

国家食品药品监督管理总局

保健食品产品技术要求

BJG20150380

威士雅®阿胶枸杞大枣口服液

weishiya®ejiaogouqidazaakoufuye

- 【配方】 阿胶、枸杞子、大枣、纯化水、甜菊糖苷
- 【生产工艺】 本品经提取、浓缩、配制、过滤、灌装、灭菌、包装等主要工艺加工制成。
- 【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	黄色至棕黄色
滋味、气味	具本品特有的滋味和气味，无不良滋味和气味
性状	澄清液体，允许有少量轻摇易散沉淀
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	4.0~7.0	GB/T 8538
可溶性固形物，%	≥5.0	GB/T 12143
铅（以Pb计），mg/L	≤0.5	GB 5009.12
砷（以As计），mg/L	≤0.3	GB/T 5009.11
六六六，mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19

【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/100mL	≤40	GB/T 4789. 3-2003
霉菌, cfu/mL	≤10	GB 4789. 15
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、溶血性链球菌）	不得检出	GB 4789. 4、GB 4789. 5、GB 4789. 10、GB/T 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
蛋白质, g/100g	≥2. 1	GB 5009. 5
羟脯氨酸, g/L	≥2. 0	1 羟脯氨酸的测定
粗多糖（以葡萄糖计）， m g/100mL	≥245	2 粗多糖的测定

1 羟脯氨酸的测定

1.1 试剂

1.1.1 羟脯氨酸：对照品

1.1.2 苯酚：分析纯

1.1.3 甲酸：分析纯

1.1.4 五氧化二磷：分析纯

1.1.5 冰醋酸：色谱纯

1.1.6 蒸馏水

1.2 仪器

1.2.1 器皿

1.2.2 电子天平：XP-205 TD-215D

1.2.3 超声波清洗器：KQ-500E

1.2.4 高效液相色谱仪：1260

1.2.5 质谱仪：API3200

1.2.6 旋涡混匀器

1.2.7 离心机：TGL-10C

1.2.8 容量瓶：50mL，10mL

1.2.9 滤膜：0.45μm

1.3 色谱条件

1.3.1 色谱柱：Agilent Poroshell EC-C18, 4.6mm×50mm，2.7μm。

1.3.2 流动相：0.1%甲酸

1.3.3 柱温：40℃

1.3.4 流速：0.50mL/min

1.3.5 时间：3.0min

1.3.6 进样量：5μL

1.4 质谱条件

ESI+模式

Q1	Q3	Time (msec)	DP	EP	CE	CXP
----	----	-------------	----	----	----	-----

132.071	86.1	150	36	6	23	4
132.071	68.0	150	36	6	29	14

132.071为母离子碎片, 86.1为定量离子碎片, 68.0为定性离子碎片

CUR	CAD	IS	TEM	GS1	GS2
20	6	5500	600	50	50

时间: 3.0min

1.5 对照品溶液的制备: 精确称取羟脯氨酸对照品适量于容量瓶中, 加纯化水制成每1mL中含羟脯氨酸1.0μg/mL的溶液, 即得。

1.6 供试品溶液的制备: 精密称取约0.12g样品, 置于25mL磨口的具塞比色管内, 加6mol/L盐酸15mL, 加入0.2g苯酚, 用旋转混合仪和超声仪使样品充分分散并溶解, 充氮气, 盖紧塞子, 置于110℃±1℃的恒温干燥箱内, 水解22h, 取出冷却, 过滤, 用纯化水冲洗比色管, 将水解液全部转移至50mL容量瓶, 用纯化水定容至刻度, 摇匀, 精密吸取1mL于10mL容量瓶中, 置于真空干燥箱内, 于40℃~50℃减压干燥(真空干燥箱内放入五氧化二磷作为干燥剂), 干燥后残留物用0.1%的甲酸溶液定容至刻度, 摇匀, 取1mL样品至50mL容量瓶中, 加0.1%甲酸溶液稀释并定容至刻度, 摇匀, 经0.45μm的微孔滤膜过滤, 即为供试品溶液, 取滤液进样5μL。

