

国家市场监督管理总局

保健食品产品技术要求

BJG20130438

创喜牌低聚木糖桑椹黄芪麦冬膏

YuBianGuoJianPaiTongBianGao

【配方】 桑椹、黄芪、麦冬、低聚木糖、麦芽糖醇

【生产工艺】 本品经提取、浓缩、配制、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	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	膏剂，半流体
杂质	无其它杂色杂质

【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
灰分，%	≤6	GB 5009. 4
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

【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/g	≤1000	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/100g	≤40	GB/T 4789.3-2003
霉菌, cfu/g	≤25	GB 4789.15
酵母, cfu/g	≤25	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/T 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
粗多糖（以葡聚糖计），g/100g	≥0.9	1 粗多糖的测定
低聚木糖，g/100g	≥5.0	2 低聚木糖的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理：样品中相对分子量大于 1×10^4 的高分子物质在80%乙醇溶液中沉淀，与水溶液中单糖和低聚糖分离，用碱性二价铜试剂选择性地从其他高分子物质中沉淀具有葡聚糖结构的多糖，用苯酚-硫酸反应，以碳水化合物形式比色测定其含量，其显色强度与粗多糖中葡聚糖的含量成正比，以此计算食品中粗多糖含量。

1.2 试剂

除特殊说明外，本方法所用试剂均为分析纯，所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

1.2.1 乙醇溶液（80%）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

1.2.2 氢氧化钠溶液（100g/L）：称取100g氢氧化钠，加水溶解并稀释至1L，加入固体无水硫酸钠至饱和，备用。

1.2.3 铜试剂储备液：称取3.0g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、30.0g柠檬酸钠，加水溶解并稀释至1L，混匀，备用。

1.2.4 铜试剂溶液：取铜试剂储备液50mL，加水50mL，混匀后加入固体无水硫酸钠12.5g，并使其溶解。临用新配。

1.2.5 洗涤剂：取水50mL，加入10mL铜试剂溶液、10mL氢氧化钠溶液，混匀。

1.2.6 硫酸溶液（10%）：取100mL浓硫酸加入到800mL左右水中，混匀，冷却后稀释至1L。

1.2.7 苯酚溶液（50g/L）：称取精制苯酚5.0g，加水溶解并稀释至100mL，混匀。溶液置冰箱中可保存1个月。

1.2.8 葡聚糖标准储备液：精密称取干燥至恒重的葡聚糖标准品0.5000g，加水溶解并定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液每1mL含葡聚糖10.0mg。

1.2.9 葡聚糖标准使用液：吸取葡聚糖标准储备液1.0mL，置于100mL容量瓶中，加水至刻度，混匀，置冰箱中保存。此溶液每1mL含葡聚糖0.10mg。

1.3 仪器

1.3.1 分光光度计

1.3.2 离心机：3000r/min

1.3.3 旋转混匀器

1.4 标准曲线的绘制：精密称取葡聚糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL（相当于葡聚糖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，于旋转混合器中混匀，小心加入浓硫酸10.0mL，于旋转混合器上小心混匀，置沸水浴中煮沸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，1cm比色皿测定吸光度值，以葡聚糖浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

1.5 样品处理

1.5.1 样品提取：取样品约2.0g，精密称量，置于100mL容量瓶中，加水80mL，置沸水浴上加热2h，冷却至室温后补加水至刻度，混匀，弃去初滤液，收集续滤液供沉淀粗多糖。

1.5.2 沉淀粗多糖：精密取1.5.1项下续滤液5.0mL，置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀5min后以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用80%乙醇（v/v）溶液数毫升洗涤，离心后弃去上清液，反复操作3~4次。残渣用水溶解并定容至5.0mL，混匀后供沉淀葡聚糖。

1.5.3 沉淀葡聚糖：精密取1.5.2项下终溶液2mL，置于20mL离心管中，加入100g/L氢氧化钠溶液2.0mL、铜试剂溶液2.0mL，置沸水浴中煮沸2min，冷却后以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用洗涤液数毫升洗涤，离心后弃去上清液，反复3次操作，残渣用10%（v/v）硫酸溶液2.0mL溶解并转移至50mL容量瓶中，加水稀释至刻度。混匀，此溶液为样品测定液。

1.6 测定：精密吸取样品测定液2.0mL，置于25mL比色管中，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，于旋转混匀器上混匀后，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2min，冷却至室温后用分光光度计于485nm波长处，以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值。从标准曲线上查出葡聚糖含量，计算样品中粗多糖含量，同时做样品空白试验。

