

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20090292

蓉达牌枸杞人参蜂王浆口服液

【原料】 黄精、枸杞子、人参、蜂王浆

【辅料】 白砂糖、蜂蜜、山梨酸钾、纯化水

【生产工艺】 本品经提取（10倍量水煎煮2次，每次2h）、浓缩、过滤、混合、配制、微孔滤膜过滤除菌（滤膜孔径0.22μm）、灌装、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】 玻璃管制口服液瓶应符合YY0056的规定；撕拉铝盖应符合YBB0131的规定；药用丁基胶塞应符合YBB00042002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 |
| 滋味、气味 | 味苦，微甜，无异味 |
| 性状 | 液体，久置有少量轻摇易散的沉淀 |
| 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 |
|-------------------|---------|--------------|
| pH值 | 4.0~6.0 | 《中华人民共和国药典》 |
| 可溶性固形物（20℃折光计法），% | ≥29.0 | 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 |
| 六六六，mg/kg | ≤0.1 | GB/T 5009.19 |
| 滴滴涕，mg/kg | ≤0.1 | GB/T 5009.19 |

| | | |
|-----------|------|--------------|
| 山梨酸钾, 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, CFU/mL | ≤25 | GB 4789.15 |
| 酵母, CFU/mL | ≤25 | 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 |
|------------------------|-------|------------------|
| 总皂苷（以人参皂苷Re计），mg/100mL | ≥65.0 | 1 总皂苷的测定 |
| 10-羟基-2-癸烯酸，mg/100mL | ≥67.0 | 2 10-羟基-2-癸烯酸的测定 |

1 总皂苷的测定

1.1 试剂

1.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂, Sigma化学公司, U.S.A.。

1.1.2 正丁醇: 分析纯。

1.1.3 乙醇: 分析纯。

1.1.4 中性氧化铝: 层析用, 100~200目。

1.1.5 人参皂苷Re: 购自中国食品药品检定研究院。

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

1.1.7 高氯酸: 分析纯。

1.1.8 冰乙酸: 分析纯。

1.1.9 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。

1.2 仪器

1.2.1 比色计。

1.2.2 层析柱。

1.3 试样处理: 吸取1.0mL试样进行柱层析。

1.4 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, 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。

1.5 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。

1.6 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℃), 以下操作从“1.5显色……”起, 与试样相同。测定吸光度值。

1.7 结果计算

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

式中:

X—试样中总皂苷量(以人参皂苷Re计), g/100mL;

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, mg

V—试样稀释体积, mL

M—试样质量, g。

2 10-羟基-2-癸烯酸的测定

2.1 仪器

2.1.1 高效液相色谱仪: BIO—ROD700; UV1706多波长紫外检测器;

2.1.2 超声振荡器;

2.1.3 微孔过滤器(滤膜0.45μm)。

2.2 试剂

2.2.1 甲醇: 色谱纯。

2.2.2 水: 二次蒸馏水, 经Milli-Q超纯处理。

2.2.3 二氯甲烷(分析纯)。

2.2.4 磷酸(优级纯)。

2.2.5 标准品: 10-羟基-2-癸烯酸(10-HAD): 中国药品生物制品检定所。

2.2.6 30%氢氧化钠。

2.2.7 1mol/L盐酸。

2.2.8 标准溶液: 准确称取10-羟基-2-癸烯酸标准品12.5mg于25mL容量瓶中, 用甲醇溶解摇匀并稀释至刻度, 此储备液每1mL含本品为0.5mg。

2.3 样品处理: 含蜂王浆的口服液(液体样品)准确吸取样品溶液10~20mL于分液漏斗中, 加1mol/L盐酸调至pH2~3, 分别用30, 20, 20mL二氯甲烷提取, 合并提取液在45℃水浴上蒸干, 用25mL甲醇分次溶解并定容至25mL, 然后取0.1~0.2mL于10mL容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度。

2.4 色谱条件

2.4.1 色谱柱: Hypersil ODS2, 4.6mm×200mm, 5μm。

2.4.2 流动相: 甲醇-水-磷酸(50:50:0.2)。

2.4.3 检测波长: 210nm。

2.4.4 灵敏度: 0.001。

2.4.5 流速: 1mL/min。

2.4.6 进样量: 10~20μL。

2.5 标准曲线的绘制: 分别准确吸取储备液0.1、0.2、0.3、0.4、0.6mL于10mL容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度使10-HAD浓度为5、10、15、20、30μg/mL, 各取10μL注入HPLC中, 以10-HAD峰面积为纵坐标, 标准浓度为横坐标绘制标准曲线图。

2.6 样品测定: 以上样品提取液经滤膜(0.45μm)精滤后, 取10~20μL于HPLC进样测定, 记录组分峰面积, 在标准曲线上或通过线性回归方程得出相应的10-HAD的质量。

2.7 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times n}{m \times 1000000} \times 100$$

式中:

X—样品中10-羟基-2-癸烯酸含量, %;

m₁—由标准曲线上查得的相应的10-HAD质量, μg;

n—稀释倍数;

m—样品质量, g;

1000000—μg换算成g。

【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. 黄精、枸杞子、人参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 蜂王浆：应符合GB 9697《蜂王浆》的规定。
 3. 白砂糖：应符合GB/T 317《白砂糖》的规定。
 4. 蜂蜜：应符合GH/T 18796《蜂蜜》的规定。
 5. 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。
 6. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-