

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20100161

绿山九牌百合灵芝茶

【原料】 酸枣仁、茯苓、灵芝、百合、五味子

【辅料】 糊精

【生产工艺】 本品经粉碎、提取（酸枣仁、五味子粗粉加5倍量70%乙醇浸泡5d，每日搅拌1次，滤过，滤液回收乙醇备用；药渣与灵芝、7/8量的百合、1/2量的茯苓粗粉合并再加水煎煮2次，第一次8倍量水2h、第二次6倍量水1h、滤过，合并滤液）、浓缩、混合、制粒、干燥、包装、辐照灭菌（⁶⁰Co，5kGy）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】 热封型茶叶滤纸应符合GB 4806.8的规定；复合包装袋应符合GB 9683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	棕褐色
滋味、气味	味微苦，具中药固有气味，无异味
性状	固体颗粒状
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
水分，%	≤8.0	GB 5009.3
灰分，%	≤5.0	GB 5009.4
铅（以Pb计），mg/kg	≤5.0	GB 5009.12
总砷(以As计)，mg/kg	≤1.0	GB 5009.11
总汞(以Hg计)，mg/kg	≤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

【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/g	≤30000	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/g	≤0.92	GB 4789.3 MPN计数法
霉菌和酵母, CFU/g	≤50	GB 4789.15
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.10
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	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
酸枣仁总皂苷（以酸枣仁皂苷A和酸枣仁皂苷B计），mg/100g	≥40.0	1 酸枣仁总皂苷的测定
粗多糖（以葡聚糖计），g/100g	≥5.0	2 粗多糖的测定

1 酸枣仁总皂苷的测定

1.1 试剂

1.1.1 乙腈：色谱纯。

1.1.2 甲醇：色谱纯。

1.1.3 酸枣仁皂苷A及B对照品：中国食品药品检定研究院，纯度98.5%。

1.1.4 对照品溶液：分别精密称酸枣仁皂苷A、B对照品各5mg，置于10mL容量瓶中，加甲醇5mL，超声使用溶解，静置使冷却至室温，加甲醇稀释至刻度，摇匀，即得。

1.1.5 样品溶液：精密称取样品5g，加入250mL具磨口锥形瓶，加石油醚150mL，回流脱脂4h，通风处使残余石油醚挥尽；加入甲醇150mL，回流提取12h。所得甲醇溶液，过滤，滤液于60℃水浴上蒸发溶剂至5mL，然后定量转入25mL容量瓶，再分别用5mL甲醇洗涤烧杯三次，且全部转入容量瓶，静置使冷却至室温，用甲醇定容至刻度，摇匀，即得。

1.2 仪器：Waters 2695 高效液相色谱仪（附Waters 2996 PDA检测器）

1.3 色谱条件

1.3.1 色谱柱：DOS-C18柱，4.6mm×250mm×4.6μm。

1.3.2 流动相：乙腈-水=30:70。

1.3.3 流速：1.0mL/min。

1.3.4 检测波长：195nm。

1.3.5 柱温：室温。

1.3 测定：分别用微孔滤膜过滤，然后用微量注射器分别吸取对照品溶液与样品溶液各20μL注入液相色谱仪，测定。

1.4 结果计算

$$a = \frac{C_{\text{标A}} \times A_{\text{样A}} \times 2.5}{A_{\text{标A}} \times 5}$$

$$C_{\text{1-10}} \times A_{\text{1-10}} \times 2.5$$

$$b = \frac{A_{\text{标B}} \times 5}{\dots}$$

$$X = a + b$$

式中:

- X—样品中酸枣仁总皂苷的含量, g/100g;
- a—样品中酸枣仁皂苷A的含量, g/100g;
- b—样品中酸枣仁皂苷B的含量, g/100g;
- C_{标A}—酸枣仁皂苷A标准品的浓度, mg/mL;
- C_{标B}—酸枣仁皂苷B标准品的浓度, mg/mL;
- A_{样A}—样品溶液中酸枣仁皂苷A的峰面积, μV·s;
- A_{样B}—样品溶液中酸枣仁皂苷B的峰面积, μV·s;
- A_{标A}—对照品溶液中酸枣仁皂苷A的峰面积, μV·s;
- A_{标B}—对照品溶液中酸枣仁皂苷B的峰面积, μV·s。

