

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20060381

金益珍牌人参灵芝酸枣仁口服液

【原料】 酸枣仁、灵芝、枸杞子、黄精、制何首乌、益智仁、桃仁、人参

【辅料】 山梨酸钾、甜蜜素、纯化水

【生产工艺】 本品经提取（酸枣仁、灵芝、枸杞子、黄精、制何首乌、益智仁、桃仁、人参，分别加4、3、3倍量水煮沸提取3次，每次煮沸后保持30min）、浓缩、配制、过滤、灌装、热压灭菌（105℃，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】 锁口瓶应符合GB 4806.5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	棕黄色
滋味、气味	具有本品特殊的香气，味甜、微苦，无异味
性状	澄清透明的液体，允许有适量轻摇易散的沉淀
杂质	无肉眼可见外来杂质

【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
pH值	4-6	《中华人民共和国药典》
可溶性固形物，%	≥38.6	GB/T 12143
总蒽醌（以1,8-二羟基蒽醌计），mg/100mL	10-40	1 总蒽醌的测定
多糖（以葡萄糖计），mg/100mL	≥578	2 多糖的测定
六六六，mg/L	<0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/L	<0.2	GB/T 5009.19

铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5	GB 5009.12
总砷（以As计），mg/kg	≤0.3	GB 5009.11
苯甲酸钠（以苯甲酸计），g/kg	≤0.2	GB 5009.28
糖精钠，g/kg	≤0.15	GB 5009.28
山梨酸钾（以山梨酸计），g/kg	≤1.0	GB 5009.28
甜蜜素，g/kg	≤0.65	GB 5009.97

1 总蒽醌的测定

本方法适用于保健食品中含蒽醌类（anthraquinone）化合物如豆科植物决明子、百合科植物萱草等总蒽醌的测定。

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，在分光光度计530nm处比色定量。

1.2 仪器

1.2.1 分光光度计。

1.2.2 带冷凝管的加热回流装置等。

1.3 试剂

1.3.1 5mol/L硫酸。

1.3.2 氯仿（AR）。

1.3.3 5%氢氧化钠（m/V）+2%氢氧化铵（m/V）（1+1）混合碱液。

1.3.4 1,8-二羟基蒽醌对照品：中国食品药品检定研究院。

1.3.5 1,8-二羟基蒽醌对照品贮备液：准确称取1,8-二羟基蒽醌对照品5.8mg，置于50mL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 测定步骤

1.4.1 样品处理：准确称取均匀发的样品0.5-2g或适量，液体样品可取10mL左右（视含量而定），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，将萃取液移到50mL容量瓶中，用混合碱液调至刻度。

1.4.2 标准曲线绘制：精密吸取上述对照品贮备液1.0mL、2.0mL、3.0mL、4.0mL、5.0mL（相当于1,8-二羟基蒽醌0.116mg、0.232mg、0.348mg、0.464mg、0.580mg），分别置于50mL容量瓶中，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。

1.5 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—样品质量，g。

2 多糖的测定

2.1 仪器

2.1.1 分光光度计。

2.1.2 离心机（3000r/min）。

2.1.3 旋转混合器。

2.2 试剂

除特殊注明外，本方法所用试剂均为分析纯；所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

2.2.1 乙醇溶液（80%）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

2.2.2 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。

2.2.3 硫酸（AR）。

2.2.4 苯酚溶液（50g/L）：称取精制苯酚5.0g，加水溶解并稀释至100mL，混匀。溶液置冰箱中可保存1个月。

2.2.5 葡聚糖标准液：准确称取1.0000g经过98-100℃干燥至恒重的葡萄糖（AR），加水溶解后稀释至1000mL，此溶液1mL含1mg葡萄糖，用前稀释10倍（0.1mg/mL），现配现用。

2.3 测定步骤

2.3.1 标准曲线的绘制：准确吸取葡萄糖标准使用液0、0.10、0.20、0.30、0.40、0.50、0.60mL分别置于具塞试管中，加蒸馏水补充至体积2.00mL，再加苯酚溶液1.00mL，摇匀，依次加入浓硫酸5.00mL，摇匀，置沸水浴2min，取出置室温，于485nm波长处测定吸光度值。以含糖量为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

2.3.2 供试品溶液配制：精密吸取10.0mL样品液，挥去乙醇，用水补充至10.0mL，加入无水乙醇40mL，沉淀，离心，用80%乙醇洗涤一次，沉淀用水溶解并定容至50mL。

2.3.3 样品测定：吸取供试品溶液1.00mL，加水补充至2.00mL，再加苯酚溶液1.00mL摇匀，依次加入浓硫酸5.00mL，摇匀，置沸水浴2min，取出置室温，于485nm波长处测定吸光度值。

2.4 结果计算

$$X = \frac{m \times 50}{10.00 \times 1.0 \times 1000} \times 100$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），mg/100mL；

m—测定溶液相当葡萄糖的量，μg。

【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
总黄酮（以芦丁计），mg/100mL	≥314	1 总黄酮的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），mg/100mL	≥55	2 总皂苷的测定

1 总黄酮的测定

1.1 试剂

1.1.1 聚酰胺粉。

1.1.2 芦丁标准溶液：称取5.0mg芦丁，加甲醇溶解并定容至100mL，即得50μg/mL。

1.1.3 乙醇：分析纯。

1.1.4 甲醇：分析纯。

1.2 分析步骤

1.2.1 试样处理：称取一定量的试样，加乙醇定容至25mL，摇匀后，超声提取20min，放置，吸取上清液1.0mL，于蒸发皿中，加1g聚酰胺粉吸附，于水浴上挥去乙醇，然后转入层析柱。先用20mL苯洗，苯液弃去，然后用甲醇洗脱黄酮，定容至25mL。此液于波长360nm测定吸收值。同时以芦丁为标准品，测定标准曲线，求回归方程，计算试样中总黄酮含量。

1.2.2 芦丁标准曲线：吸取芦丁标准溶液0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL于10mL比色管中，加甲醇至刻度，摇匀，于波长360nm比色。求回归方程，计算试样中总黄酮含量。

1.3 计算和结果表示：

$$X = \frac{A \times V_2 \times 100}{V_1 \times M \times 1000}$$

式中：

X—试样中总黄酮的含量（以芦丁计），mg/100g；

A—由标准曲线算得被测液中黄酮量，μg；

M—试样质量，g；

V₁—测定用试样体积，mL；

V₂—试样定容总体积，mL。

计算结果保留二位有效数字。

2 总皂苷的测定

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

2.3.1.1 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。

2.3.1.2 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，用水浴溶解残渣，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。

2.3.2 柱层析：用10mL注射器作层析管，内装3cm Amberlite-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. 酸枣仁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 灵芝：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 3. 枸杞子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 4. 黄精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 5. 制何首乌：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 6. 益智仁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 7. 桃仁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 8. 人参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 9. 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。
 10. 甜蜜素：应符合GB 1886.37《食品安全国家标准 食品添加剂 环己基氨基磺酸钠（又名甜蜜素）》的规定。
 11. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-