

国家市场监督管理总局 保健食品产品技术要求

国食健注G20230053

靖和牌铁皮石斛西洋参玛咖胶囊

【原料】 铁皮石斛、西洋参、玛咖粉

【辅料】 无

【生产工艺】 本品经提取（铁皮石斛、西洋参，加15倍量水煎煮提取3次，每次1.5h）、过滤、浓缩、真空干燥（60-70℃，-0.07~-0.08MPa）、粉碎、过筛、混合、装囊、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】 口服固体药用高密度聚乙烯瓶应符合YBB00122002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	内容物呈淡灰色至灰黄色
滋味、气味	具本品特有滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁；内容物为粉末
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
崩解时限, min	≤60	《中华人民共和国药典》
水分, %	≤9.0	GB 5009.3
灰分, %	≤8.0	GB 5009.4
铅(以Pb计), mg/kg	≤2.0	GB 5009.12
总砷(以As计), mg/kg	≤1.0	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
------------	------	--------------

【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/g	≤30000	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/g	≤0.92	GB 4789.3 “MPN计数法”
霉菌和酵母, CFU/g	≤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
总皂苷（以人参皂苷Re计）， g/100g	≥0.45	1 总皂苷的测定
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥3.0	2 粗多糖的测定

1 总皂苷的测定

1.1 试剂

- 1.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂, Sigma化学公司、USA。
- 1.1.2 正丁醇: 分析纯。
- 1.1.3 乙醇: 分析纯。
- 1.1.4 中性氧化铝: 层析用, 100 -200目。
- 1.1.5 标准品: 人参皂苷Re (购自中国食品药品检定研究院)
- 1.1.6 香草醛溶液: 称取5g香草醛, 加冰乙酸溶解并定容至100mL。
- 1.1.7 高氯酸: 分析纯。
- 1.1.8 冰乙酸: 分析纯。

1.2 仪器

- 1.2.1 比色计。
- 1.2.2 层析柱。

1.3 标准品溶液制备: 精确称取人参皂苷Re标准品0.020g, 用甲醇溶解并定容至10.0 mL, 即每毫升含人参皂苷Re 2.0 mg。

1.4 样品处理: 称取1.000g左右的试样, 置于100mL容量瓶中, 加少量水, 超声30min, 再用水定容至100 mL, 摇匀, 放置, 吸取上清液1.0mL进行柱层析。

1.5 柱层析: 用10mL注射器作层析管, 内装3cmAmberlite-XAD-2大孔树脂上加1cm中性氧化铝。先用25mL 70%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1.4), 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。

1.6 显色: 在上述已挥干的蒸发皿中准确加入0.2mL 5%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。

1.7 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“1.5 柱层析…”起, 与试样相同。测定吸光度值。

1.8 结果计算

$$X = \frac{A_1 \times C \times V \times 100 \times 1}{A_2 \times m \times 1000 \times 1000}$$

式中：

X—试样中总皂苷的含量（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。

2 粗多糖的测定

2.1 试剂

本方法所用试剂除特殊注明外，均为分析纯；所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

2.1.1 乙醇溶液（80%）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

2.1.2 氢氧化钠溶液（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。

2.1.3 铜试剂储备液：称取3.0g CuSO₄·5H₂O，30.0g枸橼酸钠，加水溶解并稀释1L，混匀、备用。

2.1.4 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。

2.1.5 洗涤剂：取水50mL，加入10mL铜试剂溶液，50mL氢氧化钠溶液，混匀。

2.1.6 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。

2.1.7 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一个月。

2.1.8 葡萄糖标准储备液：精密称取干燥至恒重的葡萄糖标准品0.5000g，加水溶解，并定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液1mL含10.0mg葡萄糖。

2.1.9 葡萄糖标准使用液：吸取葡萄糖标准储备液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含葡萄糖0.10mg。

2.2 仪器

2.2.1 分光光度计。

2.2.2 离心机（3000r/min）。

2.2.3 旋涡混合器。

2.3 测定步骤

2.3.1 标准曲线的制备：精密吸取葡萄糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL（相当于葡萄糖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。以葡萄糖浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

2.3.2 样品处理

2.3.2.1 样品提取：称取混合均匀的样品2.0g，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，于沸水浴上加热2h，冷却至室温后补加水至刻度，混匀后，过滤，弃去初滤液，收集余下滤液共沉淀多糖。

2.3.2.2 沉淀粗多糖：精密取2.3.2.1项下滤液5.0mL，置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀5min后，以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用80%（体积分数）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5.0mL，混匀后，供沉淀葡聚糖。

2.3.2.3 沉淀葡聚糖：精密取2.3.2.2项下溶液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，冷却后以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用洗涤剂数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复3次操作后，残渣用10%（体积分数）硫酸溶液2.0mL溶解并转移至50mL容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。此溶液为样品测定液。

2.3.3 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后，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。从标准线上查出葡萄糖含量，计算

样品中粗多糖含量。同时作样品空白实验。

2.4 结果计算

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

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），mg/g；

m₁—样品测定液中葡萄糖的质量，mg；

m₂—样品空白液中葡萄糖的质量，mg；

m₃—样品质量，g；

V₁—样品提取液总体积，mL；

V₂—沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；

V₃—粗多糖溶液体积，mL；

V₄—沉淀葡聚糖所用粗多糖溶液体积，mL；

V₅—样品测定液总体积，mL；

V₆—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】 应符合《中华人民共和国药典》中“制剂通则”项下“胶囊剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 铁皮石斛：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 西洋参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

3. 玛咖粉：应符合《关于批准玛咖粉作为新资源食品的公告》（2011年第13号）及下表的规定

项 目	指 标
灰分，%	≤8.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.0
总砷（以As计），mg/kg	≤0.5
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤30000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g