

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20060772

金补牌淫羊藿黄芪山药口服液

【原料】淫羊藿、黄芪、山药、杜仲、枸杞子、山楂、当归、茯苓、覆盆子、酸枣仁

【辅料】蜂蜜、山梨酸钾、纯化水

【生产工艺】本品经提取（加水煮沸提取2次，第1次10倍量水2h，第2次8倍量水1.5h）、浓缩、过滤、配制、湿热灭菌（121℃，30min）、灌装、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】钠钙玻璃药瓶应符合YBB00032004的规定；橡胶塞应符合YB B00042004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	具本品特有的滋味、气味，无其它异味
性状	澄清液体
杂质	无肉眼可见外来杂质

【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
pH值	3~5	《中华人民共和国药典》
可溶性固形物（折光计法），%	≥20	GB/T 12143
山梨酸，g/L	≤0.5	GB 5009.28
铅（以Pb计），mg/L	≤0.5	GB 5009.12
总砷(以As计)，mg/L	≤0.3	GB 5009.11
铜（以Cu计），mg/L	≤5	GB 5009.13
展青霉素，μg/kg	≤50	GB 5009.185

六六六, mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.1	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/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
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4

【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/g	≥0.4	1 粗多糖的测定
淫羊藿苷, mg/g	≥0.3	2 淫羊藿苷的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理：分子量大于10,000道尔顿的多糖经80%乙醇沉淀后，加入碱性铜试剂，选择性地从其他高分子物质中沉淀出葡聚糖，沉淀部分与苯酚-H₂SO₄反应，生成有色物质，在485nm条件下，有色物质的吸光度值与葡聚糖浓度成正比。

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

1.2.4 恒温水浴锅

1.3 试剂

除特殊说明外，实验用水为蒸馏水，试剂为分析纯。

1.3.1 80%乙醇：800mL无水乙醇加水200mL。

1.3.2 2.5mol/L NaOH溶液：100g NaOH加蒸馏水稀释至1L，加入固体无水硫酸钠至饱和。

1.3.3 铜试剂贮存液：称取3.0g CuSO₄·5H₂O、30.0g柠檬酸钠加水溶解至1L。溶液可贮存2周。

1.3.4 铜试剂溶液：取铜试剂贮存液50mL，加水50mL混匀后加入无水硫酸钠12.5g，临用新配。

1.3.5 洗涤液：取水50mL，加入10mL铜应用溶液、10mL 2.5mol/L NaOH溶液，混匀。

1.3.6 1.8mol/L H₂SO₄：取100mL浓硫酸用水稀释至1L。

1.3.7 20g/L苯酚溶液：称取2.0g苯酚，加水溶解并稀释至100mL，混匀，备用。

1.3.8 葡聚糖标准液：称取500mg葡聚糖（分子量500,000D）于称量皿中，105℃干燥4h至恒重，置于装有干燥硅胶的干燥器中冷却。准确称取100mg干燥后的葡聚糖，用水定容至100mL，葡聚糖标准液浓度为1.0mg/mL。

1.3.9 葡聚糖标准品从中国食品药品检定研究院购得。

1.3.10 葡聚糖标准应用液：吸取葡聚糖标准液10mL，用水稀释10倍，葡聚糖终浓度为0.1mg/mL。

1.4 样品处理

1.4.1 样品提取：取适量样品（约含葡聚糖60mg），加水定容至200mL（V₁），混匀后过滤，弃初滤液，

收集续滤液。

1.4.2 沉淀高分子物质：准确量取续滤液100mL (V_2)，置于烧杯中，加热浓缩至10mL，冷却后，加入无水乙醇40mL，将溶液转至离心管中以3000r/m离心5min，弃上清液，残渣用80%乙醇洗涤3次，残渣供沉淀葡聚糖之用。

1.4.3 沉淀葡聚糖：上述残渣用水溶解，并定容至50mL (V_3)，混匀后过滤，弃初始滤液后，取滤液2.0 mL (V_4)，加入2.5mol/L NaOH 2.0mL，铜试剂溶液2.0mL，沸水浴中煮沸2min，冷却后以3000r/m离心5min，弃上清液，残渣用洗涤液洗涤3次，供测定葡聚糖之用。

1.4.4 测定葡聚糖：上述残渣用2.0mL 1.8mol/L H_2SO_4 溶解，用水定容至100mL (V_5)。准确吸取2.0mL，置于25mL比色管中，加入1.0mL苯酚溶液、10mL浓硫酸，置沸水浴煮沸2min，冷却比色。从标准曲线上查得相应含量，计算粗多糖含量。

1.5 标准曲线的制备：精密吸取葡聚糖标准应用液0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00、1.50、2.00mL（分别相当于葡聚糖0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10、0.15、0.20mg），补充水至2.0mL，加入苯酚溶液1.0mL、浓硫酸10mL，混匀，置沸水浴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，测定吸光度值（A），以葡聚糖浓度为横坐标，A为纵坐标绘制标准曲线。

1.6 结果计算

$$X = \frac{C \times V_1 \times V_3 \times V_5}{m \times V_2 \times V_4}$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡聚糖计），mg/g；

C—样品测定液中葡聚糖的含量，mg/mL；

m—样品称取量，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解液体积，mL；

V_5 —测定液定容总体积，mL。

2 淫羊藿苷的测定

2.1 试剂

2.1.1 乙腈：色谱纯

2.1.2 甲醇：色谱纯

2.1.3 70%乙醇：用95%乙醇（分析纯）加去离子水配制

2.1.4 去离子水

2.1.5 对照品溶液：精密称取淫羊藿苷对照品0.050g，甲醇溶解并定容至10mL容量瓶，作为储备液；取1.0mL储备液，用甲醇定容至50mL，作为标准曲线储备液；取标准曲线储备液1.0mL，加甲醇定容至5mL，制成每1mL含0.02mg淫羊藿苷的溶液，即得。

2.1.6 淫羊藿苷标准品：中国食品药品检定研究院。

2.2 仪器

2.2.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）（Waters 2695）

2.2.2 超声波清洗仪

2.2.3 离心机

2.3 样品处理：称取一定量（约0.60g）样品于100mL容量瓶中，加入约70%乙醇溶液，定容至刻度，摇匀，取清液用0.45μm微孔滤头过滤后供液相色谱分析用。

2.4 色谱条件

2.4.1 色谱柱：Hypersil ODS2。

2.4.2 流动相：乙腈-水=30:70。

2.4.3 流速：0.8mL/min。

2.4.4 检测波长：270nm。

2.4.5 柱温：30℃。

2.4.6 进样量：10μL。

- 2.5 标准曲线的绘制：分别吸取标准曲线储备液0.5、1.0、1.5、2.0、2.5mL于10mL容量瓶中，用甲醇定容，摇匀。各取10μL，注入液相色谱仪，以峰面积对浓度绘制标准曲线。
- 2.6 样品测定：分别取对照品溶液与供试品溶液各10μL，注入液相色谱仪，外标法测定，计算结果。

【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. 淫羊藿、黄芪、山药、杜仲、枸杞子、山楂、当归、茯苓、覆盆子、酸枣仁、纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 蜂蜜：应符合GH/T 18796《蜂蜜》的规定。
 3. 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。
-