

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20050840

红润牌龟板鹿茸氨基酸口服液

- 【原料】 补骨脂、枸杞子、黄精、女贞子、龟板、复合氨基酸粉、马鹿茸
- 【辅料】 蔗糖、纯化水
- 【生产工艺】 本品经提取（分别加入8、5、5倍量水95℃～100℃提取3次，分别1.5h、1.5h、1h）、浓缩、过滤、配制、灌装、湿热灭菌（115℃，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。
- 【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	深褐色
滋味、气味	具有该产品特有的滋味和气味，无异味
状态	液体，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
总黄酮（以芦丁计），mg/100mL	≥15.46	1 总黄酮的测定
pH值	5.5～7.5	《中华人民共和国药典》
可溶性固形物，%	≥20.0	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

总汞(以Hg计), mg/kg	<0.3	GB 5009.17
六六六, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19

1 总黄酮的测定

1.1 原理：黄酮类化合物是具有苯骞吡喃环结构的一类天然化合物的总称，一般都具有4位羰基，且呈现黄色。黄酮类化合物多分布于植物中，大多数以苷的形式存在。黄酮类化合物中的3-羟基、4-羟基或5-羟基、4-羰基或邻二位酚羟基与铝盐进行络合反应，在碱性条件下生成红色的络合物。本方法对样品中黄酮类化合物进行提取纯化后，用分光光度法于510nm波长下测定其吸光度，与芦丁标准品比较，进行待测物中总黄酮的定量测定。

1.2 仪器

1.2.1 分光光度计

1.2.2 恒温水浴锅

1.2.3 真空泵

1.2.4 盐基交换管

1.3 试剂

1.3.1 亚硝酸钠：分析纯

1.3.2 硝酸铝：分析纯

1.3.3 氯仿：分析纯

1.3.4 无水乙醇：分析纯

1.3.5 氢氧化钠：分析纯

1.3.6 甲醇：分析纯

1.3.7 聚酰胺树脂：60~80目

1.3.8 芦丁标准品：美国Sigma公司

1.3.9 芦丁标准溶液：准确称取经105℃干燥至恒重的芦丁标准品15.0mg，加甲醇溶解并定容至100mL，配成150μg/mL的芦丁标准溶液。

1.4 测定步骤

1.4.1 样品处理：准确吸取样品3.0mL，定容至50mL后直接以75mL氯仿分3次萃取脱脂，待完全分层后，收集下层水溶液并定容至50mL。称取1~2g经预处理的聚酰胺树脂粉末，湿法装柱，用水饱和。吸取上述样品溶液1~2mL，沿层析柱慢慢滴入柱内，放置一定时间，待测液被充分吸附后，用70%乙醇或甲醇溶液洗脱，流速为1.0mL/min，至流出液体基本无色。一般收集10mL即可。上述洗出液用洗脱剂（70%乙醇或甲醇）定容后即可用于测定。

1.4.2 标准曲线的绘制：准确吸取芦丁标准品溶液0mL、0.50mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL（相当于芦丁0μg、75μg、150μg、300μg、450μg、600μg），分别移入10mL刻度比色管中，加入30%乙醇溶液至5mL，各加5%亚硝酸钠溶液0.3mL，振摇后放置5min，加入10%硝酸铝溶液0.3mL，摇匀后放置60min，加入1.0mol/L氢氧化钠溶液2mL，用30%乙醇溶液定容至刻度，以零管为空白，摇匀后用1cm的比色皿，在510nm波长处测定吸光度，绘制芦丁含量（μg）与吸光度的标准曲线。

1.4.3 样品测定：根据样品中总黄酮含量高低，取适宜体积待测液，按标准曲线制备操作步骤于510nm波长处进行吸光度的测定（样品如有沉淀，应过滤后测定）。

1.5 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times V_2}{m \times V_1 \times 10^6} \times 100$$

式中：

X-样品总黄酮含量，g/100mL；

m_1 —依据标准曲线计算出被测液中黄酮含量, μg
 m —试样的质量或体积, g 或 mL ;
 V_1 —待测液分取的体积, mL ;
 V_2 —待测液的总体积, mL 。

1.6 注释

- 1.6.1 精密度：对同一样品在相同条件下，重复测定6次，其相对标准差4.4%
- 1.6.2 方法回收率：对总黄酮含量为1.52%的减肥茶加入相似浓度的芦丁标准品进行回收试验，其平均添加回收率为103.2%。
- 1.6.3 对于以葡萄、山楂等有色水果为原料的样品，可用未加铝盐试剂的样液为空白或采用标准加入法测定，以避免样液颜色对测定干扰而引起结果偏高。

