

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20110632

多微生牌酸枣仁水苏糖口服液

- 【原料】 酸枣仁、大枣、百合、水苏糖、五味子
- 【辅料】 蜂蜜、木糖醇、柠檬酸、三氯蔗糖、纯化水
- 【生产工艺】 本品经提取（10倍量纯化水100℃提取2次，每次2h）、浓缩、配制、过滤、灌装、湿热灭菌（115℃，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】 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	味甜，微苦，无异味
性状	口服液，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	3.0~6.0	《中华人民共和国药典》
总固形物，%	≥10.0	GB/T 10786
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5	GB 5009.12
总砷(以As计)，mg/kg	≤0.3	GB 5009.11

六六六, mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.2	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	≤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
总皂苷（以人参皂苷Re计），mg/100mL	≥20	1 总皂苷的测定
水苏糖, g/100mL	≥5.0	2 水苏糖的测定

1 总皂苷的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

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 实验步骤

1.3.1 试样处理: 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。

1.3.2 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（见

1.3.1), 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。

1.3.3 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。

1.3.4 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“1.3.2柱层析…”起, 与试样相同。测定吸光度值。

1.4 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。

2 水苏糖的测定(来源于《保健食品检验与评价技术规范》(2003年版)中“异麦芽低聚糖、低聚果糖、大豆低聚糖的测定”)

2.1 范围

本方法规定了保健食品中异麦芽低聚糖、低聚果糖、大豆低聚糖的测定方法。

本方法适用于保健食品(糖浆、糖粉、饮料、奶粉)中异麦芽低聚糖、低聚果糖、大豆低聚糖的含量测定。

本方法最低检出量: 异麦芽糖2μg; 潘糖5μg; 异麦芽三糖10μg; 蔗果三糖(GF₂)5μg; 蔗果四糖(GF₃)5μg; 蔗果五糖(GF₄)10μg; 棉籽糖20μg; 水苏糖30μg。

2.2 原理: 试样除去蛋白后, 离心、脱色, 用液相色谱分析, 用NH₂柱分离, 示差检测器测定, 外标法定量。

2.3 试剂

除特殊说明, 所用试剂均为分析纯。实验用水为去离子水或同等纯度的蒸馏水。

2.3.1 乙腈: 色谱纯。

2.3.2 无水乙醇。

2.3.3 麦芽糖、异麦芽糖、潘糖、麦芽三糖、异麦芽三糖、棉籽糖、水苏糖(含量≥98%)。

2.3.4 低聚果糖(总含量≥96%, 其中GF₂38%, GF₃51%, GF₄7%)。

2.3.5 麦芽糖、异麦芽糖混合标准溶液: 分别称取麦芽糖10.0mg、异麦芽糖15.0mg、潘糖9.0mg、麦芽三糖15.0mg、异麦芽三糖12.0mg、用水溶解并定容至1.0mL。将此溶液逐级稀释成下列浓度:

标准溶液名称: 麦芽糖、异麦芽糖、潘糖、麦芽三糖、异麦芽三糖 (mg/mL)

1	0.50	0.75	0.45	0.75	0.60
2	1.00	1.50	0.90	1.50	1.20
3	2.00	3.00	1.80	3.00	2.40
4	10.00	15.00	9.00	15.00	12.00

2.3.6 低聚果糖标准溶液: 精密称取含GF₂38%、GF₃51%、GF₄7%的低聚果糖标准品0.0500g, 用水溶解并定容至2.50mL。将此液逐级稀释成下列浓度:

