

附2

国家市场监督管理总局 保健食品产品技术要求

国食健注G20100380

修正牌低聚果糖火麻仁郁李仁口服液

【原料】 低聚果糖、火麻仁、郁李仁、决明子、莱菔子、山楂

【辅料】 山梨酸钾、纯化水

【生产工艺】 本品经提取(水100℃提取2次, 分别2h、1h)、浓缩、混合、配制、过滤、灌装、湿热灭菌(100℃, 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】 钠钙玻璃药瓶应符合YBB00272002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	内容物呈棕色
滋味、气味	具本品特有滋味、气味, 味甜略苦
性状	均匀液体, 允许有少量可摇匀沉淀
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	3.5~5.5	《中华人民共和国药典》
可溶性固形物(20℃折光计法), %	≥30	GB/T 12143
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	≤0.05	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.05	GB/T 5009.19
山梨酸钾, g/kg	≤0.5	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
低聚果糖（以蔗果三糖计）， g/100mL	≥10	1 低聚果糖的测定
总蒽醌（以1,8-二羟基蒽醌 计），mg/100mL	12~35	2 总蒽醌的测定

1 低聚果糖的测定

1.1 试剂

除特殊说明外，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。

1.1.1 乙腈：色谱纯。

1.1.2 无水乙醇。

1.1.3 蔗果三糖。

1.1.4 蔗果三糖标准溶液：精密称取蔗果三糖标准品0.0500g，用水溶解并定容至2.50mL。将此溶液逐级稀释至蔗果三糖含量为1.50、3.00、4.50、6.00、7.50mg/mL的标准系列溶液。

1.2 仪器

1.2.1 高效液相色谱仪：附示差检测器。

1.2.2 超声波清洗器。

1.2.3 离心机：10000r/min。

1.2.4 分析天平：1/10000、1/1000。

1.3 样品溶液的制备：精密量取样品溶液5mL，置50mL容量瓶中，加水至刻度，摇匀，经0.45μm滤膜滤过，即得。

1.4 色谱条件

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

1.4.2 柱温：45℃。

1.4.3 检测室温度：40℃。

1.4.4 流动相：乙腈：水=76：24。

1.4.5 流量：1.5mL/min。

1.4.6 灵敏度：64。

1.4.7 进样量：20μL。

1.5 测定：在上述色谱条件下，注入标准溶液和样品溶液，以保留时间定性，以外标法定量。

1.6 结果计算

$$X = \frac{A \times C_i \times V}{\text{————}}$$

$$A_1 \times V_0$$

式中:

- X—样品中低聚果糖（以蔗糖三糖计）的含量，mg/mL；
- A—样品的峰面积或峰高；
- C_1 —蔗糖三糖标准溶液的浓度，mg/mL；
- A_1 —标准溶液的峰面积或峰高；
- V_0 —样品体积，mL；
- V—样品定容体积，mL。

2 总蒽醌的测定

2.1 原理：蒽醌类成分在碱性溶液中能显红色反应，在500~510nm波长处有吸收峰，在一定浓度范围内符合朗伯-比尔定律，总蒽醌含量在一定范围内与吸光度值成正比。

2.2 试剂：1,8-二羟基蒽醌对照品（分析纯）。

2.3 仪器

2.3.1 751型光电比色计。

2.3.2 电光分析天平。

2.4 供试液的制备：精密吸取样品10mL，置于锥形瓶中，加2.5mol/L硫酸5mL，加热回流水解2h，放冷，移至分液漏斗中，加氯仿提取4次，每次15mL，合并氯仿液，加5%氢氧化钠-2%氢氧化铵等量混合碱液提取4次，每次10mL，碱液用湿润滤纸滤入50mL容量瓶中，用混合碱液洗涤滤器，洗液合并入滤液中，加混合碱液至刻度，摇匀，精密量取5mL，置50mL容量瓶中，加混合碱液至刻度，摇匀，即得。

2.5 对照品溶液的制备：精密称取105℃干燥至恒重的1,8-二羟基蒽醌对照品90.0mg，置250mL容量瓶中，加甲醇至刻度，振摇溶解使成360μg/mL的溶液，精密吸取标准液1.0mL于50mL量瓶中，加混合碱溶液并稀释至刻度，放置1h，为对照品溶液。分别取供试液和对照品溶液，用混合碱液作空白，在500~510nm波长处扫描，二液在510nm处均有吸收峰。

2.6 标准曲线的制备：精密吸取上述标准溶液0.5、1.0、1.5、2.0、2.5mL，分别置50mL容量瓶中，在水浴上蒸干，加5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱液溶解并稀释至刻度，放置1h，以混合碱液为空白，在510nm波长处测定吸光度值，以浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线，按回归方程($A=a+bC_x$, C_x 为溶液浓度，μg/mL)计算样品中总蒽醌的含量。

2.7 结果计算

$$X = \frac{n \times 100}{V \times 1000} \times C$$

式中:

- X—样品中总蒽醌的含量，mg/100mL；
- C—样品在标准曲线的浓度值；
- n—稀释倍数；
- V—取样体积，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. 低聚果糖：应符合GB/T 23528《低聚果糖》的规定。
 2. 火麻仁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 3. 郁李仁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 4. 决明子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 5. 莱菔子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 6. 山楂：应符合《中华人民共和国药典》，且展青霉素≤50μg/kg的规定。
 7. 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。
 8. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-