

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190011

葵花源®刺五加刺玫果饮料

【原料】 刺五加、刺玫果

【辅料】 纯化水、结晶果糖、混合水果香精、柠檬酸、柠檬酸钠、L-苹果酸

【生产工艺】 本品经提取（刺五加、刺玫果合并，加水量分别为12、10、8倍煎煮3次，每次2h）、浓缩、配制、过滤、瞬时灭菌（135~138℃, 4s）、灌装、保温杀菌（80±1℃，15min）、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】 包装材料应符合GB/T 17590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	呈浅棕黄色至棕红色
滋味、气味	甜酸适口，有香气，无异味
性状	透明液体，久置允许有少量沉淀物
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【鉴别】

1 刺玫果定性薄层鉴别（阳性）

1.1 原理：将刺玫果对照药材按照样品刺五加刺玫果饮料的提取工艺同法处理，得到与产品中刺玫果提取物相同的粗组分。采用D101大孔树脂同法纯化样品、对照药材提取溶液，蒸干洗脱液得到相同的刺玫果苷类及黄酮类组分（样品中尚含有刺五加的可洗脱组分），用甲醇溶解作为样品溶液和对照药材溶液。将样品溶液和对照药材溶液共同点于同一硅胶G薄层板上，在极性展开系统中展开，使样品、对照药材所含成分分离，喷以相应的显色剂，所得色谱图对比检识，样品与对照药材应在相同位置显相同颜色的主斑点，阴性应无干扰。

1.2 试剂

1.2.1 D101大孔树脂：分析纯。

1.2.2 乙醇（C₂H₅OH）：分析纯。

1.2.3 甲醇（CH₃OH）：分析纯。

- 1.2.4 水 (H₂O)：纯化水。
- 1.2.5 三氯甲烷 (CHCl₃)：分析纯。
- 1.2.6 三氯化铁 (FeCl₃)：分析纯。
- 1.2.7 刺玫果对照药材：批号121255-200502，购自中国食品药品检定研究院。
- 1.2.8 硅胶G薄层板：购自青岛海洋化工分厂。
- 1.3 仪器
 - 1.3.1 电子天平
 - 1.3.2 干燥箱
 - 1.3.3 干燥器
- 1.4 样品溶液的制备：取经预处理的D101大孔树脂5g，湿法装入直径为10mm的层析柱，先用100mL的乙醇洗柱，弃去洗脱液，再用200mL的水洗柱，弃去洗脱液。取饮料125mL（相当于刺玫果药材2g），以1.0mL/min的流速流经树脂柱，然后用200mL的水洗柱，弃去洗脱液。预先用120mL的15%乙醇洗脱，弃去洗脱液，再用120mL70%的乙醇洗脱（1.0mL/min），收集洗脱液于蒸发皿中，水浴蒸干，残渣加甲醇1mL溶解作为样品溶液。
- 1.5 对照药材溶液的制备：取刺玫果对照药材2g，加水50mL，加热回流2h，放冷，搅拌下缓慢加乙醇使含醇量达到60%，继续搅拌5min，滤过，上清液水浴蒸干，加水30mL使溶解（不过滤），同法上柱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇1mL使溶解，作为对照药材溶液。
- 1.6 薄层色谱
 - 1.6.1 薄层板：硅胶G板。
 - 1.6.2 点样量：样品溶液、对照品溶液各10~20μL。
 - 1.6.3 展开系统：三氯甲烷-甲醇-水=65:13:1。
 - 1.6.4 显色剂：1%三氯化铁乙醇溶液。
- 1.7 色谱分析：照薄层色谱法试验（《中华人民共和国药典》附录VI B），吸取样品、对照药材溶液，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（65:13:1）为展开剂，展开，取出、晾干，喷以1%三氯化铁乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，样品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上显一个相同颜色的主斑点。

【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
总糖（以还原糖计），g/100mL	≥6.0	GB 5009.7
pH值	3.5~5.5	《中华人民共和国药典》
可溶性固形物（20℃折光计法），%	≥6.6	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
铜（以Cu计），mg/L	≤5	GB/T 5009.13
锡（以Sn计），mg/L	≤50	GB 5009.16
六六六，mg/L	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/L	≤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/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	$\leq 0/25g$	GB 4789.10
沙门氏菌	$\leq 0/25g$	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
紫丁香苷, mg/100mL	≥ 0.90	1 紫丁香苷的测定

