

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20090462

千叶牌西洋参枸杞口服液

【原料】 枸杞子、西洋参

【辅料】 纯化水、蔗糖、山梨酸钾

【生产工艺】 本品经提取（西洋参加8倍量70%乙醇回流提取2次，每次2h；枸杞子提取2次，第一次加10倍量水煎煮2h、第二次加8倍量水煎煮1.5h）、过滤、浓缩、配制、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；口服液瓶用撕拉铝盖应符合YBB00382003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	味甜，微苦
性状	液体，允许有少量轻摇易散的沉淀
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
pH值	5.0~7.0	GB/T 10786
可溶性固形物（20℃折光法），%	≥15	GB/T 12143.1
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5	GB 5009.12
总砷（以As计），mg/kg	≤0.3	GB 5009.11
山梨酸钾，g/kg	≤0.1	GB/T 5009.29
六六六，mg/L	≤0.2	GB/T 5009.19

滴滴涕, mg/L	≤0.2	GB/T 5009.19
粗多糖 (以葡萄糖计), mg/100mL	≥200	1 粗多糖的测定

1 粗多糖的测定

1.1 仪器

- 1.1.1 离心机。
- 1.1.2 离心管。
- 1.1.3 分光光度计。
- 1.1.4 水浴锅。
- 1.1.5 旋涡混合器。

1.2 试剂

- 1.2.1 无水乙醇。
- 1.2.2 95%乙醇。
- 1.2.3 硫酸。
- 1.2.4 5%苯酚溶液 (W/V): 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1个月。

1.2.5 葡萄糖标准液: 准确称取干燥至恒重的葡萄糖对照品0.5000g,加水溶解,并定容至50mL,此溶液1 mL含10 mg葡萄糖,用前稀释100倍为使用液。

1.3 沉淀粗多糖: 取本品,摇匀,精密量取1mL (V_1),置于50mL离心管中,精密加入无水乙醇19mL,混匀,于4℃冰箱中静置过夜,以4000r/min离心5min,弃去上清液。残渣用95%乙醇溶液数毫升洗涤,离心后弃去上清液,反复3~4次操作。残渣用水溶解并定容至10~50mL (V_2) (根据糖浓度而定)。

1.4 标准曲线的绘制: 精密吸取葡萄糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL (相当于葡萄糖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5%苯酚溶液1.0mL,在旋涡混匀器上混匀,小心加入浓硫酸10.0mL,于旋涡混匀器上小心混匀,置沸水浴中2min,冷却至室温,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。以葡萄糖质量为横坐标,吸光度值为纵坐标,绘制标准曲线。

1.5 样品测定: 精密吸取样品测定液适量 (V_3) (含糖0.02~0.08mg),置于25mL比色管中,补加水至2.0mL,加入50g/L苯酚溶液1.0mL,在旋涡混匀器上混匀后,小心加入浓硫酸10.0mL,于旋涡混匀器上小心混匀,置沸水浴中2min,冷却至室温,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。从标准曲线上查出葡萄糖质量,计算样品中粗多糖含量。

1.6 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times V_2}{V_1 \times V_3} \times 0.9 \times 100$$

式中:

- X—样品中粗多糖含量 (以葡聚糖计), mg/100mL;
- m_1 —样品测定液中葡萄糖的质量, mg;
- V_1 —样品质量, mL;
- V_2 —粗多糖溶液体积, mL;
- V_3 —测定用样品体积, mL;
- 0.9—葡萄糖换算成粗多糖的系数。

【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）， g/100mL	≥0.6	1 总皂苷的测定

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

1.3.1.1 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。

1.3.1.2 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。

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:

$$X = \frac{A_1}{A_2} \times C \times \frac{V}{100} \times \frac{1}{V_1} \times \frac{V_2}{V_3}$$

$$A_2 \quad m \quad 1000 \quad 1000$$

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. 枸杞子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 西洋参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 3. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 4. 蔗糖：应符合《中华人民共和国药典》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。
-