

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20220216

鲁润牌阿胶西洋参石斛颗粒

- 【原料】 阿胶、西洋参提取物、石斛提取物
- 【辅料】 白砂糖、糊精、三氯蔗糖
- 【生产工艺】 本品经粉碎、过筛、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】 药用复合膜应符合YBB00132002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	棕色，色泽一致
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味
性状	均匀性颗粒，无结块
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
蛋白质，g/100g	≥13	GB 5009.5
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥1.8	1 粗多糖的测定
灰分，g/100g	≤4	GB 5009.4
水分，g/100g	≤6	GB 5009.3
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（搅拌5分钟立即观察）	全部溶化或 轻微浑浊	《中华人民共和国药典》
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
三氯蔗糖，g/kg	≤1.0	GB 22255

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，糖与硫酸在沸水浴中加热脱水生成羟甲基呋喃甲醛（羟甲基糠醛），再与蒽酮缩合成蓝绿色化合物，其成色强度与溶液中糖的浓度成正比，在625nm波长下比色定量。

1.2 仪器

1.2.1 仪器：离心机，离心管、分光光度计、水浴锅、漩涡混合器。

1.3 试剂

实验用水为双蒸水，所用试剂为分析纯级。

1.3.1 无水乙醇。

1.3.2 80%（V/V）乙醇溶液。

1.3.3 80%（W/V）硫酸。

1.3.4 葡萄糖标准液：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 0.1%蒽酮硫酸溶液（W/V）：准确称取0.1g蒽酮置于烧杯中，缓缓加入100mL80%硫酸溶解，溶解后呈黄色透明溶液。现用现配。

1.4 实验步骤

1.4.1 样品提取：颗粒混合均匀，称取样品0.2g，精密称定，置100mL容量瓶中，加入水80mL，于沸水浴中加热1h。取出冷却至室温后补加水至刻度（V₁），混匀过滤，弃去初滤液，续滤液备用。取50mL样品提取液置于100mL具塞锥形瓶中，冷却至60℃以下，加0.5mL0.2M磷酸盐缓冲溶液，加塞，置55~60℃酶解1h，再加适量糖化酶（约为样液体积的1%）于60℃以下再水解60min，后取出（用碘液检测是否水解完全，如不完全，可延长水解时间至酶解液加碘液不变蓝为止），于电炉上小心加热至沸（灭酶），冷却，定容，过滤，取滤液沉淀粗多糖。

1.4.2 沉淀粗多糖：准确吸取上滤液5.0mL（V₂）置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀，于4℃冰箱静置4h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，离心后弃去上清液，反复操作3次。残渣用水溶解并定容至10 mL（V₃）。

1.4.3 标准曲线的绘制：准确吸取葡萄糖标准使用液0mL、0.20mL、0.40mL、0.60mL、0.80mL、1.0mL、1.2mL（相当于葡萄糖0mg、0.02mg、0.04mg、0.06mg、0.08mg、0.10mg、0.12mg）置于10mL比色管中，补加水至2.0mL，加入0.1%蒽酮硫酸溶液6mL，在漩涡混合器上混匀，置沸水浴中加热10min，取出，在流水中冷却20min后，用分光光度计在625nm波长下以实际空白为参比，1cm比色皿测定吸光度值测定吸光度，以葡萄糖质量为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

1.4.4 样品测定：吸取样品待测液2.0mL按标准曲线绘制步骤于625nm波长下测定吸光度值并求出样品含量。

1.5 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times V_1 \times V_3}{m_2 \times V_2 \times V_4} \times 0.9 \times 100$$

式中：

X—样品中粗多糖含量，mg/100g；

m₁—样品测定液中葡萄糖的质量，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；
 0.9—葡萄糖换算为粗多糖的系数。
 计算结果保留两位有效数字。

【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	$\leq 0/25g$	GB 4789.10
沙门氏菌	$\leq 0/25g$	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
羟脯氨酸，g/100g	≥ 1.3	《中华人民共和国药典》中“阿胶”项下“含量测定”规定的方法
甘氨酸，g/100g	≥ 2.9	《中华人民共和国药典》中“阿胶”项下“含量测定”规定的方法
丙氨酸，g/100g	≥ 1.2	《中华人民共和国药典》中“阿胶”项下“含量测定”规定的方法
L-脯氨酸，g/100g	≥ 1.8	《中华人民共和国药典》中“阿胶”项下“含量测定”规定的方法
总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥ 0.4	1 总皂苷的测定

1 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））

1.1 试剂

- 1.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂，Sigma化学公司、U.S.A.。
- 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 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。
- 1.1.9 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。

1.2 仪器

- 1.2.1 比色计。
- 1.2.2 层析柱。
- 1.3 实验步骤
- 1.3.1 试样处理
- 1.3.1.1 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。
- 1.3.1.2 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。
- 1.3.2 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1.3.1），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。
- 1.3.3 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。
- 1.3.4 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“1.3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。
- 1.4 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. 阿胶：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	经净选、切片、浸泡1h、提取（70%乙醇回流提取3次，分别8倍量2h、8倍量1.5h、6倍量1h）、过200目不锈钢网筛、浓缩、喷雾干燥（入口温度180±5℃，出口温度70±5℃）、过筛、包装等主要工艺制成
得率，%	约为16
感官要求	黄白色至淡黄色粉末，具有特有的滋、气味
总皂苷（以人参皂苷Re计），%	≥8
水分，%	≤6
灰分，%	≤8
粒度	80目
铅(以Pb计)，mg/kg	≤2.0

总砷(以As计), mg/kg	≤1.0
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.3
六六六, mg/kg	≤0.2
滴滴涕, mg/kg	≤0.2
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

3. 石斛提取物

项 目	指 标
来源	石斛
制法	经净选、切段、提取（水煮沸提取3次，分别10倍量2h、8倍量1.5h、6倍量1h）、过200目不锈钢网筛、浓缩、喷雾干燥（入口温度180±5℃，出口温度70±5℃）过筛、包装等主要工艺制成
得率, %	约为10
感官要求	浅棕色粉末，具有特有的滋味、气味
粗多糖（以葡萄糖计）， %	≥50
水分, %	≤6
灰分, %	≤8
粒度	80目
铅(以Pb计), mg/kg	≤2.0
总砷(以As计), mg/kg	≤1.0
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.3
六六六, mg/kg	≤0.2
滴滴涕, mg/kg	≤0.2
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

4. 白砂糖：应符合GB/T 317《白砂糖》的规定。

5. 糊精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 三氯蔗糖：应符合GB 25531《食品安全国家标准 食品添加剂 三氯蔗糖》的规定。
