

国家食品药品监督管理总局

保健食品产品技术要求

BJG20130623

清养颗粒

qingyangkeli

【配方】 霍山石斛、枸杞子、西洋参、酸枣仁、乳糖、糊精

【生产工艺】 本品经提取、浓缩、干燥、粉碎、制粒、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	黄棕色至棕褐色
滋味、气味	具本品特有的滋味、自然香味
性状	颗粒剂，固体颗粒状
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【鉴别】 取样品内容物1g，加石油醚（60～90℃）30mL，加热回流2h，滤过，弃去石油醚，药渣挥干，加甲醇30mL，加热回流1h，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇2mL使溶解，作为供试品溶液。取酸枣仁对照药材1g，同供试品溶液的制备方法制得作为对照品溶液。分别用点样器准确吸取供试品溶液、对照品溶液各10μL点于同一薄层硅胶G板上。将点好样品（供试品、对照品）的薄层板放入展开缸的展开剂（水饱和正丁醇）中，展开，取出，晾干，喷以1%香草醛硫酸溶液，置紫外灯（365nm）下检视。在薄层色谱中，供试品与对照品在相应位置上显相同颜色的蓝色荧光斑点。

【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
水分，%	≤6.0	GB 5009.3
灰分，%	≤7.0	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 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），mg/100g	≥800	1 粗多糖的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），mg/100g	≥750	2 总皂苷的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理：样品中相对分子质量大于10000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，以此计算样品中粗多糖含量。

1.2 仪器

1.2.1 分光光度计

1.2.2 离心机

1.2.3 旋转混匀器

1.3 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。

1.3.1 乙醇溶液（80%）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

1.3.2 氢氧化钠（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。

1.3.3 铜试剂储备液：称取3g五水硫酸铜、30.0g柠檬酸钠，加水溶解稀释至1L，混匀，备用。

1.3.4 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

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

1.3.6 硫酸溶液（10%）：取100mL浓硫酸加入800mL左右水中，混匀，冷却后定容至1L。

1.3.7 苯酚溶液（50g/L）：称取精致苯酚5.0g，加水溶解并定容至100mL，混匀。溶液置于冰箱可保存1个月。

1.3.8 葡聚糖标准储备液：准确称取相对分子量500000、已干燥至恒重的葡聚糖标准品0.5000g，加水溶解定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。

1.3.9 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1mL含葡聚糖0.10mg。

1.4 样品处理

1.4.1 样品提取：称取混合均匀的样品2.0g，置于100mL容量瓶中，加入80mL水左右，置沸水上加热2h，冷却后定容至刻度。混匀后过滤，弃去初滤液，收集续滤液供沉淀粗多糖。

1.4.2 沉淀粗多糖：准确吸取1.4.1项下续滤液5.0mL，置于50mL离心管，加入20mL无水乙醇。混匀5min后以3000r/min离心5min，弃去上清液，沉淀用80%乙醇溶液数毫升洗涤，离心后弃去上清，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。

1.4.3 沉淀葡聚糖：准确吸取1.4.2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，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，反复操作3次，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。

1.5 标准曲线的绘制：准确吸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），分别置于试管中，准确补水至2.0mL，加入50g/L苯酚溶液1mL，混匀，小心加入浓硫酸10mL，小心混匀，置沸水中煮沸2min，用水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。以葡聚糖浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

1.6 样品测定：准确吸取样品测定液2.0mL，置于25mL比色管中，加入50g/L苯酚溶液1mL，于旋转混匀器上混匀，小心加入浓硫酸10mL，混匀，置沸水中煮沸2min，冷水冷却至室温，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。从标准曲线上算出葡聚糖含量，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

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

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡聚糖计），mg/g；

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 总皂苷的测定

2.1 原理：样品中总皂苷经提取、大孔吸附树脂柱预分离后，在酸性条件下，香草醛与人参皂苷生成有色化合物，以人参皂苷Re为对照品，于560nm波长处比色测定。

2.2 试剂

2.2.1 D101大孔树脂

2.2.2 中性氧化铝

2.2.3 乙醇：分析纯

2.2.4 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。

2.2.5 高氯酸：分析纯

2.2.6 冰乙酸：分析纯

2.2.7 标准溶液：精确称取人参皂苷Re标准品0.020g，用无水乙醇溶解并定容至10.0mL，即每毫升含人参皂苷Re2.0mg。

2.3 仪器

2.3.1 分光光度计

2.3.2 层析柱

2.4 测定步骤

2.4.1 样品处理：称取1.000g左右的样品，置于100mL容量瓶中，加少量水，超声30min，再用水

定容至100mL，摇匀，放置，作为样品溶液。

2.4.2 柱层析：用10mL注射器作层析管，内装3cm D101大孔树脂，上加1cm中性氧化铝。先用25mL 70%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已处理好的样品溶液，用25mL水洗柱，弃去洗脱液，用25mL 70%乙醇洗脱总皂苷，收集洗脱液于蒸发皿中，置于60℃水浴挥干。以此作显色用。

2.4.3 显色：在上述已挥干的蒸发皿中准确加入0.2mL 5%香草醛冰乙酸溶液，使残渣都溶解，再加入0.8mL高氯酸，混匀后移入10mL带塞刻度离心管中，60℃水浴上加热10min，取出，冷却后准确加入冰乙酸5.0mL，摇匀，以1cm比色池于560nm波长处测定吸光度值。

2.4.4 标准曲线的绘制：吸取人参皂苷Re标准溶液（2.0mg/mL）0、20、40、60、80、100μL（相当于人参皂苷Re 0、40、80、120、160、200μg）于10mL带塞刻度离心管中，同2.4.3项显色步骤测定吸光度值并绘制标准曲线。

2.5 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times V_1}{m \times V_2 \times 10}$$

式中：

X—样品中总皂苷含量（以人参皂苷Re计），mg/100g；

m—样品质量，g；

V₁—样品提取液总体积，mL；

V₂—样品提取液测定用体积，mL；

m₁—从标准曲线查得待测液中人参皂苷Re量，μg。

【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3次，每次1袋，温开水冲饮

【规格】 3g/袋

【贮藏】 避光，置于阴凉干燥处

【保质期】 24个月
