

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190426

仙客来牌灵芝姬松茸淫羊藿口服液

【原料】 灵芝、姬松茸、淫羊藿

【辅料】 甜菊糖苷、山梨酸钾、纯化水

【生产工艺】 本品经提取（灵芝、姬松茸、淫羊藿合并，加8倍水煎煮提取2次，每次1h）、浓缩、配制、过滤、灌装、湿热灭菌（121℃，20min）、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】
钠钙玻璃管制口服液体瓶应符合YBB00032004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	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	液体，久置允许有少量沉淀
杂质	无正常视力可见外来异物

【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℃），%	≥4	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
总汞(以Hg计), mg/L	≤0.3	GB 5009.17
六六六, mg/L	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/L	≤0.2	GB/T 5009.19
山梨酸钾(以山梨酸计), g/L	≤1.0	GB 5009.28

【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	≤0/25g	GB 4789.10
沙门氏菌	≤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
粗多糖(以葡聚糖计), mg/100 mL	≥200	1 粗多糖的测定
淫羊藿苷, mg/100mL	≥40	2 淫羊藿苷的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理：样品中相对分子质量大于 1×10^4 的高分子物质在80%乙醇溶液中沉淀，与水溶液中单糖和低聚糖分离，用碱性二价铜试剂选择性地从其他高分子物质中沉淀具有葡聚糖结构的多糖，用苯酚-硫酸反应以碳水化合物形式比色测定其含量，其显色强度与粗多糖中葡聚糖的含量成正比，以此计算样品中粗多糖含量。

1.2 试剂

除特殊说明外，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。

1.2.1 乙醇溶液（80%）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

1.2.2 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，备用。

1.2.3 铜试剂储备液：称取3.0g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、30.0g柠檬酸钠，加水溶解并稀释至1L，混匀，备用。

1.2.4 铜试剂溶液：取铜试剂储备液50mL，加水50mL，混匀后加入固体无水硫酸钠12.5g，并使其溶解。临用新配。

1.2.5 洗涤剂：取水50mL，加入10mL铜试剂溶液、10mL氢氧化钠溶液，混匀。

1.2.6 硫酸溶液（10%）：取100mL浓硫酸加入到800mL左右水中，混匀，冷却后稀释至1L。

1.2.7 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一个月。

1.2.8 葡聚糖标准储备溶液：取干燥至恒重的葡聚糖标准品0.5g，精密称定，加水溶解并定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液每1mL含葡聚糖10.0mg。

1.2.9 葡聚糖标准使用液：精密吸取葡聚糖标准储备溶液1.0mL，置于100mL容量瓶中，加水至刻度，混匀，置冰箱中保存。此溶液每1mL含葡聚糖0.10mg。

1.3 仪器

1.3.1 分光光度计。

1.3.2 离心机。

1.3.3 旋转混匀器。

1.4 标准曲线：精密量取葡聚糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL（相当于葡聚糖0、0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、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，在旋转混合器中混匀，小心加入浓硫酸10.0mL，于旋转混合器上小心混匀，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，1cm比色皿测定吸光度值，以葡聚糖浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

1.5 样品处理

1.5.1 样品提取：取本品数支，混匀，准确吸取适量（ V_0 ），置于100mL（ V_1 ）容量瓶中，加水至刻度，摇匀，滤过，取续滤液备用。

1.5.2 沉淀粗多糖：精密取1.5.1项续滤液5.0mL（ V_2 ），置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀5min后，置4℃静置过夜，取出，以3600r/min离心6min（或可适当增加转速及时间），弃去上清液。残渣用80%乙醇（v/v）溶液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复2次操作。残渣用水溶解并定容至5.0mL（ V_3 ，可根据糖浓度调整调整稀释体积），混匀后，供沉淀葡聚糖。

1.5.3 沉淀葡聚糖：精密取1.5.2项溶液2mL（ V_4 ）置于20mL离心管中，加入100g/L氢氧化钠溶液2.0mL、铜试剂溶液2.0mL，沸水浴中煮沸2min，冷水中静置2h后以3600r/min离心6min（或可适当增加转速及时间），弃去上清液。残渣用洗涤液数毫升洗涤，离心后弃去上清液，反复2次操作。残渣用10%（v/v）硫酸溶液2.0mL溶解并转移至50mL（ V_5 ，可根据样品浓度调整定容体积）容量瓶中，加水稀释至刻度。混匀，此溶液为样品测定液。

1.6 测定：精密吸取样品测定液2.0mL（ V_6 ）置于25mL比色管中，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，在旋转混匀器上混匀后，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。从标准曲线上查出样品测定液中葡聚糖含量，计算样品中粗多糖含量。同时做样品空白实验。

1.7 结果计算

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times V_1 \times V_3 \times V_5 \times 100}{V_0 \times V_2 \times V_4 \times V_6}$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡聚糖计），mg/100mL；

m_1 —测定用样品测定溶液中葡聚糖的质量，mg；

m_2 —样品空白液中葡聚糖质量，mg；

V_0 —样品量取的体积，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 —沉淀葡聚糖所用粗多糖溶液体积，mL；

V_5 —样品测定液总体积，mL；

V_6 —测定用样品测定溶液体积，mL。

2 淫羊藿苷的测定

2.1 原理：淫羊藿苷可溶于稀乙醇，稀乙醇稀释本品，经滤膜过滤，经C₁₈反相柱分离，在紫外检测器270nm波长处检测，根据色谱峰的保留时间定性，外标法定量。

2.2 试剂

2.2.1 乙腈：色谱纯。

2.2.2 水：为实验室一级用水，电导率（25℃）为0.01mS/m。

2.2.3 对照品：来源于中国食品药品检定研究院。

2.3 仪器

2.3.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器。

2.3.2 分析天平：感量0.01mg。

2.4 色谱条件

2.4.1 色谱柱：用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂

2.4.2 流动相：乙腈-水=30:70

2.4.3 检测波长：270nm

2.4.4 柱温：30℃

2.4.5 理论板数：按淫羊藿苷峰计算应不低于1500。

2.5 淫羊藿苷对照品溶液的制备：取淫羊藿苷对照品适量，精密称定，加甲醇溶解并稀释制成每1mL含淫羊藿苷40μg的溶液（C_R），即得。

2.6 样品溶液的制备：精密量取本品1mL（V₁），置25mL容量瓶中，加稀乙醇稀释至刻度（V₂），摇匀，滤过，即得。

2.7 测定：分别精密吸取淫羊藿苷对照品溶液及样品溶液各10μL，注入液相色谱仪，测定，即得。

2.8 结果计算：

$$X = \frac{A_S \times C_R \times V_2 \times 100}{A_R \times V_1}$$

式中：

X—样品中淫羊藿苷的含量，mg/100mL；

A_S—样品溶液的峰面积；

A_R—淫羊藿苷对照品溶液的峰面积；

C_R—淫羊藿苷对照品溶液浓度，mg/mL；

V₁—供试品的取样体积，mL；

V₂—供试品溶液总体积，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“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. 灵芝：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 姬松茸：应符合LY/T 1696《姬松茸》和GB 7096《食品安全国家标准 食用菌及其制品》的规定。

3. 淫羊藿：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

4. 甜菊糖苷：应符合GB 8270《食品安全国家标准 食品添加剂 甜菊糖苷》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。

