

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20110568

无限极牌欣畅口服液

【原料】 党参、茯苓、白术、猴头菇、白芍、低聚木糖、陈皮

【辅料】 纯化水、甜菊糖苷

【生产工艺】 本品经提取（第一次加12倍量水煮沸提取1h，第二次加10倍量水煮沸提取1h）、过滤、浓缩、配制、灌装、高压蒸汽灭菌（121±1℃，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；塑料件包装应符合GB 4806.7的规定；铝件包装应符合GB 4806.9的规定；橡胶塞包装应符合GB 4806.11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，颜色均匀一致
滋味、气味	具有本品特有气味和滋味，无异味
性状	液体，允许有少量沉淀物
杂质	无正常视力可见外来异物

【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（25℃）	3.0~6.0	《中华人民共和国药典》
可溶性固形物，%	≥13.0	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
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/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
粗多糖（以葡萄糖计），mg/100 mL	≥400	1 粗多糖的测定
低聚木糖（以木糖计），mg/100 mL	≥2500	2 低聚木糖的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理

样品经混合均匀后，用乙醇沉淀，用稀硫酸溶解沉淀的多糖后，与苯酚-硫酸于沸水浴中形成黄色化合物，其颜色深浅与溶液中糖的含量成正比，在485nm波长处比色定量。

1.2 仪器

1.2.1 紫外分光光度计

1.2.2 离心机

1.2.3 水浴锅

1.3 试剂

1.3.1 无水葡萄糖对照品：供含量测定用。

1.3.2 乙醇：分析纯。

1.3.3 苯酚：分析纯。

1.3.4 硫酸：分析纯。

1.3.5 2mol/L硫酸溶液：取112mL硫酸在搅拌状态下缓慢加入到800mL水中，混匀，冷却后用水稀释至1000 mL，即得。

1.3.6 苯酚溶液（50g/L）：称取精制苯酚5.0g，加水溶解并定容至100mL，混匀，即得。

1.3.7 80%乙醇：取乙醇84.2mL，加水定容至100mL，混匀，即得。

1.3.8 无水葡萄糖对照品溶液：取无水葡萄糖对照品 10mg，精密称定，置于100mL容量瓶中，加水适量溶液并稀释至刻度，摇匀，即得（每1mL中含无水葡萄糖0.1mg）。

1.4 标准曲线的制备：精密量取无水葡萄糖对照品溶液0mL、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0、1.4 mL，分别置于25mL比色管中，准确补充水至2.0mL，精密加入50 g/L苯酚溶液1mL，摇匀，精密加入硫酸10mL，摇匀，置沸水浴（98~100℃）中煮沸15min，取出，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，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

1.5 供试品溶液的制备：精确量取样品1.0mL，置于离心管中，加入8mL 乙醇使口服液中的多糖沉淀，放置30min，移至离心机离心10min（3000r/min），去掉上清液，再用10mL 80%乙醇洗涤离心杯中的沉淀物两次，再次离心并把上清液弃去。沉淀以2mol/L的硫酸5mL溶解，转移到100mL的容量瓶中，以水定容至刻度，摇匀，即得供试品溶液。

1.6 供试品溶液的测定：精密量取供试品溶液0.3mL，置于25mL比色管中，加水补至2.0mL，照标准曲线的制备项下的方法，自“精密加入50g/L苯酚溶液1mL”起，依法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中粗多糖的浓度，计算，即得。

1.7 结果计算

$X = (C \times V_2 \times 100) / V_1$ 式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），mg/100mL；

C—样品测定液中粗多糖浓度，mg/ mL；

V_1 —样品取样体积，mL；

V_2 —粗多糖溶液的定容体积，mL。

2 低聚木糖的测定

2.1 原理

将样品中的大分子物质如多糖、蛋白质用乙醇沉淀除去，然后进行酸水解，使低聚木糖水解成本糖，用高效液相色谱法分离并测定木糖含量，水解前后木糖含量的差值即为样品中低聚木糖含量（以木糖计）。

