

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200136

久丽康源牌西洋参黄精铁皮石斛胶囊

- 【原料】 铁皮石斛、麦冬、黄精、西洋参
- 【辅料】 淀粉、硬脂酸镁
- 【生产工艺】 本品经提取（8倍量水煎煮提取2次，每次1.5h；铁皮石斛先煎煮提取2h）、浓缩、干燥（60～80℃，0.06～0.08MPa）、粉碎、过筛、混合、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
滋味、气味	具有本产品特有滋味、气味，无异味
性状	胶囊，完整光洁，内容物为粉末
杂质	无正常视力可见的外来异物

【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，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤9.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《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

【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
总皂苷(以人参皂苷Re计), g/100g	≥0.5	1 总皂苷的测定
粗多糖(以葡萄糖计), g/100g	≥2.0	2 粗多糖的测定

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。

1.2 仪器

1.2.1 比色计。

1.2.2 层析柱。

1.2.3 水浴锅。

1.3 标准溶液制备: 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。

1.4 样品溶液制备: 称取适量样品, 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。

1.5 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

1.4), 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。

1.6 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。

1.7 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“1.5柱层析…”起, 与试样相同。测定吸光度值。

1.8 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。

2 粗多糖的测定

2.1 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。

2.2 试剂

实验用水为双蒸水, 所用试剂为分析纯级。

2.2.1 无水乙醇、无水葡萄糖(分析纯)、苯酚(分析纯)、硫酸(分析纯)。

2.2.2 80%(V/V)乙醇溶液。

2.2.3 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)。

2.2.4 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。

2.2.5 浓硫酸(比重1.84)。

2.2.6 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。

2.3 仪器

2.3.1 离心机: 4000r/min。

2.3.2 离心管: 50mL或具塞15mL。

2.3.3 分光光度计。

2.3.4 水浴锅。

2.3.5 旋涡混合器。

2.4 操作步骤

2.4.1 对照品溶液的制备: 精密称取经105℃干燥至恒重的无水葡萄糖约200mg, 置100mL量瓶中, 加水溶解, 并稀释至刻度, 摇匀, 精密吸取10mL, 置另一100mL容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 即得(每1mL含葡萄糖0.2mg)。

2.4.2 样品提取: 称取样品粉末1.0~2.0g, 置于100mL的容量瓶中, 加水80mL左右, 于沸水浴中加热15min, 冷却至室温后补加水至刻度(V₁), 混匀后过滤, 弃去初滤液, 收集余下滤液, 即为样品提取液。取50mL样品提取液置于100mL具塞锥形瓶中冷却至60℃以下, 加适量糖化酶(如葡萄糖苷酶)(约为样液体积

的1%)水解60min后取出,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。

2.4.3 沉淀粗多糖:准确吸取上述所得滤液5.0mL(V_2),置于50mL离心管中(或2.0mL与15mL具塞离心管中),加入无水乙醇20mL(或8mL),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,离心后弃去上清液,反复操作3次。残渣用水溶解并定容至10~25mL(V_3)(根据糖浓度而定)。

2.4.4 标准曲线的绘制:准确吸取葡萄糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL(相当于葡萄糖0、0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10mg),置于25mL比色管中,补加水至2.0mL,加入5%苯酚溶液1.0mL,在旋涡混合器上混匀,小心加入浓硫酸10mL,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。以葡萄糖质量为横坐标,吸光度值为纵坐标,绘制标准曲线。

2.4.5 样品测定:准确吸取上液适量(V_4)(含糖0.02~0.08mg)置于25mL比色管中,补加水至2.0mL,然后按(2.4.4)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。

2.5 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—样品中粗多糖的含量,mg/100g(mL);

m_1 —样品测定液中葡萄糖的质量,mg;

m_2 —样品质量,g或mL;

V_1 —样品提取液中总体积,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。

【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》中“铁皮石斛”项下的规定。
 2. 麦冬:应符合《中华人民共和国药典》中“麦冬”项下的规定。
 3. 黄精:应符合《中华人民共和国药典》中“黄精”项下的规定。
 4. 西洋参:应符合《中华人民共和国药典》中“西洋参”项下的规定。
 5. 淀粉:应符合《中华人民共和国药典》中“玉米淀粉”项下的规定。
 6. 硬脂酸镁:应符合《中华人民共和国药典》中“硬脂酸镁”项下的规定。
 7. 明胶空心胶囊:应符合《中华人民共和国药典》中“明胶空心胶囊”项下的规定。
-