

国家食品药品监督管理总局

保健食品产品技术要求

BJG20140476

无限极牌派立清口服液

wuxianjipaipailiqingkoufuye

- 【配方】 玄参、黄芪、水苏糖、麦冬、莱菔子、番泻叶、甜菊糖苷、纯化水
- 【生产工艺】 本品经提取、浓缩、配制、灌装、湿热灭菌、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	棕褐色
滋味、气味	具本品特有滋味和气味，无异味
性状	液体，允许有少量可摇匀的沉淀
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
总蒽醌（以1,8-二羟基蒽醌计），mg/100mL	5~80	1 总蒽醌的测定
pH值（25℃）	4.0~6.0	《中华人民共和国药典》（2010年版）一部
可溶性固形物，%	≥16	GB/T 12143
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5	GB 5009.12
砷（以As计），mg/kg	≤0.3	GB/T 5009.11
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3	GB/T 5009.17
六六六，mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19

1 总蒽醌的测定

1.1 原理：蒽醌类化合物经酸水解用氯仿提取后，再用稀碱液萃取，1,8-二羟基蒽醌对照品比较，用分光光度计于530nm波长处比色定量。

1.2 试剂

1.2.1 5mol/L硫酸

1.2.2 氯仿：分析纯

1.2.3 5%NaOH-2%NH₄OH=1:1

1.2.4 1,8-二羟基蒽醌对照品

1.2.5 1,8-二羟基蒽醌对照品贮备液：准确称取1,8-二羟基蒽醌对照品5.8mg，置于50mL量瓶中，用混合碱溶液溶解，充分混匀，再用混合碱溶液稀释至刻度，配置成0.116mg/mL贮备液。

1.3 样品处理：精密吸取20mL混合均匀的样品于200mL带冷凝管的锥形瓶中，加5mol/L硫酸40mL，加热回流水解2h，稍冷后加氯仿30mL，水浴加热回流1h，分离出氯仿液，再加氯仿30mL，加热回流水解30min，分离出氯仿液，再加氯仿20mL，如此反复，提取至氯仿无色为止，收集氯仿提取液过滤，将滤液移至容量瓶中，用氯仿定容至刻度（V₁），摇匀，精密吸取一定量（V₂）于分液漏斗中，用混合碱溶液（每次5mL）萃取至无色，将萃取液移至50mL容量瓶中，用混合碱溶液调至刻度。

1.4 标准曲线的绘制：精密吸取上述对照品贮备液1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL分别置于50mL容量瓶中，加混合碱溶液至刻度，摇匀，20min后以混合碱溶液作空白对照，于530nm波长处测定吸光度值，以1,8-二羟基蒽醌的质量为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

1.5 结果计算

$$X = \frac{A \times V_1 \times 100}{m \times V_2}$$

式中：

X—样品中总蒽醌含量（以1,8-二羟基蒽醌计），mg/100mL；

A—样液比色相当于标准品质量，mg；

V₁—氯仿提取液总体积，mL；

V₂—氯仿测定液体积，mL；

m—样品称取量，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	≤100	GB 4789.2
大肠菌群，MPN/100mL	≤6	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
水苏糖，g/100mL	≥4.5	1 水苏糖的测定

粗多糖（以葡萄糖计），g/100mL	≥0.45	2 粗多糖的测定
--------------------	-------	----------

1 粗多糖的测定方法

1.1 原理：样品经混合均匀后，用乙醇沉淀，沉淀多糖用稀硫酸溶解后与苯酚-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：购自中国食品药品检定研究院，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 浓硫酸：分析纯

1.3.5 硫酸溶液（2mol/L）：取112mL浓硫酸加入到800mL水中，混匀，冷却后稀释至1000mL。

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。溶液置冰箱中可保存1个月。

1.3.7 80%乙醇：取乙醇84.2mL，加水定容至100mL，混匀。

1.3.8 无水葡萄糖对照品溶液：精密称取干燥至恒重的无水葡萄糖标准品0.010g，加水溶解并定容至100mL，混匀，每1mL约含无水葡萄糖0.1mg。

1.4 标准曲线的制备：精密吸取无水葡萄糖标准使用液0、0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1mL（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50g/L苯酚溶液1.0mL，于旋转混匀器上混匀，小心加入浓硫酸10.0mL，于旋转混匀器上小心混匀，置沸水浴中煮沸15min，冷却后用分光光度计于485nm波长处，以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值。以无水葡萄糖浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

1.5 样品的测定：精确移取5mL（ V_1 ）混合均匀的样品，转移到10mL（ V_2 ）容量瓶中，以水定容至刻度，摇匀。精确移取1mL（ V_3 ）上述定容好的样品溶液于离心杯中，加入8mL95%乙醇使样品中的多糖沉淀，静置30min后，移至离心机进行离心（3000r/min，10min），把上清液去掉，再用少量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（ V_4 ）容量瓶中，以水定容至刻度，摇匀，即得供试品溶液。准确吸取供试品溶液1.0mL（ V_5 ），加水至2.0mL，按1.4项标准曲线的制备步骤于485nm处测定吸光度值，根据标准曲线查得供试品溶液中多糖浓度。

1.6 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times V_2 \times V_4 \times 100}{V_1 \times V_3 \times V_5}$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），mg/100mL；

m_1 —样品测定液中多糖的质量，mg；

V_1 —样品溶液取样体积，mL；

V_2 —样品溶液稀释定容体积，mL；

V_3 —沉淀粗多糖所用的样品稀释溶液体积，mL；

V_4 —粗多糖溶液体积，mL；

V_5 —测定用样品体积，mL；

2 水苏糖的测定

2.1 试剂

2.1.1 超纯水

2.1.2 乙腈：HPLC级

2.1.3 水苏糖标准品：购自sigma公司

2.2 仪器

2.2.1 高效液相色谱仪

2.2.2 示差折光检测器

2.2.3 柱温箱

2.2.4 超声波清洗器

2.3 色谱条件

2.3.1 色谱柱：Kromasil 100 氨基柱，250mm×4.6mm，5μm或相同性质的填充柱。

2.3.2 流动相：乙腈-水=60:40（用前超声脱气30min）

2.3.3 柱温：35℃

2.3.4 检测器温度：35℃

2.3.5 流速：1.0mL/min

2.3.6 进样量：10μL

（流速和流动相比比例可根据分离效果做适当调节）

2.4 标准品溶液的制备：精确称取水苏糖标准品250mg于10mL容量瓶中，用乙腈-水=1:1的混合溶剂溶解定容至10mL。分别量取0.5、1、1.5、2、2.5mL，分别置于5mL容量瓶中，用乙腈-水=1:1的混合溶剂定刻度，用0.45μm滤膜过滤，取滤液进行HPLC分析，以峰面积对浓度绘制标准曲线。

2.5 样品处理：精确吸取5mL混合均匀的样品于50mL容量瓶中，用乙腈-水=1:1的混合溶剂定刻度。用0.45μm滤膜过滤，取滤液进行HPLC分析。

2.6 结果计算

$$X = \frac{C \times V_1 \times 100}{V_2}$$

式中：

X—样品中水苏糖的含量，mg/100mL；

C—测量的样品溶液中水苏糖的浓度，mg/mL；

V₁—样品稀释定容的体积，mL；

V₂—样品取样体积，mL。

【保健功能】 通便

【适宜人群】 便秘者

【不适宜人群】 少年儿童、孕妇、乳母、慢性腹泻者

【食用方法及食用量】 每日2次，每次1支，口服

【规格】 10mL/支

【贮藏】 密封、置阴凉干燥处

【保质期】 18个月
