

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20090562

禾鹤牌拟黑多刺蚁黄芪口服液

【原料】

黄芪、黄精、枸杞子、山药、大枣、西洋参、拟黑多刺蚁、丹参

【辅料】 纯化水、山梨酸钾、阿司帕坦（含苯丙氨酸）

【生产工艺】 本品经粉碎、提取（拟黑多刺蚁加8倍量70%乙醇浸泡120h，滤过，蚂蚁滤渣用8倍量70%乙醇回流提取2h；西洋参、黄芪、丹参、黄精、枸杞子、山药、大枣加水煎煮2次，第一次加8倍量水，第二次加6倍量水，每次2h）、过滤、浓缩、混合、配制、灌装、微波灭菌（50Hz，70、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】

管制口服液瓶应符合YY 0056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	棕红色至棕色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，味甜、微苦
状态	液体，少量沉淀，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
蚁酸，mg/100mL	50～350	1 蚁酸的测定
蛋白质，%	≥1.5	GB 5009.5
pH值	3.0～5.5	《中华人民共和国药典》
可溶性固形物，%	10～20	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
锰(以Mn计), mg/100mL	0.2~1.5	GB 5009.242
山梨酸, g/kg	≤0.5	GB 5009.28
六六六, mg/kg	≤0.10	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.10	GB/T 5009.19

1 蚁酸的测定

1.1 原理：蚁酸的分析，国内采用在一定的酸度和温度条件下，与乙醇生成甲酸乙酯，用内装涂有PEG-20M（15%*m/m*）固定液的GDX-102的玻璃柱分离，其峰面积或峰高与标准峰面积或峰高比较定量。

1.2 试剂：

1.2.1 硫酸乙醇液（15：85）

1.2.2 标准溶液：称取甲酸钠0.1839g于100mL容量瓶中，用纯水定容至刻度，此溶液相当甲酸的浓度为1.228mg/mL（带两个结晶水的甲酸钠分子量是104.04，甲酸的分子量是46.03）。

1.2.3 标准测定液：取1.2.2项下标准溶液5mL于顶空瓶中，再加硫酸乙醇液（15：85）5mL，加塞于60℃水浴中恒温2h。相当甲酸 $c(6.14\text{mg})$ 。

1.3 仪器

1.3.1 GC-14B气相色谱仪：附FID检测器。

1.3.2 顶空瓶。

1.4 气相条件。

1.4.1 色谱柱：长2m填充柱。

1.4.2 固定相：GDX-102。

1.4.3 载气： N_2 70mL/min, H_2 0.5kg/cm², Air 0.3kg/cm²。

1.4.4 检测温度：160℃。

1.4.5 柱温：100℃。

1.5 空白测定：取纯水5.0mL于顶空瓶中，再加硫酸乙醇液（15：85）5mL，加塞于60℃水浴中恒温2h。

1.6 样品前处理：取5mL样品于顶空瓶中，再加硫酸乙醇液（15：85）5mL，加塞于60℃水浴中恒温2h。

1.7 测定：于恒温后的顶空瓶中取液上气1mL进样，测定保留时间定性，峰面积定量。按外标法计算结果

1.8 结果计算。

$$X = \frac{\text{样品峰值} \times C \times 100}{\text{标准峰值}}$$

式中：

X—样品中蚁酸含量，mg/100mL；

C—甲酸标准溶液的浓度，mg/mL。

【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	≤10	GB 4789.15
致病菌（指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌、β型溶血性链球菌）	不得检出	GB 4789.4、GB 4789.5、GB 4789.10、GB 4789.11

【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	≥60	1 总黄酮的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），mg/100mL	≥65	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2.3.1），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“2.3.2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. 黄芪、黄精、枸杞子、山药、大枣、西洋参、丹参、纯化水、阿司帕坦（含苯丙氨酸）：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 拟黑多刺蚁：应符合《云南省药品标准》（1996年版）中“拟黑多刺蚁”的规定。

3. 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