2 粗多糖的测定

2.1 试剂

除特殊注明外, 本方法所用试剂均为分析纯; 所用水为离子水或同等纯度蒸馏水。

- 2.1.1 乙醇溶液(800mL/L): 200mL水中入无乙醇800mL, 混匀。
- 2.1.2 氢氧化钠溶液(100g/L): 称取100g氢氧化钠, 加水溶解并稀释至1L, 加入固体无水硫酸钠至饱和, 备用。
- 2.1.3 铜储备溶液: 称取3.0g CuSO₄·5H₂O、30.0g柠檬酸钠, 加水溶解并稀释至1L, 混匀, 备用。
- 2.1.4 铜试剂溶液: 取铜储备液50mL, 加入50mL水, 混匀后加入固体无水硫酸钠12.5g并使其溶解。临用新配。
- 2.1.5 洗涤剂: 取水50mL, 加入10mL铜试剂溶液、10mL氢氧化钠溶液, 混匀。
- 2.1.6 硫酸溶液(100mL/L): 取100mL浓硫酸加入到800mL左右水中, 混匀, 冷却后稀释到1L。
- 2.1.7 苯酚溶液(50g/L): 称取精制苯酚5.0g, 加水溶解稀释至100mL, 混匀。溶液置冰箱中可保存1个月。
- 2.1.8 葡聚糖标准品: sigma公司, 纯度为99.0%。
- 2.1.9 葡聚糖标准储备溶液: 精密称取分子量500000、干燥至恒重的葡聚糖标准品0.5000g, 加水溶解并定容至50mL, 混匀, 至冰箱中保存。此溶液每1mL含葡聚糖标准品10.0mg。
- 2.1.10 葡聚糖标准使用溶液: 吸取葡聚糖标准储备液1.0mL, 置于100mL的容量瓶中, 加水至刻度混匀, 至冰箱中保存, 使溶液每1mL含葡聚糖0.10mg。

2.2 仪器

- 2.2.1 分光光度计。
- 2.2.2 离心机。
- 2.2.3 旋转混匀器。

2.3 标准曲线的制备: 精密吸葡聚糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL(相当于葡聚糖0、0.010、0.020、0.040、0.060、0.080、0.10mg), 分别置于25mL比色管中, 准确补充水至2.0mL, 加入50g/L苯酚溶液1.0mL, 在旋转混匀器上混匀, 小心加入浓硫酸10.0mL, 于旋转混匀器上小心混匀, 置沸水浴中煮沸2min, 冷却后, 用分光光度计在485nm波长处, 以试剂空白溶液为参比, 色皿测定吸收光度值。以葡聚糖浓度为横坐标, 吸光度值为纵坐标, 绘制标准曲线。

2.4 样品处理

2.4.1 沉淀粗多糖: 精密取样液1.0g, 置于50mL离心管中, 加入水5mL, 溶解摇匀后, 加入无水乙醇20mL, 混匀后以3000r/min离心, 弃去清液。残渣用500mL/L乙醇溶液数毫升洗涤, 离心后弃上清液, 反复操作3~4次。残渣用水溶解并定容至5.0mL, 混匀后供沉淀葡聚糖。

2.4.2 沉淀葡聚糖: 精密称取2.4.1项下溶液2mL, 置于离心管中, 加入100g/L氢氧化钠溶液2.0mL、铜试剂2.0mL, 沸水浴中煮沸2min, 冷却后以3000r/min离心5min, 弃去上清液。残渣用洗涤剂数毫升洗涤, 离心后弃上清液, 反复操作3次后, 残渣用100mL/L硫酸溶液2.0mL溶解并转移到50mL容量瓶中, 加水稀释至刻度, 混匀。此溶液为样品测定液。

2.5 样品测定: 精密吸取样品测定液2.0mL, 置于25mL比色管中, 加入50g/L苯酚溶液1.0mL, 在旋转混合器上混匀后, 小心加入浓硫酸10.0mL后, 于旋转混匀器上小心混匀, 置沸水浴中煮沸2min, 冷却至室温后

用分光光度计在485nm波长处，以试剂空白为参比，1cm比色皿测定吸光度值。从标准曲线上查出葡聚糖质量，计算样品中粗多糖含量。同时作样品空白实验。

2.6 结果计算

$$X = \frac{W_1 - W_2}{M \times \frac{V_2}{V_1} \times \frac{V_4}{V_3}}$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡聚糖计），mg/g；

W₁—样品测定液中葡聚糖的质量，mg；

W₂—样品空白液中葡聚糖的质量，mg；

M—样品质量，g；

V₁—样品提取液总体积，mL；

V₂—沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；

V₃—粗多糖溶液体积，mL；

V₄—沉淀葡聚糖所用粗多糖溶液体积，mL。

【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”项下片剂的规定。

【原辅料质量要求】

1. 酸枣仁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 茯苓：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 3. 灵芝：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 4. 百合：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 5. 五味子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 8. 糊精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-