

国家市场监督管理总局

保健食品产品技术要求

国食健注G20230097

五养[®]铁皮石斛西洋参红景天颗粒

【原料】 铁皮石斛（鲜）、西洋参、红景天

【辅料】 葡萄糖

【生产工艺】 本品经提取（西洋参、红景天，15倍量65%（v/v）的酒精75℃提取3h；醇提渣、铁皮石斛，20倍饮用水100℃提取3次，每次3h）、过滤、浓缩、灭菌（100℃，30min）、喷雾干燥（进风温度190~210℃，出风温度90~110℃）、混合、制粒、干燥、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】 铝箔卷材应符合GB/T 28118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	浅咖啡色至咖啡色
滋味、气味	具本品应有的滋味、气味，无异味
性状	颗粒状
杂质	无正常视力可见外来异物

【鉴别】

1 铁皮石斛的鉴别

取本品3g，加甲醇50mL，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水15mL使溶解，用石油醚（60~90℃）洗涤2次，每次20mL，弃去石油醚液，水液用乙酸乙酯洗涤2次，每次20mL，弃去洗液，用水饱和的正丁醇振摇提取2次，每次20mL，合并正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇1mL使溶解，作为供试品溶液。另取铁皮石斛对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照《中华人民共和国药典》薄层色谱法试验，吸取上述两种溶液各2~5μL，分别点于同一聚酰胺薄膜上，使成条状，以乙醇丁酮乙酰丙酮水（15：15：5：85）为展开剂，展开，取出，烘干，喷以三氯化铝试液，在105℃烘约3分钟，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

2 西洋参的鉴别

取本品3g，加甲醇25mL，加热回流30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水20mL使溶解，加水饱和的正丁醇振摇提取2次，每次25mL，合并正丁醇提取液，用水洗涤2次，每次10mL，分取正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇4mL使溶解，作为供试品溶液。另取西洋参对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取拟人参皂苷F11对照品、人参皂苷Rb1对照品、人参皂苷Re对照品、人参皂苷Rg1对照品，加甲醇制成每1mL各含2mg的溶液，作为对照品溶液。照《中华人民共和国药典》薄层色谱法试验，吸取上述六种溶液各2μL，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15：40：22：10）5~10℃放置12小时的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，分别置日光和紫外光

灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,分别显相同颜色的斑点或荧光斑点。

3 红景天的鉴别

取本品2g,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇10mL,密塞,称定重量,超声处理30分钟,放冷,摇匀,滤过,取续滤液,作为供试品溶液。取红景天苷对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1mL含0.5mg的溶液,作为对照品溶液。照《中华人民共和国药典》薄层色谱法试验,吸取对照品溶液和供试品溶液各10 μ L,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-丙酮-水(6:3:1:1)的下层溶液为展开剂,展开,展距18cm,取出,晾干,置碘蒸气中熏。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

【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, %	≤ 6.0	GB 5009.3
灰分, %	≤ 5.0	GB 5009.4
六六六, mg/kg	≤ 0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤ 0.2	GB/T 5009.19
铅(以Pb计), mg/kg	≤ 1.0	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五号筛的总和不得超过15%	《中华人民共和国药典》
溶化性	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
沙门氏菌	$\leq 0/25g$	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25g$	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
-----	-----	------

粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥6.0	1 粗多糖的测定
红景天苷（以红景天苷计），mg/100g	≥120	2 红景天苷的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥2.0	3 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，其成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 仪器

1.2.1 离心机：4000 r/min。

1.2.2 分光光度计。

1.2.3 水浴锅。

1.2.4 漩涡混合器。

1.3 试剂

1.3.1 无水乙醇。

1.3.2 80%（V/V）乙醇溶液。

1.3.3 浓硫酸（纯度95.5%，比重1.84）。

1.3.4 葡萄糖标准溶液：准确称取干燥至恒重的分析纯葡萄糖0.5000g，加水溶解，并定容至50mL，此溶液1mL含10mg葡萄糖，用前稀释100倍为使用液（0.1mg/mL）。

1.3.5 5%的苯酚溶液（W/V）：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。

（注：本方法所用的试剂除特殊注明外，均为分析纯；所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。）

1.4 方法

1.4.1 标准曲线的绘制：准确吸取葡萄糖标准使用液0 mL，0.2 mL，0.4 mL，0.6mL，0.8mL，1.0mL相当于葡萄糖0mg、0.02mg、0.04mg、0.06mg、0.08mg、0.1mg）置于25mL比色管中，补加水至2.0mL，混匀，加入5%苯酚溶液1.0mL，在漩涡混合器上混匀，小心加入浓硫酸10 mL，在漩涡混合器上小心混匀，在沸水浴中加热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，以葡萄糖质量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

1.4.2 样品处理和测定

1.4.2.1 样品提取：准确称取样品0.5g（W），溶解转移到100 mL容量瓶中，加水80mL左右，于沸水浴上加热1小时，冷却至室温后定容至刻度（V₁），混匀后过滤，弃去初滤液，收集余下滤液供沉淀粗多糖。

1.4.2.2 沉淀粗多糖：准确吸取上滤液5.0 mL（V₂），置于50 mL离心管中，加入无水乙醇20 mL，混匀，于4℃冰箱静置4小时以上，以4000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用80%（V/V）乙醇溶液数毫升洗涤，离心后弃去上清，反复操作3次。残渣用水溶解并转移定容到25mL（记为V₃）。