2.2 仪器

2.2.1 高效液相色谱仪：附示差折光检测器、柱恒温系统、流动相脱气装置、色谱工作站

2.2.2 天平（精确到0.001g和0.0001g）

2.2.3 真空旋转蒸发器

2.2.4 温控水浴锅

2.2.5 0.45μm微孔滤膜

2.2.6 广泛pH试纸或pH计

2.3 试剂

2.3.1 色谱用水：超纯水。

2.3.2 乙腈：色谱纯。

2.3.3 无水乙醇：分析纯。

2.3.4 硫酸：分析纯。

2.3.5 氢氧化钠：分析纯。

2.3.6 木糖对照品：纯度≥99%。

2.3.7 木糖对照品溶液：取木糖对照品100mg，精密称定，置50mL容量瓶中，加水适量溶解并稀释至刻度，摇匀，即得（每1mL中含木糖2mg）。

2.3.8 4.0 mol/L硫酸溶液：取硫酸56.0mL，用水稀释至250mL。

2.3.9 0.2 mol/L硫酸溶液：取4.0 mol/L硫酸10mL，用水稀释至200mL。

2.3.10 8.0mol/L氢氧化钠溶液：取32.0g氢氧化钠，加水溶解至100mL。

2.3.11 0.2mol/L氢氧化钠溶液：取8.0mol/L氢氧化钠溶液10mL，用水稀释至400mL。

2.4 样品处理

2.4.1 水解前供试品溶液 (M_1) 的制备：精密量取均一样品30mL于50mL容量瓶中，加无水乙醇，边加边摇动，用无水乙醇定容至刻度，摇匀，转入离心管离心10min (4000r/min)，取离心上清液25mL，置于60℃水浴挥尽乙醇（或60℃减压真空浓缩至无乙醇味），残留液转移至50mL容量瓶中，用水洗涤容器，洗涤液转入容量瓶中，纯水定容至刻度，标记该溶液为 M_0 ，备用。精密量取 M_0 溶液5mL于10mL容量瓶中，用流动相定容至刻度，摇匀。用0.45μm微孔滤膜滤过，即得水解前供试品溶液 M_1 。供试品溶液水解前的总稀释体积 $V_1=200\text{mL}$ 。

2.4.2 水解后供试品溶液 (M_2) 的制备：精密量取 M_0 溶液10mL于25mL比色管中，加入4.0mol/L 硫酸溶液 1 mL，摇匀，于沸水浴 (98~100℃) 水解120min，取出，冷却至室温，加水10mL，用8.0mol/L氢氧化钠溶液调pH值至5~7 (用0.2mol/L氢氧化钠溶液或0.2mol/L硫酸溶液微调pH值)，冷却后用纯水定容至50mL容量瓶中。精密量取溶液2mL于10mL容量瓶中，加流动相定容至刻度，摇匀。用0.45μm微孔滤膜过滤，该溶液为水解后供试品溶液 M_2 。供试品溶液水解后的总稀释体积 $V_2=2500\text{mL}$ 。

2.5 标准曲线的制备

分别精密量取木糖对照品溶液0.5、1.0、2.0、3.0、3.5mL于10mL容量瓶中，分别加流动相至刻度，摇匀，即得含木糖0.10、0.20、0.40、0.60、0.70mg/mL的木糖对照品溶液系列。分别精密吸取系列不同浓度的木糖对照溶液，注入液相色谱仪测定；以木糖浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制木糖的峰面积-浓度标准曲线。

2.6 色谱条件

2.6.1 色谱柱：键合氨基柱，4.6×250mm，5μm，或其他具有同等分析效果的色谱柱。

2.6.2 流动相：乙腈-水=75：25 (v/v)。

2.6.3 流速：1.0mL/min。

2.6.4 柱温：35℃。

2.6.5 示差检测器：35℃。

2.6.6 进样量：10~20μL。

2.7 样品测定

取 M_1 和 M_2 供试品溶液注入液相色谱仪分离测定，根据色谱峰保留时间定性，外标峰面积法进行定量。根据待测供试品色谱峰面积，由标准曲线回归方程式中得供试品中木糖含量，并计算出样品中低聚木糖的含量（以木糖计）。

2.8 结果计算

$$X = M_2 - M_1 = C_2 \times V_2 \times 100 / V_0 - C_1 \times V_1 \times 100 / V_0$$

式中：

X—样品中低聚木糖含量（以木糖计），mg/100mL；

M₁—样品中水解前木糖含量，mg/100mL；

M₂—样品中水解后木糖含量，mg/100mL；

C₁—供试品溶液水解前木糖组分浓度，mg/mL；

C₂—供试品溶液水解后木糖组分浓度，mg/mL；

V₁—供试品溶液水解前的总稀释体积，mL；

V₂—供试品溶液水解后的总稀释体积，mL；

V₀—样品的取样体积，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. 党参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 茯苓：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 3. 白术：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 4. 猴头菇：应符合GB 7096《食品安全国家标准 食用菌及其制品》的规定。
 5. 白芍：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 6. 低聚木糖：应符合QB/T 2984《低聚木糖》的规定。
 7. 陈皮：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 8. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 9. 甜菊糖苷：应符合GB 8270《食品安全国家标准 食品添加剂 甜菊糖苷》的规定。
-