

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20220101

圣斛牌铁皮石斛红景天胶囊

【原料】 铁皮石斛、红景天

【辅料】 糊精、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经提取（铁皮石斛,加水煎煮3次，分别12倍量2h、10倍量1h、10倍量1h；红景天，12倍量水煎煮2次，分别2h、1h）、过滤、浓缩、制粒、干燥、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	内容物呈棕色至深棕色
气味、滋味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，外观完整光洁，无粘连、变形，内容物为颗粒
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	≤30	《中华人民共和国药典》（加挡板）
水分, %	≤9	GB 5009.3
灰分, %	≤7	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	≤0.2	GB/T 5009.19

滴滴涕, mg/kg	≤0.2	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
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥3.5	1 粗多糖的测定
红景天苷, mg/100g	≥110	2 红景天苷的测定

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

1.2.1 无水乙醇。

1.2.2 80%（V/V）乙醇溶液：取无水乙醇80mL，置于20mL水中，摇匀。

1.2.3 葡萄糖标准液：准确称取干燥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）。

1.2.4 5%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。

1.2.5 浓硫酸（比重1.84）；

1.2.6 0.2mol/L磷酸盐缓冲液（pH6.5）：31.5mL（0.2mol/L）磷酸氢二钠与68.5mL（0.2mol/L）磷酸二氢钠混合。

1.3 仪器

1.3.1 离心机：4000r/min。

1.3.2 离心管：50mL。

1.3.3 分光光度计。

1.3.4 水浴锅。

1.3.5 旋涡混合器。

1.4 操作步骤

1.4.1 试样处理

1.4.1.1 样品提取：取本品内容物适量，研磨混合均匀，取粉末1.0g（可根据多糖含量调整），精密称定，置于100mL容量瓶中，加水约80mL，于沸水浴中加热1h，冷却至室温后，补加水至刻度（V₁），混匀，滤过，取续滤液。

1.4.1.2 处理样品中糊精：精密量取前续滤液50mL，置于100mL具塞锥形瓶中，冷却至60℃以下，加0.2mol/L磷酸盐缓冲液0.5mL，再加0.5g糖化酶于60℃以下水解60min后取出，于电炉上小心加热至沸（灭酶），冷却，定容，滤过，弃去初滤液，收集余下滤液供沉淀粗多糖。

1.4.1.3 沉淀粗多糖：精密吸取上滤液2.0mL (V_2)，置于50mL离心管中，加入无水乙醇8mL，混匀，于4℃静置过夜，以3600r/min离心6min，弃去上清液，残渣用80% (V/V) 乙醇溶液3mL洗涤，离心后弃去上清液，反复操作2次，残渣用2mL水溶解并定容至50mL (V_3 ，可根据样品浓度调整体积)，作为粗多糖溶液。

1.4.2 标准曲线的绘制：准确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）置于10mL比色管中，加水至1.0mL，加入5%苯酚溶液0.5mL，在旋涡混合器上混匀，小心加入浓硫酸5.0mL，在旋涡混合器上小心混匀，置沸水浴中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。以各测定液中葡萄糖质量为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

1.4.3 样品测定：准确吸取粗多糖溶液1.0mL (V_4) 置于10mL比色管中，按1.4.2项下，自“加入5%苯酚溶液0.5mL”起，依法操作，测定吸光度值。从标准曲线上查出测定液中葡萄糖的质量，计算样品中粗多糖含量。

1.5 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times V_1 \times V_3}{m_2 \times V_2 \times V_4} \times 100$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），mg/100g；

m_1 —测定用样品液中葡萄糖的质量，mg；

m_2 —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 —测定用样品液体积，mL。

2 红景天苷的测定

2.1 试剂

2.1.1 甲醇：色谱纯。

2.1.2 乙酸钠：分析纯。

2.1.3 水：超纯水。

2.1.4 红景天苷对照品：来源于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。

2.2.2 超声波清洗仪（200W，40KHz）。

2.2.3 分析天平（十万分之一）。

2.3 分析步骤

2.3.1 色谱条件

2.3.1.1 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（参考色谱柱：NUCLEODUR C_{18} Pyramid，4.6×250mm，5μm）。

2.3.1.2 流动相：甲醇：0.02mol/L乙酸钠溶液（9：91）。

2.3.1.3 检测波长：215nm。

2.3.2 对照品储备液的制备：取红景天苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1mL含红景天苷0.2mg的溶液，摇匀，即得。

2.3.3 标准曲线的制备：分别精密量取上述对照品储备液0.5、1、1.5、2、4、5mL，分别置10mL量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀。

2.3.4 供试品溶液的制备：取本品内容物适量，研细，取约0.5g（可根据样品浓度调整），精密称定，置50mL容量瓶中，加50%甲醇40mL超声（200W，40KHz）提取30min，取出放冷，加50%甲醇至刻度，摇匀，经0.45μm滤膜过滤后供液相色谱分析用。

2.3.5 测定：分别精密吸取上述标准曲线项下各对照品溶液和供试品溶液各10μL，注入液相色谱仪，测定，记录峰面积。以标准曲线项下各对照品溶液的浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，从标准曲线查得供试品溶液中红景天苷的浓度，计算样品中红景天苷的含量。

2.4 结果计算

$$X = \frac{C \times 50 \times 100}{1000 \times M}$$

式中：

X—样品中红景天苷的含量，g/100g；

C—由标准曲线查得的供试品溶液中红景天苷的浓度，mg/mL；

M—试样称取的质量，g。

【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. 红景天：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 3. 糊精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 4. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-