

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200379

董北牌石斛洋参胶囊

【原料】 铁皮石斛、西洋参提取物

【辅料】 无

【生产工艺】 本品经辐照灭菌（铁皮石斛，⁶⁰Co，6kGy）、粉碎、过筛、混合、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	内容物呈浅绿色
滋味、气味	具有产品应有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，无破损；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
水分，g/100g	≤9	GB 5009.3
灰分，g/100g	≤7	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
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
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10
沙门氏菌	≤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
总皂苷（以人参皂甙Re计），g/100g	≥0.55	1 总皂苷的测定
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥20	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 人参皂甙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：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。

1.3.2 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。

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 仪器

2.2.1 离心机：4000r/min。

2.2.2 离心管：50mL或具塞15mL。

2.2.3 分光光度计。

2.2.4 水浴锅。

2.2.5 旋涡混合器。

2.3 试剂

实验用水为双蒸水，所用试剂为分析纯级。

2.3.1 无水乙醇。

2.3.2 80%（V/V）乙醇溶液。

2.3.3 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）。

2.3.4 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。

- 2.3.5 浓硫酸（比重1.84）。
- 2.3.6 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。
- 2.4 测定步骤
- 2.4.1 样品提取：称取混合均匀的固体样品粉末1.0~2.0g，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，于沸水浴中加热1h，冷却至室温后补加水至刻度（V₁），混匀后过滤，弃去初滤液，收集余下滤液供沉淀多糖。
- 2.4.2 沉淀粗多糖：准确吸取上滤液（或液体样品）5.0mL（V₂），置于50mL离心管中（或2.0mL于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，离心后弃上清液，反复操作3次。残渣用水溶解并定容至10~25mL（V₃）（根据糖浓度而定）。
- 2.4.3 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。
- 2.4.4 样品测定：准确吸取上滤液适量（V₄）（含糖0.02~0.08mg），置于25mL比色管中，补加水至2.0mL，然后按1.4.3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—样品中粗多糖含量，mg/100g；
m₁—样品测定液中葡萄糖的质量，mg；
m₂—样品质量，g；
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；
V₃—粗多糖溶液体积，mL；
V₄—测定用样品液体积，mL；
0.9—葡萄糖换算为粗多糖的系数。

注：样品处理采用水提醇沉法。

【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. 西洋参提取物

项 目	要 求
来源	西洋参 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（70%乙醇回流提取3次，分别10倍量2h、8倍量2h、8倍量1h）、减压浓缩、喷雾干燥（进口温度120~130℃，出口温度60±2℃）、过筛等主要工艺加工制成
提取率，%	12

感官要求	黄白色粉末，具本品特有的滋味、气味，无异味
总皂苷（以人参皂苷Re计），%	≥15.0
灰分，%	≤5.0
干燥失重，%	≤5.0
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
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
致病菌	不得检出
