

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G20200654

两圈半[®]山药人参黄芪口服液

- 【原料】 山药、黄芪、人参、枸杞子、大枣
- 【辅料】 白砂糖、山梨酸钾、纯化水
- 【生产工艺】 本品经提取(温浸1h，第一次加10倍量水煎煮2h，第二次加8倍水煎煮1.5h)、过滤、浓缩、醇沉（醇浓度达60-65%）、配制、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	浅棕色
滋味、气味	具原料物质芳香气味，味微苦，无异味
性状	液体，久置允许有少量沉淀
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	4.0~6.0	GB 5009.237
可溶性固形物，%	≥20	GB/T 12143
铅（以Pb计），mg/L	≤0.5	GB 5009.12
总砷(以As计)，mg/L	≤0.3	GB 5009.11
山梨酸钾，g/L	≤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
沙门氏菌	$\leq 0/25\text{mL}$	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25\text{mL}$	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
粗多糖（以葡聚糖计），mg/100 mL	≥ 60	1 粗多糖的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），mg/100mL	≥ 95	2 总皂苷的测定

1 粗多糖的测定

1.1 仪器

- 1.1.1 分光光度计。
- 1.1.2 离心机。
- 1.1.3 旋转混合器。

1.2 试剂

- 1.2.1 80%乙醇。
- 1.2.2 2.5mol/L NaOH溶液：100gNaOH加蒸馏水稀释定容至1L，加入固体无水硫酸钠至饱和。
- 1.2.3 铜储存液：称取3.0gCuSO₄·30.0g柠檬酸钠加水溶解定容至1L。
- 1.2.4 铜应用溶液：取铜储存液50mL，加水50mL混匀后加入无水硫酸钠12.5g，临用新配。
- 1.2.5 洗涤液：取水50mL，加入10mL铜应用液、10mL2.5mol/LNaOH溶液，混匀。
- 1.2.6 3.6mol/L H₂SO₄：取100mL浓硫酸用水稀释至1L。
- 1.2.7 50g/L苯酚溶液：称取5.0g苯酚，加水溶解并稀释至100mL，混匀备用。
- 1.2.8 葡聚糖标准应用液：0.1mg/mL。葡聚糖分子量为500000D。
- 1.3 标准曲线制备：精密吸取葡聚糖标准应用液0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00、1.50、2.00mL（分别相当于葡聚糖0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10、0.15、0.20mg），补充水至2.0mL，加入苯酚溶液1.0mL、浓硫酸10mL，混匀，沸水浴2min，冷却后用分光光度计在485nm波长处，以试剂空白溶液为参比，测定吸光度值，以葡聚糖浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标绘制标准曲线。

1.4 样品处理

- 1.4.1 沉淀粗多糖：精密吸取样品液100mL，置于烧杯中，加热浓缩至10mL，冷却后，加入无水乙醇40mL，将溶液转至离心管中，以3000r/m离心5min，弃上清液，残渣用80%乙醇洗涤3次，残渣供沉淀葡聚糖之用。
- 1.4.2 沉淀葡聚糖：将1.4.1项残渣用水溶解，并定容至50mL，混匀后过滤，弃初滤液后，取滤液2.0mL，加入2.5mol/LNaOH2.0mL、铜应用溶液2.0mL，沸水浴中煮沸2min，冷却后以3000r/m离心5min，弃上清液，残渣用洗涤液洗涤3次，残渣供测定葡聚糖之用。
- 1.4.3 测定葡聚糖：将1.4.2项残渣用2.0mL3.6mol/L H₂SO₄溶解，用水定容至100mL。精密吸取2.0mL，置于25mL比色管中，加入1.0mL苯酚溶液，10mL浓硫酸，沸水浴煮沸2min，冷却比色。从标准曲线上查得响应含量，计算粗多糖含量。

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: 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:

$$X = \frac{A_1 \times C \times V \times 100}{A_2 \times m \times 1000}$$

式中:

X—试样中总皂苷含量（以人参皂苷Re计）, mg/100mL;

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, 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. 山药: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 黄芪: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

3. 人参: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

4. 枸杞子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 5. 大枣：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 6. 白砂糖：应符合GB/T 317《白砂糖》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。
-