

附2

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20230092

龙枫牌铁皮石斛西洋参颗粒

【原料】 铁皮石斛、西洋参提取物

【辅料】 麦芽糖醇

【生产工艺】 本品经粉碎、提取（铁皮石斛，30倍量水98-100℃提取3次，每次3h）、过滤、浓缩、制粒、混合、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】

聚酯/铝/聚乙烯药用复合膜应符合YBB00172002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	浅褐色至褐色
滋味、气味	具有本品特有的滋味和气味，无异味
性状	颗粒状，无结块、无霉变
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
水分，%	≤5.0	GB 5009.3
灰分，%	≤5.0	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
粒度（不能通过一号筛与能通过	≤15	《中华人民共和国药典》

五号筛的总和), %		
溶性	应全部溶化或轻微浑浊	《中华人民共和国药典》

【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
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 (以葡萄糖计), g/100g	≥6.0	1 粗多糖的测定
总皂苷 (以人参皂苷Re计), g/100g	≥3.0	2 总皂苷的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理: 多糖经乙醇沉淀分离后, 去除其他可溶性糖及杂质的干扰, 再与苯酚-硫酸作用成橙红色化合物, 其呈色强度与溶液中糖的浓度成正比, 在485nm波长下比色定量。

1.2 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。

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

1.2.2 浓硫酸 (比重1.84)。

1.2.3 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。

1.2.4 无水葡萄糖: 纯度99.5%, 购自中国食品药品检定研究院。

1.2.5 葡萄糖标准液: 准确称取干燥至恒重的葡萄糖0.5000g, 加水溶解, 并定容至50mL, 此溶液1mL含10.0mg葡萄糖, 用前稀释100倍为使用液 (0.1mg/mL)。

1.3 仪器

1.3.1 分光光度计。

1.3.2 离心机: 3000r/min。

1.3.3 旋转混匀器

1.4 标准曲线的绘制: 精密吸取葡萄糖标准使用液0、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL (相当于葡萄糖0、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10mg) 分别置于具塞试管中, 准确补水至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5.0mL, 慢慢上下颠倒具塞试管3次, 将具塞试管置于沸水浴中煮沸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。

1.5 样品处理

1.5.1 样品提取：取样品研细，称取样品1.0g，置于250mL锥形瓶中，加水80mL，于沸水浴上加热2h，取出冷却至室温，转移至100mL容量瓶中，加水定容至刻度（ V_1 ），混匀，过滤，弃去初滤液，收集余下滤液供沉淀多糖。

1.5.2 沉淀粗多糖：准确吸取1.5.1项终滤液2.0mL（ V_2 ）置于离心管中，加入95%乙醇8.0mL，混匀，以3000r/min离心5min，弃上清液。残渣用80%（体积分数）乙醇洗涤，3000r/min离心5min弃上清液，重复洗涤3次。最后，残渣用水溶解并定容至10.0mL（ V_3 ），混匀。

1.6 样品测定：准确吸取样品测定液适量（ V_4 ）置于具塞试管中，准确补充水至2.0mL，然后按1.4法测定吸光度值。从标准曲线上查出葡萄糖含量，计算样品中粗多糖含量，同时做样品空白实验。

1.7 结果计算

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

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），mg/g；

m_1 —样品测定液中葡萄糖的质量，mg；

m_2 —样品空白液中葡萄糖质量，mg；

m_3 —样品质量，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 —测定用样品测定液总体积，mL。

2 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））

2.1 试剂

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

2.1.2 正丁醇：分析纯。

2.1.3 乙醇：分析纯。

2.1.4 中性氧化铝：层析用，100~200目。

2.1.5 人参皂苷Re：购自中国食品药品检定研究院。

2.1.6 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。

2.1.7 高氯酸：分析纯

2.1.8 冰乙酸：分析纯

2.1.9 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。

2.2 仪器

2.2.1 比色计

2.2.2 层析柱

2.3 实验步骤

2.3.1 试样处理

2.3.1.1 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。

2.3.1.2 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。

2.3.2 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2.3.1），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。

2.3.3 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。

2.3.4 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“2.3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

2.4 计算：

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

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。

计算结果保留二位有效数字。

【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“颗粒剂”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. 西洋参提取物

项 目	指 标
来源	西洋参
制法	经配料、粗碎、提取（第一次加8倍量80%乙醇70~75℃提取2h，第二次加6倍量80%乙醇70~75℃提取1.5h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度180℃，出风温度90℃）、过筛、混合、包装等主要工艺制成
提取率，%	18~20
感官要求	黄色至棕黄色粉末、具有本品特有的气味，味苦、无肉眼可见的外来杂质
总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥15.0
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
粒度（60目），%	≥95
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

3. 麦芽糖醇：应符合GB 28307《食品安全国家标准 食品添加剂 麦芽糖醇和麦芽糖醇液》的规定。