盖即服

【规格】 50ml/瓶

【贮藏】 密封、置于阴凉干燥处

【保质期】 24个月