1.7 结果计算

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times V_1 \times V_3 \times V_5 \times 100}{m_3 \times V_2 \times V_4 \times V_6}$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡聚糖计），mg/100g；

m_1 —样品测定液中葡聚糖的质量，mg；

m_2 —样品空白液中葡聚糖的质量，mg；

m_3 —样品质量，g；

V_1 —样品提取液总体积，mL；

V_2 —沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；

V_3 —粗多糖溶液体积，mL；

V_4 —沉淀葡聚糖所用粗多糖溶液体积，mL；

V_5 —样品测定液总体积，mL；

V_6 —测定用样品测定液体积，mL。

2 低聚木糖的测定

2.1 原理：样品用乙醇水溶液沉淀大分子多糖及高聚合度木糖，溶液经硫酸水解，使低聚木糖组分水解变为木糖。由于低聚木糖在水解过程中 β -1,4糖苷键断裂与水分子结合生成糖苷羟基，因此生成的木糖含量比水解前的木糖含量高。用“平均转化系数”表示水解生成的木糖与水解前的低聚木糖含量之比，其数值因低聚木糖的聚合度而异，均值约为1.06（以木二糖计）。采用高效液相色谱定量测定样品中原有木糖的含量和样品中低聚木糖经硫酸水解后木糖的含量，二者之差除以平均转化系数即得到样品中低聚木糖的含量。

2.2 试剂

除非另有说明，所有试剂均为分析纯。

2.2.1 水：GB/T 6682规定的一级水

2.2.2 4mol/L硫酸：98%硫酸用水稀释而成

2.2.3 10%氢氧化钠：取10.0g氢氧化钠，加入90mL水溶解，即得。

2.2.4 无水乙醇

2.2.5 乙腈：色谱纯

2.2.6 木糖对照品：纯度99%

2.2.7 木糖标准溶液：准确称取0.4g木糖（精确到0.0001g），用超纯水溶解并定容至100mL，摇匀。然后用一级水稀释成浓度分别为0.10、0.50、1.00、2.0、4.00mg/mL的系列标准溶液。

2.3 仪器

2.3.1 高效液相色谱仪：附示差折光检测器

2.3.2 恒温水浴锅

2.4 色谱条件

2.4.1 色谱柱：氨基液相色谱柱，250mm×4.60mm，5 μ m。

2.4.2 流动相：乙腈-水=75:25 (v/v)

2.4.3 柱温：35℃；示差检测器温度：35℃

2.4.4 流速：1.0mL/min

2.4.5 进样量：20μL

2.5 水解前待测液的制备：准确称取样品约1.0g，置于50.0mL烧杯中，加15.0mL水溶解样品并转入50mL容量瓶中，再加入10.0mL（分2次）洗衣液烧杯并转入容量瓶中，最后用无水乙醇定容至刻度（乙醇占溶液体积的50%），摇匀，离心，取上清液10.0mL，置于小烧杯中，放于50℃水浴锅上挥去乙醇，然后用水定容至10.0mL比色管中，该溶液为样品水解前样品溶液。取1mL水解前样品用0.45μm水相滤膜过滤，供高效液相色谱仪分析。

2.6 水解后待测液的制备：取水解前待测液5.0mL，置于50mL三角瓶中，加入4mol/L硫酸0.9mL，加盖封口膜，于100℃水解2h后冷却至室温，用10%NaOH溶液中和水解液至pH值6~7，转入25.0mL的容量瓶，加水定容至刻度，混匀后得水解后样品溶液。取1mL水解后样品溶液用0.45μm水相滤膜过滤，供高效液相色谱仪分析。

2.7 测定：分别取水解前后待测液及系列标准溶液20μL进液相色谱分离测定，以保留时间定性，以木糖质量浓度与相对应的峰面积绘制标准曲线，获得线性回归方程及相关系数，以此计算水解前后待测液中木糖的浓度。

2.8 结果计算

$$X_1 = \frac{C_1 \times V}{m}$$

式中：

X_1 —样品水解前样品中木糖的含量，mg/g；

C_1 —水解前待测液木糖的质量浓度，mg/mL；

V —定容体积，50mL；

m —样品质量，g。

$$X_2 = \frac{C_2 \times V \times 5}{m}$$

式中：

X_2 —样品水解后样品中木糖的含量，mg/g；

C_2 —水解后待测液木糖的质量浓度，mg/mL；

V —定容体积，50mL；

5—样品水解过程中的稀释倍数；

m —样品质量，g。

$$X = \frac{X_2 - X_1}{1.06}$$

式中：

X —样品中低聚木糖含量（以木二糖计），mg/g；

X_1 —样品水解前样品中木糖的含量，mg/g；

X_2 —样品水解后样品中木糖的含量，mg/g；

1.06—低聚木糖和木糖的平均转化系数。

【保健功能】 通便

【适宜人群】 便秘者

【不适宜人群】 少年儿童

【食用方法及食用量】 每日2次，每次1袋，冲服

【规格】 10g/袋

【贮藏】 密封，置干燥处

【保质期】 24个月
