

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20060048

九极®银杏叶茯苓口服液

【原料】 银杏叶、薤白、香菇、沙棘、茯苓、山楂、荷叶

【辅料】 纯化水

【生产工艺】 本品经提取（加水煮沸提取2次，分别10倍量3h、7倍量2h）、过滤、浓缩、配制、灌装、湿热灭菌（116±2℃，38min）、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】 管制口服液瓶应符合YBB00032004的规定；口服液瓶用铝塑组合盖应符合YBB00052005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	微甜带酸
状态	液体, 有少量沉淀，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
可溶性固形物，g/100g	≥4.0	1 可溶性固形物的测定
相对密度（20℃）	1.010~1.040	GB 5009.2
pH值	4.0~6.0	《中华人民共和国药典》
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5	GB 5009.12

总砷(以As计), mg/kg	≤0.3	GB 5009.11
铜(以Cu计), mg/kg	≤2.0	GB 5009.13
六六六, mg/L	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/L	≤0.1	GB/T 5009.19

1 可溶性固形物的测定

1.1 精确称取50g口服液置于已干燥至恒重的蒸发皿里,在水浴上蒸发至干,置于105℃烘箱干燥3h,取出置于干燥器中冷却30min,精确称重。

1.2 结果计算

$$X = (W_1 - W_2) / (W_0 - W_2) \times 100$$

式中:

X—可溶性固形物含量, g/100g;

W₁—蒸发皿+ 口服液烘干的重量, g;

W₂—蒸发皿的重量, g;

W₀—蒸发皿+ 口服液的重量, g。

【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	≤0/25g	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10

【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), mg/100mL	≥58.7	1 粗多糖的测定
总黄酮(以芦丁计), mg/100mL	≥96	2 总黄酮的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理: 食品中分子量>10000的高分子物质在80%乙醇溶液中沉淀,与水溶性单糖和低聚糖分离,用碱性二价铜试剂选择性的从其它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,其颜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

除特殊注明外，本方法所用试剂均为分析纯；所用水为纯化水。

1.2.1 乙醇溶液（800mL/L）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

1.2.2 NaOH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 洗涤液：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：精密称取相对分子量500000干燥至恒重的葡聚糖标准品（购自美国Sigma公司，纯度大于98%）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。

1.2.9 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。

1.3.3 旋转混匀器。

1.4 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25mL比色管中，准确补充水至2.0mL，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，在旋转混匀器上混匀，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 沉淀粗多糖：准确吸取5.0mL样品置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀5min后，离心至渣液分离（一般4000r/min离心10min），弃去上清液。残渣用80%（约2mL）乙醇溶液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复操作3~4次。残渣用水溶解并定容至25.0mL，混匀后供沉淀葡聚糖。

1.5.2 沉淀葡聚糖：精密取1.5.1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，沸水浴中煮沸2min，冷却（一般冰箱放置过夜），离心至渣液分离（一般4000r/min离心10min），弃去上清液。残渣用洗涤液数毫升（约2mL）洗涤，离心后弃上清液，反复3次操作后，残渣用10%（V/V）硫酸溶液2.0mL溶解并转移至25mL容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。此溶液为样品测定液。

1.6 样品测定：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，在旋转混匀器上混匀，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2min，冷却至室温，用分光光度计在485nm波长处，以试剂空白为参比，1cm比色皿测定吸光度值。从标准线上查出葡聚糖含量，计算样品中粗多糖含量。同时作样品空白实验。

1.7 结果计算

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

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡聚糖计），mg/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的质量, mg;
 m_3 —样品取样量, mL;
 V_1 —样品提取液总体积, mL;
 V_2 —沉淀粗多糖所用粗多糖溶样品提取液体积, 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 —测定用样品测定溶液体积, mL。

2 总黄酮的测定

2.1 试剂

2.1.1 聚酰胺粉(100~200目)

2.1.2 芦丁标准溶液: 称取5.0mg芦丁, 加甲醇溶解并定容至100mL, 即得50 μ g/mL。

2.1.3 乙醇: 分析纯。

2.1.4 甲醇: 分析纯。

2.2 分析步骤

2.2.1 试样处理: 取试样10.0mL, 加乙醇定容至25mL, 摇匀后, 超声提取20min, 放置, 吸取上清液1.0mL, 于蒸发皿中, 加1g聚酰胺粉吸附, 于水浴上挥去乙醇, 然后转入层析柱。先用20mL(10、10mL)苯洗, 苯液弃去, 然后用甲醇25mL(10、10、5mL)洗脱黄酮, 收集甲醇液, 并定容至25mL或50mL(根据吸光度值确定定容体积)。此液于波长360nm测定吸收值。同时以芦丁为标准品, 测定标准曲线, 求回归方程, 计算试样中总黄酮含量。

2.2.2 芦丁标准曲线: 吸取芦丁标准溶液: 0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL于10mL比色管中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 于波长360nm比色。求回归方程, 计算试样中总黄酮含量。

2.3 计算和结果表示:

$$X = \frac{A \times V_2 \times 100}{V_1 \times M \times 1000}$$

式中:

X—试样中总黄酮的含量, mg/100mL;

A—由标准曲线算得被测液中黄酮量, μ g/mL;

M—试样质量, mL;

V_1 —测定用试样体积, mL;

V_2 —试样定容总体积, 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”项下口服溶液剂的规定。

【原辅料质量要求】

1. 银杏叶、薤白、沙棘、茯苓、荷叶、纯化水: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 香菇: 应符合GB 7096《食品安全国家标准 食用菌及其制品》的规定。
 3. 山楂: 应符合《中华人民共和国药典》的规定, 且展青霉素不超过50 μ g/kg。
-

确认打印

显示Office编辑区

返回上一页修改