

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G20080588

致明德牌吾清口服液

【原料】 西洋参、制何首乌、菊花、葛根、决明子、荷叶、银杏叶、黑芝麻

【辅料】 纯化水、果糖、山梨酸钾

【生产工艺】 本品经提取（10倍量水常压、80℃提取2h，取滤液；6倍量水常压、80℃提取2h，取滤液，合并两次滤液）、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	棕褐色
滋味、气味	滋味甜中微苦，无异味
性状	液体，允许有少量沉淀
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
固形物，%	≥ 1.2	1 固形物的测定
总蒽醌（以1,8-二羟基蒽醌计），mg/100mL	0.2~5.0	2 总蒽醌的测定
pH值	5.0~6.0	GB/T 8538
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	≤ 0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤ 0.1	GB/T 5009.19

山梨酸钾, g/L	≤0.4	GB/T 5009.29
-----------	------	--------------

1 固形物的测定

1.1 仪器

1.1.1 40mm×25mm称量瓶。

1.1.2 电热恒温干燥箱。

1.1.3 干燥器：内附有效干燥剂。

1.1.4 天平：感量为0.1mg。

1.2 测定：将40mm×25mm的称量瓶洗净后，放入105℃的干燥箱内2h后取出，放入干燥器中冷却，称重，在烘0.5h，冷却称重，直至恒重（二次称量相差不超过0.002g，即为恒重），记下称量瓶的号码和重量（ W_1 ），放入干燥器中备用。吸取被测样品25mL，放入250mL容量瓶中，加蒸馏水至刻度，摇匀后备用。吸取上述稀释液10mL，放入已恒重的空称量瓶内，再把称量瓶放入105℃干燥箱内，4h取出放入干燥器内，冷却，称重；再烘0.5h，冷却，称量至恒重，按号码记下样品和称量瓶的总重量（ W_2 ）。也可以直接吸取液体样品1或2mL测定。由于样品量（2mL）较多，一个班次内达不到恒重时，也可以采取超时间干燥，即烘干24h以保证恒重。

1.3 结果计算

$$X = \frac{(W_2 - W_1)}{I} \times 100$$

式中：

X—样品中固形物含量，g/100mL；

W_2 —恒重后的样品和称量瓶的总重量，g；

W_1 —恒重后的空称量瓶的重量，g；

I—样品量（10mL10%稀释液），mL或g。

2 总蒽醌的测定

2.1 试剂

2.1.1 对照品溶液的制备：精密称取1,8-二羟基蒽醌25.0mg，加冰乙酸溶解并稀释至500mL。

2.1.2 混合酸溶液：25%盐酸溶液2mL加冰乙醇18mL。

2.1.3 混合碱溶液：取等量的10%氢氧化钠溶液和4%的氨溶液混合。

2.2 仪器：分光光度计

2.3 测定：精密称取25mL样品，置于100mL圆底烧瓶中，加混合酸溶液6mL，混匀，在沸水浴中回流15min，放冷，加乙醚30mL提取，提取液通过脱脂棉滤入分液漏斗中，继续用乙醚洗涤残渣二次，每次5mL，合并乙醚液，用水30、20mL振荡洗涤二次，弃去水洗液，乙醚液用混合碱溶液50、20、20mL提取三次，合并碱提取液，置100mL容量瓶中，加混合碱溶液至刻度，混匀，取约50mL，置100mL锥形瓶中，称重（准确至0.01g），置沸水浴中回流30min，取出，迅速冷却至室温，称重，补加10%氨溶液到原来的重量，混匀。同时精密量取对照品溶液2.0mL，置100mL容量瓶中，加混合碱溶液稀释至刻度，混匀，于暗处放置30min。以混合碱溶液为空白，在525nm波长处，分别测定吸光度值。

2.4 结果计算

$$X = \frac{E_1}{W \times 10 \times E}$$

式中：

X—样品中总蒽醌含量（以1,8-二羟基蒽醌计），mg/g；

E_1 —样品的吸光度值；

E—对照品的吸光度值；

W—样品重量，g。

【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
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10

【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
总黄酮（以芦丁计），mg/100mL	≥120	1 总黄酮的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），mg/100mL	≥40	2 总皂苷的测定

1 总黄酮的测定（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 聚酰胺粉

1.1.2 芦丁标准溶液：称取5.0mg芦丁，加甲醇溶解并定容至100mL，即得50μg/mL。

1.1.3 乙醇：分析纯。

1.1.4 甲醇：分析纯。

1.2 分析步骤

1.2.1 试样处理：称取一定量的试样，加乙醇定容至25mL，摇匀后，超声提取20min，放置，吸取上清液1.0mL，于蒸发皿中，加1g聚酰胺粉吸附，于水浴上挥去乙醇，然后转入层析柱。先用20mL苯洗，苯液弃去，然后用甲醇洗脱黄酮，定容至25mL。此液于波长360nm测定吸收值。同时以芦丁为标准品，测定标准曲线，求回归方程，计算试样中总黄酮含量。

1.2.2 芦丁标准曲线：吸取芦丁标准溶液：0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL于10mL比色管中，加甲醇至刻度，摇匀，于波长360nm比色。求回归方程，计算试样中总黄酮含量。

1.3 计算和结果表示：

$$X = \frac{A \times V_2 \times 100}{V_1 \times M \times 1000}$$

式中：

X—试样中总黄酮的含量，mg/100g；

A—由标准曲线算得被测液中黄酮量，μg；

M—试样质量，g；

V₁—测定用试样体积，mL；

V₂—试样定容总体积，mL。

计算结果保留二位有效数字。

2 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））

2.1 试剂

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

2.1.2 正丁醇：分析纯。

2.1.3 乙醇：分析纯。

2.1.4 中性氧化铝：层析用，100~200目。

2.1.5 人参皂苷Re：购自中国食品药品检定研究院。

- 2.1.6 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。
- 2.1.7 高氯酸：分析纯
- 2.1.8 冰乙酸：分析纯
- 2.1.9 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。

2.2 仪器

2.2.1 比色计

2.2.2 层析柱

2.3 实验步骤

2.3.1 试样处理

2.3.1.1 固体试样：称取1.000g左右的试样（根据试样含人参量定），置于100mL容量瓶中，加少量水，超声30min，再用水定容至100mL，摇匀，放置，吸取上清液1.0mL进行柱层析。

2.3.1.2 液体试样：含乙醇的补酒类保健食品，吸取1.0mL试样放水浴挥干，用水浴溶解残渣，用此液进行柱层析。

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。

2.3.2 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。

2.3.3 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。

2.3.4 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。

2.4 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。

【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. 西洋参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
2. 制何首乌：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
3. 菊花：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
4. 葛根：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
5. 决明子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 荷叶：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 7. 银杏叶：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 8. 黑芝麻：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 9. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 10. 果糖：应符合GB/T 26762《结晶果糖、固体果葡糖》的规定。
 11. 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。
-