1.4.2.3 样品测定：准确吸取上液1.0mL（V₄）（含糖0.02-0.08mg）（若多糖量过高或过低使光密度OD_测超过0.3-0.7的最佳范围，酌情增减样品液的吸取量，但不得超过2mL，若超过则需要增加样品称取量，即增加W的称取量），补加水至2.00mL，混匀，然后按1.4.1方法测定吸光度值。从标准曲线上查出葡萄糖含量M，计算样品中粗多糖含量。

注：粗多糖测定最终报告结果要标示以葡萄糖计或葡聚糖计。如果用葡萄糖作对照品，若粗多糖的计算结果以葡聚糖计应乘以0.9，如果粗多糖的计算结果以葡萄糖计就不用乘以0.9。

1.4.3 结果计算

$$X = \frac{M \times V_1 \times V_3}{W \times V_2 \times V_4 \times 10}$$

式中：

X—样品中粗多糖（以葡萄糖计）含量，g/100g；

M—样品测定液中葡萄糖的质量，mg

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；

- V_3 —粗多糖溶液体积, mL;
 V_4 —测定用样品液体积, mL;
W—称取样品的质量, g。

2 红景天苷的测定 (来源于《保健食品检验与评价技术规范》(2003年版))

第一法 高效液相色谱法

2.1 范围

本方法规定了保健食品中红景天苷的测定方法。

本方法适用于以红景天为主要原料的保健食品中红景天苷的测定。

本方法的检出限: 0.02 μ g。

本方法的线性范围: 0.01~0.50 μ g/mL。

2.2 原理: 将混匀的试样使用甲醇进行提取, 根据高效液相色谱紫外检测器定性定量检测。

2.3 试剂

除非另有说明, 在分析中仅使用双蒸水。

2.3.1 乙酸钠: 分析纯。

2.3.2 甲醇: 优级纯。

2.3.3 石油醚: 分析纯。

2.3.4 红景天苷标准溶液: 准确称量红景天苷标准品0.0200g, 加入甲醇溶解并定容至10mL。此溶液每mL含2.0mg红景天苷。

2.4 仪器

2.4.1 高效液相色谱仪: 附紫外检测器 (UV)。

2.4.2 超声波清洗器。

2.4.3 离心机。

2.5 分析步骤

2.5.1 试样处理

2.5.1.1 液体试样: 准确量取摇匀后的液体试样20mL于50mL容量瓶中, 先加入25mL甲醇, 超声10min后用甲醇定容至刻度, 混匀, 经0.45 μ m滤膜过滤后供液相色谱分析用。

2.5.1.2 固体试样: 取20粒以上片剂或胶囊试样进行粉碎混匀, 准确称取适量试样 (精确至0.001g) 于50mL容量瓶中, 加入甲醇, 超声提取10min。取出后加入甲醇定容至刻度, 混匀后以3000r/min离心3min。经0.45 μ m滤膜过滤后供液相色谱分析用。

2.5.2 液相色谱参考条件

2.5.2.1 色谱柱: C_{18} 柱, 4.6 \times 250mm, 5 μ m。

2.5.2.2 柱温: 室温。

2.5.2.3 紫外检测器: 检测波长215nm。

2.5.2.4 流动相: 甲醇:0.02mol/L乙酸钠溶液=9:91。

2.5.2.5 流速: 1.0mL/min。

2.5.2.6 进样量: 10 μ L。

2.5.2.7 色谱分析: 取10 μ L标准溶液及试样溶液注入色谱仪中, 以保留时间定性, 以试样峰高或峰面积与标准比较定量。

2.5.3 标准曲线制备: 分别配制浓度为0.0、0.01、0.02、0.05、0.20、0.50 μ g/mL红景天苷标准溶液, 在给定的仪器条件下进行液相色谱分析, 以峰高或峰面积对浓度作标准曲线。

2.5.4 分析结果的表示

2.5.4.1 计算

$$X = \frac{h_1 \times C \times V}{h_2 \times m \times 1000}$$

式中:

X—试样中红景天苷的含量, mg/g;

h_1 —试样峰高或峰面积;

C—标准溶液浓度, μ g/mL;

V—试样定容体积, mL;

h_2 —标准溶液峰高或峰面积;

m—试样质量，g。

计算结果保留三位有效数字。

2.6 技术参数

准确度：方法的回收率在91.7%~98.6%之间。

允许差：在重复性条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的±10%。

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

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

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（鲜）

项 目	指 标
来源	兰科植物铁皮石斛 <i>Dendrobium officinale</i> Kimura et Migo 的新鲜茎
感官要求	呈圆柱形，直径0.2~0.4cm。表面黄绿色，有时可见淡紫色斑点，光滑或有纵纹，节明显，色较深，节上可见带紫色斑点的膜质叶鞘。质柔软，肉质状，易折断，断面黄绿色。气微，微淡，嚼之有黏性。
鉴别	(1) 横切面：同《中华人民共和国药典》铁皮石斛 (2) 薄层色谱：取本品于60℃干燥后，其他同《中华人民共和国药典》铁皮石斛
总灰分，%	取本品于60℃干燥后，其他同《中华人民共和国药典》铁皮石斛，以干燥品计，≤6.0
浸出物，%	取本品于60℃干燥后，其他同《中华人民共和国药典》铁皮石斛，以干燥品计，≥5.0
多糖，%	取本品于60℃干燥后，其他同《中华人民共和国药典》铁皮石斛，以干燥品计，含铁皮石斛多糖（以无水葡萄糖计 $C_6H_{12}O_6$ 计），≥25.0

- 2. 西洋参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 - 3. 红景天：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 - 4. 葡萄糖：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-