1.7 测定: 进样1.5项下的标准液和1.6项下的样品溶液, 记录数据。根据色谱工作站对样品和对照品的数据计算样品羟脯氨酸的含量。

1.8 结果计算

$$X = C \times V / M \times K$$

式中:

X—样品中羟脯氨酸的含量, μg/g;

M—样品质量, g;

C—样品溶液中羟脯氨酸的浓度, μg/mL;

V—样品稀释体积, mL;

K—单位转换系数。

2 粗多糖的测定

2.1 原理: 根据多糖溶于水而不溶于醇的特点, 采用醇析法使多糖分离出来, 多糖在硫酸的作用下, 先水解成单糖, 并迅速脱水生成糖醛衍生物, 与苯酚反应生成橙黄色溶液, 于490nm波长处有特征吸收, 与标准系列比较定量。

2.2 试剂

2.2.1 乙醇

2.2.2 葡萄糖(分析纯): 使用前应于105℃恒温烘干至恒重。

2.2.3 苯酚溶液: 称取5g重蒸馏苯酚, 加蒸馏水溶解并释至100mL, 置于棕色瓶中备用, 溶液置冰箱中可保存1个月。

2.2.4 浓硫酸(H_2SO_4), $\rho=1.84g/mL$

2.2.5 100mg/L (0.1mg/mL) 标准葡萄糖溶液: 称取0.1000g葡萄糖于100mL烧杯中, 加水溶解并定容至1000mL, 置4℃冰箱中贮存。

2.3 仪器

2.3.1 分光光度计

2.3.2 数显鼓风干燥箱

2.3.3 离心机

2.3.4 分析天平

2.5 标准曲线的绘制: 精密吸取葡萄糖标准液(0.1mg/mL)对照液0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0

mL, 分别置于10mL具塞比色管中, 各加水使成2.0mL, 再加入苯酚试液1.0mL, 摇匀, 迅速滴加浓硫酸5.0mL, 摇匀后放置5min, 置沸水中加热2min, 取出冷却至室温。另以蒸馏水2mL, 加苯酚和硫酸, 同上操作做空白对照。于490nm波长处测定吸光度值并绘制标准曲线。

2.6 样品测定: 吸取均匀样品溶液15mL, 加75mL无水乙醇, 置于100mL的离心瓶中, 搅拌均匀。或吸收1.5mL加7.5mL无水乙醇, 置于10mL离心管中, 加盖反复倾倒管子数次。在离心机中以4000 r/min离心10min, 小心弃去上清液, 再加15mL热水(温度>90℃)冲洗离心瓶中沉淀物, 或用1.5 mL热水冲洗离心管中沉淀物; 重复以上步骤加入乙醇, 再以4000r/min离心10min, 小心地用吸管将上层液体吸去。用玻璃棒或小羹匙将沉淀物取出, 用热水分次溶解沉淀物并稀释定容至100~250mL(使液含糖量在0.02~0.08mg/mL之间)。过滤, 弃去初滤液即为待测液。吸取待试液2.0mL(含糖20~80μg), 按2.5项下标准曲线的绘制步骤于490nm波长处测定吸光度值并求出样品含糖量。

2.7 结果计算

$$X = \frac{m_1}{v} \times n \times 100$$

式中:

X—粗多糖(以葡萄糖计), mg/100mL;

m_1 —由标准曲线查得样品液含糖质量, mg;

v—样品质量, mL;

n—稀释倍数。

【保健功能】 增强免疫力

【适宜人群】 免疫力低下者

【不适宜人群】 少年儿童、孕妇、乳母

【食用方法及食用量】 每日1次, 每次30mL, 直接服用

【规格】 30mL/支、120mL/瓶(附量具)、240mL/瓶(附量具)

【贮藏】 密封, 置常温干燥处

【保质期】 24个月