【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/mL	≤ 0.43	GB 4789.3 “MPN计数法”
霉菌, CFU/mL	≤ 10	GB 4789.15
酵母, CFU/mL	≤ 10	GB 4789.15
沙门氏菌	$\leq 0/25\text{g}$	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25\text{g}$	GB 4789.10
志贺氏菌	不得检出	GB 4789.5
溶血性链球菌	不得检出	GB 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
氨基酸, $\text{g}/100\text{mL}$	≥ 3.45	GB 5009.124
粗多糖（以葡聚糖计）, $\text{mg}/100\text{mL}$	≥ 11.8	1 粗多糖的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理：样品中相对分子质量大于 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，以此计算样品中粗多糖含量。

1.2 主要仪器

1.2.1 分光光度计

1.2.2 离心机:3000r/min

1.2.3 旋转混匀器

1.3 试剂

除特殊注明外, 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 氢氧化钠溶液(100g/L): 称取10g氢氧化钠, 加水溶解并稀释至100mL, 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。

1.3.4 铜试剂溶液: 取铜试剂储备液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 洗涤剂: 取水50mL, 加水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浓硫酸加入到800mL左右水中, 混匀, 冷却后稀释至1L。

1.3.7 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。溶解置冰箱中可保存1个月。

1.3.8 葡聚糖标准储备液: 准确称取相对分子质量 5×10^5 、已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1mL含葡聚糖10.0mg。

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 沉淀粗多糖: 准确吸取样品均匀溶液2.0mL, 置于10mL离心管中, 加入无水乙醇8mL, 混匀5min后, 以3000r/min离心5min, 弃去上清液。残渣用80%(V/V)乙醇溶液6mL洗涤, 离心后弃去上清液, 反复操作3次, 残渣用水溶解并定容至5.0mL, 混匀后, 供沉淀葡聚糖。

1.4.2 沉淀葡聚糖: 准确吸取1.4.1项终溶液2mL, 置于10mL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, 残渣用洗涤剂6mL洗涤, 离心后弃去上清液, 反复操作3次, 残渣用10%硫酸溶液2.0mL溶解, 用水定容至10mL, 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, 加水50g/L苯酚溶液1.0mL, 在旋转混匀器上混匀, 小心加入浓硫酸5.0mL, 于旋转混匀器上小心混匀, 冷却后用分光光度计在485nm波长处, 以试剂空白液为参比, 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10mL比色管中, 加入50g/L苯酚溶液1.0mL, 混匀, 小心加入浓硫酸5.0mL, 于旋转混匀器上小心混匀, 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。从标准曲线上查出葡聚糖含量并计算样品中粗多糖含量。同时做样品空白实验。

1.7 结果计算:

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

式中:

X---样品中粗多糖含量(以葡聚糖计), mg/100mL;

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质量, mg;

m_3 ---样品体积, mL;

V_1 ---粗多糖溶液体积, mL;

V_2 ---沉淀粗多糖所用粗多糖溶液体积, mL;

V_3 ——样品测定溶液总体积，mL；
 V_4 ——测定用样品测定溶液体积，mL。

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】 装量差异指标应符合《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. 补骨脂、枸杞子、黄精、女贞子、龟板、马鹿茸、蔗糖、纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 复合氨基酸粉：

项 目	指 标
来源	脱脂蚕蛹
制法	经水解（脱脂蚕蛹：6mol/L盐酸（1:4），0.2 Mpa，120℃，16h）、中和（碳酸钙，pH值中和至6~7）、过滤、脱色（活性炭，90℃，45~60min）、脱盐（阴、阳离子树脂，500L/h~800L/h）、浓缩、喷雾干燥、检验、包装、入库等工艺制成。
感官要求	浅黄色粉末，具有本品固有的滋味和气味，无异味、异臭，无哈喇味，无肉眼可见的外来杂质
氨基酸，g/100g	≥80.0
总氮（以N计），g/100g	≥12.5
氨基酸态氮，g/100g	≥9.5
水分，g/100g	≤6.0
灰分，g/100g	≤3.5
水不溶物，g/100g	≤0.5
pH值（1:10）	4.5~7.5
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5
总砷（以As计），mg/kg	≤0.5
3-氯-1,2-丙二醇（以10%水溶液计），mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤10
霉菌，CFU/g	≤20
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌，CFU/g	≤100

确认打印

显示0661cc编辑区

返回上一页修改