

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20090429

盛坤牌雨诺口服液

【原料】 火麻仁、沙棘、柏子仁、青皮、水苏糖、蜂蜜

【辅料】 苯甲酸钠、纯化水

【生产工艺】 本品经提取（柏子仁、火麻仁、沙棘、青皮加70%乙醇回流提取3次，每次5倍溶剂1h，过滤，合并滤液）、浓缩、配制、过滤、灌装、流通蒸汽灭菌（100℃，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；口服液体瓶铝塑组合盖应符合YY 0131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	黄褐色至棕褐色
滋味、气味	味微甜，具中药气味，无异味
性状	液体，允许有少量沉淀
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【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	4.00~6.00	《中华人民共和国药典》
可溶性固形物，%	≥30	GB 12143
铅（以Pb计），mg/L	≤0.5	GB 5009.12
总砷（以As计），mg/L	≤0.3	GB 5009.11
总汞（以Hg计），mg/L	≤0.3	GB 5009.17
六六六，mg/L	≤0.1	GB/T 5009.19

滴滴涕, mg/L	≤0.1	GB/T 5009.19
苯甲酸钠, %	≤0.1	GB 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	≤0/25mL	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	≤0/25mL	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
总黄酮（以芦丁计），mg/100mL	≥105	1 总黄酮的测定
低聚糖（以水苏糖、棉子糖计），g/100mL	≥9.5	2 异麦芽低聚糖、低聚果糖、大豆低聚糖的测定

1 总黄酮的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

1.1 试剂

1.1.1 聚酰胺粉

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

1.1.3 乙醇：分析纯。

1.1.4 甲醇：分析纯。

1.2 分析步骤

1.2.1 试样处理：称取一定量的试样，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苯洗，苯液弃去，然后用甲醇洗脱黄酮，定容至25mL。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。

1.2.2 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。

1.3 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/100g；

A—由标准曲线算得被测液中黄酮量，μg；

M—试样质量，g；

V₁—测定用试样体积，mL；

V_2 —试样定容总体积, mL。

计算结果保留二位有效数字。

2 异麦芽低聚糖、低聚果糖、大豆低聚糖的测定 (来源于《保健食品检验与评价技术规范》(2003年版))

2.1 范围

本方法规定了保健食品中异麦芽低聚糖、低聚果糖、大豆低聚糖的测定方法。

本方法适用于保健食品(糖浆、糖粉、饮料、奶粉)中异麦芽低聚糖、低聚果糖、大豆低聚糖的含量测定。

本方法最低检出量: 异麦芽糖 $2\mu\text{g}$; 潘糖 $5\mu\text{g}$; 异麦芽三糖 $10\mu\text{g}$; 蔗果三糖(GF_2) $5\mu\text{g}$; 蔗果四糖(GF_3) $5\mu\text{g}$; 蔗果五糖(GF_4) $10\mu\text{g}$; 棉籽糖 $20\mu\text{g}$; 水苏糖 $30\mu\text{g}$ 。

2.2 原理: 试样除去蛋白后, 离心、脱色, 用液相色谱分析, 用 NH_2 柱分离, 示差检测器测定, 外标法定量。

2.3 试剂

除特殊说明, 所用试剂均为分析纯。实验用水为去离子水或同等纯度的蒸馏水。

2.3.1 乙腈: 色谱纯。

2.3.2 无水乙醇。

2.3.3 麦芽糖、异麦芽糖、潘糖、麦芽三糖、异麦芽三糖、棉籽糖、水苏糖(含量 $\geq 98\%$)。

2.3.4 低聚果糖(总含量 $\geq 96\%$, 其中 GF_2 38%, GF_3 51%, GF_4 7%)。

2.3.5 麦芽糖、异麦芽糖混合标准溶液: 分别称取麦芽糖 10.0mg 、异麦芽糖 15.0mg 、潘糖 9.0mg 、麦芽三糖 15.0mg 、异麦芽三糖 12.0mg 、用水溶解并定容至 1.0mL 。将此溶液逐级稀释成下列浓度:

标准溶液名称: 麦芽糖、异麦芽糖、潘糖、 麦芽三糖、异麦芽三糖 (mg/mL)

1	0.50	0.75	0.45	0.75	0.60
2	1.00	1.50	0.90	1.50	1.20
3	2.00	3.00	1.80	3.00	2.40
4	10.00	15.00	9.00	15.00	12.00