1 紫丁香苷的测定

1.1 原理：根据主要原料刺五加的标志性成分紫丁香苷在水溶液中易被水饱和正丁醇萃取转溶的物理性质，取一定量的试样，加等量水饱和正丁醇萃取5次，接近转溶完全，弃去水液，正丁醇层水浴蒸干，用适当溶剂溶解、定容，过滤后注入高效液相色谱仪，采用梯度洗脱的方法，经反相C₁₈色谱柱分离后，经由紫外检测器检测，根据对照品与样品的保留时间和峰面积计算进行定性分析和定量检测。

1.2 试剂

1.2.1 甲醇：色谱纯。

1.2.2 水：超纯水。

1.2.3 乙腈：色谱纯。

1.2.4 磷酸：分析纯。

1.2.5 紫丁香苷对照品：购自中国食品药品检定研究院。

1.2.6 紫丁香苷标准使用液：取紫丁香苷对照品适量，减压干燥，精密称定，加甲醇制成1mL含紫丁香苷40μg的溶液，即得。

1.3 仪器

1.3.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器。

1.3.2 超声波清洗仪。

1.3.3 电子天平：万分之一及十万分之一各一台。

1.4 色谱条件

1.4.1 色谱柱：十八烷基硅烷键合硅胶色谱柱，250mm×4.6mm，5μm。

1.4.2 流动相：流动相A为乙腈，流动相B为0.1%的磷酸溶液。

按下表进行梯度洗脱

时间, min	流动相A, %	流动相B, %
0~20	10~20	90~80
20~30	20	80
30~50	10	90

- 1.4.3 柱温：30℃。
- 1.4.4 检测波长：220nm。
- 1.4.5 流速：1mL/min。
- 1.4.6 进样量：对照品溶液10μL，样品溶液20μL。
- 1.4.7 理论板数：按紫丁香苷峰计算应不低于10000。
- 1.5 样品处理：取样品1罐，水浴加温至50℃，超声15min。罐内滴加10%的氢氧化钠调pH值至7.0~8.0，充分振摇，使挂壁及析出的沉淀物完全溶解。精密量取样品30mL，用水饱和的正丁醇萃取5次，每次30mL，合并水饱和正丁醇层，水浴蒸干，用50%甲醇分次溶解，转移至25mL容量瓶中，超声处理（功率250W，频率50kHz），冷却，加50%甲醇定容至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。
- 1.6 色谱分析：取对照品溶液10μL及样品溶液20μL注入色谱仪，以保留时间定性，以样品与对照品浓度和峰面积比较定量。
- 1.7 结果计算

$$C_x = \frac{A_x \times \frac{M_r}{\text{样品稀释倍数}} \times V_r}{A_r \times \frac{\text{样品取样量 (mL)}}{\text{样品稀释倍数}} \times V_x \times 100}$$

式中：

- C_x —样品浓度，mg/100mL；
 A_x —样品峰面积
 M_r —对照品质量，mg；
 V_r —对照品进样体积，μL；
 A_r —对照品峰面积
 V_x —样品进样体积，μL。

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】 净含量为245mL/罐，允许负偏差为9mL/罐。

【原辅料质量要求】

1. 刺五加：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
2. 刺玫果：应符合《广东省中药材标准》的规定。
3. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
4. 结晶果糖：应符合GB/T 26762《结晶果糖、固体果葡糖》的规定。
5. 混合水果味香精：应符合GB 30616《食品安全国家标准 食品用香精》的规定。
6. 柠檬酸：应符合GB 1886.235《食品安全国家标准 食品添加剂 柠檬酸》的规定。
7. 柠檬酸钠：应符合GB 1886.25《食品安全国家标准 食品添加剂 柠檬酸钠》的规定。
8. L-苹果酸：应符合GB 1886.40《食品安全国家标准 食品添加剂 L-苹果酸》的规定。