

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20220105

依源牌铁皮石斛绞股蓝胶囊

- 【原料】 绞股蓝、铁皮石斛
- 【辅料】 D-甘露糖醇
- 【生产工艺】 本品经提取（铁皮石斛，30倍量水煎煮提取3次，每次3h；绞股蓝，10倍量水煎煮提取2次，每次1.5h）、过滤、浓缩、混合、喷雾干燥（进风温度130～150℃，出风温度75～95℃）、过筛、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	内容物呈浅黄至黄褐色
滋味、气味	具有本品特殊的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，表面清洁，无破损、无粘连、无瘪囊、无霉变；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	≤60	《中华人民共和国药典》
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
水分，%	≤12.0	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	≤0.2	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	≥6.0	1 粗多糖的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥0.6	2 总皂苷的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理：多糖用蒽酮-硫酸反应成有色化合物，其呈色强度与溶液颜色成正比，在波长620nm处比色定量。

1.2 仪器

1.2.1 分光光度计。

1.2.2 离心机（4000r/min）。

1.2.3 旋转混匀器。

1.2.4 水浴锅。

1.3 试剂

本方法所用的试剂除特殊注明外，均为分析纯；所用水为双蒸水。

1.3.1 葡萄糖标准液：准确称取20mg无水葡萄糖，加水溶解后以水稀释至20mL，每1mL含1mg葡萄糖，用前稀释10倍（0.1mg/mL），现用现配。

1.3.2 0.2%蒽酮硫酸溶液：称取0.2g蒽酮置于烧杯中，缓慢加入100mL浓硫酸，溶解后呈黄色透明溶液，现用现配。

1.3.3 对照品：D-无水葡萄糖，来源于中国食品药品检定研究院，99.9%。

1.4 测定步骤

1.4.1 标准曲线：精密移取葡萄糖标准液（0.1mg/mL）0、0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0mL于10mL具塞比色管中，加水至1.0mL，再加蒽酮试剂5mL，充分混匀，在沸水浴中加热10min，取出在流水中冷却20min后，在620nm波长下，以试剂空白调零，测定各管的吸收值绘制标准曲线。

1.4.2 供试品溶液的制备：样品提取：称取研细的胶囊内容物0.5g，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，于沸水浴上加热1h，冷却至室温后补加水至刻度，混匀。准确吸取样品液2.0mL于20mL离心管中，边摇晃边缓慢加入10.0mL无水乙醇混合均匀，4℃以下醇沉过夜，在离心机中以4000r/min离心20min，并小心用吸管将上层液体吸去，用2.0mL热水冲洗离心管中沉淀物，重复醇沉操作2次，残渣用热水分次溶解并定容至10~50mL（使样液含糖量在0.02~0.08mg/mL），作为供试品溶液。

1.4.3 样品测定：吸取供试品溶液1.00mL，按标曲绘制步骤于波长620nm处测定吸光度值并求出样品含糖

量。

1.5 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times V_1 \times V}{m \times V_2 \times V_3 \times 1000} \times 100$$

式中：

X—样品中粗多糖（以葡萄糖计）含量，g/100g；

m_1 —由标准曲线计算得到的供试品溶液含糖质量，mg；

m—取样质量，g；

V_1 —供试品溶液体积，mL；

V_2 —沉淀粗多糖所用样品液体积，mL；

V_3 —显色反应样品体积，mL；

V—样品提取液总体积，mL。

2 总皂苷的测定

2.1 原理：皂苷、皂苷元及某些甾类化合物与香草醛高氯酸显色，在一定的浓度范围内，其浓度与吸光度呈线性关系，在波长560nm下比色定量。

2.2 试剂

2.2.1 D101大孔吸附树脂。

2.2.2 甲醇：分析纯。

2.2.3 乙醇：分析纯。

2.2.4 中性氧化铝：层析用，100-200目。

2.2.5 对照品：人参皂苷Re，购自中国食品药品检定研究院，97.4%。

2.2.6 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。

2.2.7 高氯酸：分析纯。

2.2.8 冰乙酸：分析纯。

2.2.9 人参皂苷Re标准溶液：精确称取人参皂苷Re标准品20mg，用甲醇溶解并定容至100mL，即每毫升含人参皂苷Re0.2mg。

2.3 仪器

2.3.1 分光光度计。

2.3.2 层析柱。

2.3.3 超声波振荡器。

2.4 实验步骤

2.4.1 试样处理：称取研细的胶囊内容物0.5g，置50mL容量瓶中，加入适量水，超声30min，再用水定容至50mL，摇匀，静置，吸取上清液2mL进行柱分离。

2.4.2 柱层析：用1×15cm层析柱，内装D101大孔树脂至10cm，上加0.5cm中性氧化铝。先用25mL70%乙醇洗柱，弃去洗脱液，再用水洗柱至无醇味，弃去洗脱液，精确加入已处理好的试样溶液上柱，用25mL的水洗柱，以洗去糖等水溶性杂质，弃去洗脱液，用25mL70%乙醇洗脱总皂苷，收集洗脱液于蒸发皿中，置60℃水浴挥干，残渣用70%乙醇溶解定容至5mL，从中取2mL于10mL比色管中，置60℃水浴挥干，备用。

2.4.3 显色：在上述比色管中准确加入0.2mL5%香草醛-冰乙酸溶液，转动比色管，使残渣都溶解，再加0.8mL高氯酸，混匀后置于60℃水浴中加热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。

2.4.4 标准曲线的绘制：吸取人参皂苷Re标准溶液（2.0mg/mL）0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0mL置于10mL比色管中，于60℃水浴上挥干，余同2.4.3项操作，测定吸光度值。

2.5 计算结果

$$X = \frac{m_1 \times V_1 \times V}{m \times V_2 \times V_3 \times 1000} \times 100$$

式中：

X—试样中总皂苷的含量（以人参皂苷Re计），g/100g；

m_1 —从标准曲线查得待测液中人参皂苷Re量，mg；

V—样品提取液总体积，mL；
 V_1 —试样过柱后定容体积，mL；
 V_2 —显色反应测定用体积，mL；
 V_3 —上柱试样体积，mL；
m—试样质量，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. 绞股蓝：应符合《福建省中药材标准》的规定。
 2. 铁皮石斛：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 3. D-甘露糖醇：应符合GB 1886.177《食品安全国家标准 食品添加剂 D-甘露糖醇》的规定。
-