2.3.6 低聚果糖标准溶液: 精密称取含 GF_2 38%、 GF_3 51%、 GF_4 7%的低聚果糖标准品 0.0500g , 用水溶解并定容至 2.50mL 。将此液逐级稀释成下列浓度:

标准溶液名称: GF_2 、 GF_3 、 GF_4 (mg/mL)

1	1.50	2.00	0.30
2	3.00	4.00	0.60
3	4.50	6.00	0.90
4	6.00	8.00	1.20
5	7.50	10.00	1.40

2.3.7 棉籽糖、水苏糖标准溶液: 精密称取棉籽糖 0.0400g 、水苏糖 0.0600g , 用水溶解并定容至 4.0mL 。将此液逐级稀释成下列浓度:

标准溶液名称: 棉籽糖 水苏糖 (mg/mL)

1	2.0	3.0
2	4.0	6.0
3	6.0	9.0
4	8.0	12.0
5	10.0	15.0

由于试样中程度不同的含有葡萄糖、果糖、蔗糖、乳糖, 所以在配制标准应用液时可加入适量的葡萄糖、果糖、蔗糖、乳糖, 主要是用于定性。

将各标准系列注入高效液相色谱仪进行测定, 绘制标准工作曲线。

2.4 仪器

2.4.1 高效液相色谱仪(附带示差检测器)。

2.4.2 离心机: $10000\text{r}/\text{min}$ 。

2.4.3 分析天平: $1/10000$ 。

2.4.4 分析天平: $1/1000$ 。

2.5 分析步骤

2.5.1 试样制备

2.5.1.1 糖浆和糖粉：称取1.0000g糖浆或0.2000g糖粉，用水稀释或溶解，并定容置10.0mL，摇匀，溶液过0.45μm滤膜，滤液用于HPLC测定。

2.5.1.2 不含乳液体饮料：饮料直接离心，上清液过0.45μm滤膜，滤液用于HPLC测定。

2.5.1.3 含乳液体饮料：取10.0mL试样放入烧杯中，加无水乙醇30mL，搅拌混匀，放置5min，离心，取上清液20 mL在沸水浴上挥发近干。残液用水溶解并定容至5-10 mL，溶液过0.45μm滤膜，滤液用于HPLC测定。

2.5.1.4 奶粉：称取2.000g试样，放入200mL烧杯中，加水15.0mL溶解，再加45.0mL无水乙醇，搅匀，放置5min，离心，取上清液30.0mL在沸水浴上挥发近干，残液用水溶解并定容至一定体积，溶液过0.45μm滤膜，滤液用于HPLC测定。

2.5.2 高效液相色谱参考条件

2.5.2.1 色谱柱：不锈钢柱，内径4.6mm×300mm反相氨基柱，粒径5μm。

2.5.2.2 柱温：45℃，检测室40℃。

2.5.2.3 流动相：乙腈+水=76+24。

2.5.2.4 流量：1.5mL/min。

2.5.2.5 灵敏度：64。

2.5.2.6 进样量：20μL。

2.5.2.7 在上述色谱条件下注入标准溶液和试样溶液，以保留时间定性，外标法定量。

2.6 分析结果的表述

2.6.1 计算

$$X = \frac{A \times C_i \times V}{A_i \times m \times 1/2}$$

式中：

X—试样中某低聚糖的含量，g/kg（g/L）；

A—试样的峰面积或峰高；

C_i—单一低聚糖标准溶液的浓度，mg/mL；

A_i—标准溶液的峰面积或峰高；

m—试样质量，g（mL）；

V—试样定容体积，mL。

2.6.2 结果表示：结果保留两位有效数字。

注：功能性异麦芽低聚糖的含量以异麦芽糖、潘糖、异麦芽三糖计。

2.7 允许差：同一实验室，平行测定两次结果的相对偏差不得超过10%。

2.8 准确度

2.8.1 准确度以回收率表示。

2.8.2 将某种低聚糖加入糖浆、饮料或奶粉中，做回收率实验，回收率应在90~104%范围内。

2.9 正相氨基色谱柱转换为反相氨基色谱柱的步骤以产品说明书为准。

【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. 柏子仁、火麻仁、沙棘、青皮、蜂蜜、纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 水苏糖：应符合QB/T 4260《水苏糖》的规定。

3. 苯甲酸钠：应符合GB 1886.184《食品安全国家标准 食品添加剂 苯甲酸钠》的规定。