标准溶液名称:	GF ₂ 、	GF ₃ 、	GF ₄	(mg/mL)
1	1.50	2.00	0.30	

2	3.00	4.00	0.60
3	4.50	6.00	0.90
4	6.00	8.00	1.20
5	7.50	10.00	1.40

2.3.7 棉籽糖、水苏糖标准溶液：精密称取棉籽糖0.0400g、水苏糖0.0600g，用水溶解并定容至4.0mL。将此液逐级稀释成下列浓度：

标准溶液名称：	棉籽糖	水苏糖	(mg/mL)
1	2.0	3.0	
2	4.0	6.0	
3	6.0	9.0	
4	8.0	12.0	
5	10.0	15.0	

由于试样中程度不同的含有葡萄糖、果糖、蔗糖、乳糖，所以在配制标准应用液时可加入适量的葡萄糖、果糖、蔗糖、乳糖，主要是用于定性。

将各标准系列注入高效液相色谱仪进行测定，绘制标准工作曲线。

2.4 仪器

2.4.1 高效液相色谱仪（附带示差检测器）。

2.4.2 离心机：10000r/min。

2.4.3 分析天平：1/10000。

2.4.4 分析天平：1/1000。

2.5 分析步骤

2.5.1 试样制备

2.5.1.1 糖浆和糖粉：称取1.0000g糖浆或0.2000g糖粉，用水稀释或溶解，并定容置10.0mL，摇匀，溶液过0.45μm滤膜，滤液用于HPLC测定。

2.5.1.2 不含乳液体饮料：饮料直接离心，上清液过0.45μm滤膜，滤液用于HPLC测定。

2.5.1.3 含乳液体饮料：取10.0mL试样放入烧杯中，加无水乙醇30mL，搅拌混匀，放置5min，离心，取上清液20 mL在沸水浴上挥发近干。残液用水溶解并定容至5-10 mL，溶液过0.45μm滤膜，滤液用于HPLC测定。

2.5.1.4 奶粉：称取2.000g试样，放入200mL烧杯中，加水15.0mL溶解，再加45.0mL无水乙醇，搅匀，放置5min，离心，取上清液30.0mL在沸水浴上挥发近干，残液用水溶解并定容至一定体积，溶液过0.45μm滤膜，滤液用于HPLC测定。

2.5.2 高效液相色谱参考条件

2.5.2.1 色谱柱：不锈钢柱，内径4.6mm×300mm反相氨基柱，粒径5μm。

2.5.2.2 柱温：45℃，检测室40℃。

2.5.2.3 流动相：乙腈+水=76+24。

2.5.2.4 流量：1.5mL/min。

2.5.2.5 灵敏度：64。

2.5.2.6 进样量：20μL。

2.5.2.7 在上述色谱条件下注入标准溶液和试样溶液，以保留时间定性，外标法定量。

2.6 分析结果的表述

2.6.1 计算

$$X = \frac{A \times C_i \times V}{A_i \times m \times 1/2}$$

式中：

X—试样中某低聚糖的含量，g/kg（g/L）；

A—试样的峰面积或峰高；

C_i —单一低聚糖标准溶液的浓度, mg/mL;

A_i —标准溶液的峰面积或峰高;

m —试样质量, g (mL) ;

V —试样定容体积, mL。

2.6.2 结果表示: 结果保留两位有效数字。

注: 功能性异麦芽低聚糖的含量以异麦芽糖、潘糖、异麦芽三糖计。

2.7 允许差: 同一实验室, 平行测定两次结果的相对偏差不得超过10%。

2.8 准确度

2.8.1 准确度以回收率表示。

2.8.2 将某种低聚糖加入糖浆、饮料或奶粉中, 做回收率实验, 回收率应在90~104%范围内。

2.9 正相氨基色谱柱转换为反相氨基色谱柱的步骤以产品说明书为准。

【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、大枣、百合、五味子: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 水苏糖: 应符合QB/T 4260《水苏糖》的规定。

3. 蜂蜜: 应符合GB 14963《食品安全国家标准 蜂蜜》的规定。

4. 木糖醇: 应符合GB 1886.234《食品安全国家标准 食品添加剂 木糖醇》的规定。

5. 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。

6. 三氯蔗糖, 应符合GB 25531《食品安全国家标准 食品添加剂 三氯蔗糖》的规定。

7. 纯化水: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
