国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20100414

东宝牌伊婷口服液

【原料】 当归、黄芪、枸杞子、玫瑰花、蜂蜜、女贞子

【辅料】 纯化水、山梨酸钾

【生产工艺】 本品经提取（当归、黄芪、枸杞子、女贞子、玫瑰花第一次加8倍量水浸泡3h，煎煮3h；第二、三次分别加6倍量水煎煮1h）、过滤、配制、灌装、湿热灭菌（110℃，35min）、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】 包装瓶应符合YBB00282002的规定；铝塑组合盖应符合YBB00372003的规定；橡胶塞应符合YBB00042005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	棕褐色
滋味、气味	酸甜微苦，具中药的特殊气味，无异味
性状	均匀液体，允许有微量沉淀，轻摇即散
杂质	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
pH值	3.5~5.5	《中华人民共和国药典》
可溶性固形物，%	≥20	GB/T 12143
铅（以Pb计），mg/L	≤0.5	GB 5009.12
总砷（以As计），mg/L	≤0.3	GB 5009.11
六六六，mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19

山梨酸钾, g/L	≤1.0	GB/T 5009.29
-----------	------	--------------

【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	≤1000	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/mL	≤0.43	GB 4789.3 “MPN计数法”
霉菌和酵母, CFU/mL	≤50	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
黄芪甲苷, mg/100mL	≥7.0	1 黄芪甲苷的测定
阿魏酸, mg/100mL	≥1.0	2 阿魏酸的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计）, mg/100mL	≥180.0	3 总皂苷的测定

1 黄芪甲苷的测定

1.1 色谱条件

1.1.1 色谱柱: C18, 150mm×4.6mm, 5μm。

1.1.2 流动相: 乙腈-水 (37:63)。

1.1.3 流速: 0.6mL/min。

1.1.4 柱箱温度: 35℃。

1.1.5 蒸发光散射检测器: 漂移管温度110℃; 氮气流速2.7L/min。

1.1.6 黄芪甲苷标准品: 购自中国食品药品检定研究院。

1.2 对照品溶液的配制: 精密称取黄芪甲苷标准品适量, 加甲醇制成每1mL含0.5mg的对照品溶液, 摇匀, 即得。

1.3 供试品溶液的配制: 精密量取25mL样品, 用水饱和的正丁醇振摇提取4次, 每次40mL, 合并正丁醇液, 用氨试液充分洗涤2次, 每次40mL, 弃去氨试液, 正丁醇液蒸干, 残渣加水5mL使溶解, 放冷, 通过D101型大孔树脂柱 (内径1.5cm, 长12cm), 以水50mL洗脱, 弃去水液, 再用40%乙醇30mL洗脱, 弃去洗脱液, 继用70%乙醇80mL洗脱, 收集洗脱液, 蒸干, 用甲醇溶解并转移至5mL量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得。

1.4 测定法: 精密吸取对照品溶液10μL、20μL, 供试品溶液20μL, 注入液相色谱仪, 测定, 以外标两点法对数方程计算, 即得。

外标两点法对数方程:

$$\text{Lg}A = a\text{Lg}C+b$$

式中:

A—峰面积;

C—浓度, mg/mL;

a—直线方程斜率;

b—直线方程截距。

1.5 结果计算

$$X = \frac{C \times V}{m} \times 100$$

式中：

X—样品中黄芪甲苷的含量，mg/100mL；

C—样品处理液中黄芪甲苷浓度，mg/mL；

V—样品处理液体积，mL；

m—取样量，mL。

2 阿魏酸的测定

2.1 色谱条件

2.1.1 色谱柱：C18，150mm×4.6mm，5 μ m。

2.1.2 流动相：乙腈-0.085%磷酸溶液（20:80）。

2.1.3 柱流速：1.0mL/min。

2.1.4 柱箱温度：30℃。

2.1.5 检测波长：320nm。

2.1.6 阿魏酸标准品：购自中国食品药品检定研究院，供含量测定用。

2.2 对照品溶液的配制：精密称取阿魏酸标准品适量，加甲醇制成每1mL含6 μ g的对照品溶液，摇匀，即得。

2.3 供试品溶液的配制：精密量取5.0mL样品于25mL容量瓶中，加甲醇20mL，超声处理60min，用甲醇定容至刻度，摇匀，取上清液，用0.22 μ m滤膜过滤，即得。

2.4 测定法：分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各10 μ L，注入液相色谱仪，测定，即得。

3 总皂苷的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

3.1 试剂

3.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂，Sigma化学公司、U. S. A.。

3.1.2 正丁醇：分析纯。

3.1.3 乙醇：分析纯。

3.1.4 中性氧化铝：层析用，100~200目。

3.1.5 人参皂苷Re：购自中国食品药品检定研究院。

3.1.6 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。

3.1.7 高氯酸：分析纯。

3.1.8 冰乙酸：分析纯。

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

3.2 仪器

3.2.1 比色计

3.2.2 层析柱

3.3 实验步骤

3.3.1 试样处理

3.3.1.1 固体试样：称取1.000g左右的试样（根据试样含人参量定），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，吸取上清液1.0mL进行柱层析。

3.3.1.2 液体试样：含乙醇的补酒类保健食品，吸取1.0mL试样放水浴挥干，用水浴溶解残渣，用此液进行柱层析。

非乙醇类的液体试样：吸取1.0mL试样（假如浓度高、或颜色深，需稀释一定体积后再取1.0mL）进行柱层析。

3.3.2 柱层析：用10mL注射器作层析管，内装3cm Amberlite-XAD-2大孔树脂，上加1cm中性氧化铝。先用25mL70%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已处理好的试样溶液（见3.3.1），用25mL水洗柱，弃去洗脱液，用25mL70%乙醇洗脱人参皂苷，收集洗脱液于蒸发皿中，置于60℃水浴挥干。以此作显色用。

3.3.3 显色：在上述已挥干的蒸发皿中准确加入0.2mL5%香草醛冰乙酸溶液，转动蒸发皿，使残渣都溶解，再加0.8mL高氯酸，混匀后移入5mL带塞刻度离心管中，60℃水浴上加热10min，取出，冰浴冷却后，准确加入冰乙酸5.0mL，摇匀后，以1cm比色池于560nm波长处与标准管一起进行比色测定。

3.3.4 标准管：吸取人参皂苷Re标准溶液（2.0mg/mL）100μL放蒸发皿中，放在水浴挥干（低于60℃），或热风吹干（勿使过热），以下操作从“3.3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

3.4 计算：

$$X = \frac{A1}{A2} \times C \times \frac{V}{m} \times \frac{100}{1000} \times \frac{1}{1000}$$

式中：

X—试样中总皂苷含量（以人参皂苷Re计），g/100g；

A1—被测液的吸光度值；

A2—标准液的吸光度值；

C—标准管人参皂苷Re的量，μg；

V—试样稀释体积，mL；

m—试样质量，g。

【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 口服混悬剂 口服乳剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 当归：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 黄芪：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 3. 枸杞子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 4. 玫瑰花：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 5. 蜂蜜：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 6. 女贞子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 7. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 8. 山梨酸钾：应符合GB 1886.39《食品安全国家标准 食品添加剂 山梨酸钾》的规定。
-