

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200397

古塘草王牌铁皮石斛西洋参颗粒

【原料】 西洋参、铁皮石斛

【辅料】 葡萄糖

【生产工艺】 本品经提取（铁皮石斛加20倍量饮用水100℃提取2次，每次2h；西洋参加15倍量65%乙醇提取3h，滤渣用20倍量水100℃提取2h）、浓缩、灭菌（100℃，30min）、喷雾干燥（铁皮石斛：进风温度190～200℃，出风温度90～95℃；西洋参：进风温度180～190℃，出风温度80～85℃）、过筛、混合、制粒、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】 铝箔复合膜应符合GB/T 28118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	浅黄色至灰黄色，色泽一致
滋味、气味	具本品应有的滋味和气味，无异味
性状	颗粒状，颗粒均匀，无吸潮、软化、结块、潮解等现
杂质	无正常视力可见外来异物

【鉴别】
铁皮石斛：取本品粉末5g，加甲醇50mL，超声处理30min，滤过，滤液蒸干，残渣加水15mL使溶解，用石油醚（60～90℃）洗涤2次，每次20mL，弃去石油醚液，水液用乙酸乙酯洗涤2次，每次20mL，弃去洗液，用水饱和的正丁醇振摇提取2次，每次20mL，合并正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇1mL使溶解，作为供试品溶液。另取铁皮石斛对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中华人民共和国药典》（2010版）一部-附录VI B）试验，吸取上述两种溶液各2～5μL，分别点于同一聚酰胺薄膜上，使成条状，以乙醇-丁酮-乙酰丙酮-水（15：15：5：85）为展开剂，展开，取出，烘干，喷以三氯化铝试液，在105℃烘约3分钟，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【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, %	≤ 6.0	GB 5009.3
灰分, %	≤ 1.0	GB 5009.4
溶化性	全部溶化	《中华人民共和国药典》
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》
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	$\leq 0/25g$	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
粗多糖(以葡萄糖计), mg/100g	≥ 2000	1 粗多糖的测定
总皂苷(以人参皂苷Re计), mg/100g	≥ 500	2 总皂苷的测定

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 仪器

1.2.1 离心机：4000r/min。

1.2.2 离心管：50mL。

1.2.3 分光光度计。

1.2.4 水浴锅。

1.2.5 旋涡混合器。

1.3 试剂

除特殊注明外，本方法所用试剂均为分析纯；所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

1.3.1 无水乙醇。

1.3.2 80% (V/V) 乙醇溶液。

1.3.3 浓硫酸（比重1.84）。

1.3.4 葡萄糖标准液：准确称取经过98~100℃干燥至恒重的分析纯葡萄糖0.1g，加水溶解以水稀释至100mL，此溶液1mL含1mg葡萄糖，用前稀释10倍为使用液（0.1mg/mL）。

1.3.5 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。

1.4 标准曲线的绘制：精密量取葡萄糖标准使用液0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0mL（相当于葡萄糖0、0.02、0.04、0.06、0.08、0.1mg），置于25mL比色管中，补加水至2.0mL，混匀，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5mL，在旋涡混合器上小心混匀，在沸水浴中加热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。

1.5 样品提取：将内容物研磨成粉末，称取混合均匀的粉末样品1g（W），溶解转移到100mL容量瓶中，加水80mL左右，于沸水浴上加热1h，冷却至室温后定容至刻度（V₁），混匀后过滤，弃去初滤液，收集余下滤液供沉淀粗多糖。

1.6 沉淀粗多糖：准确吸取上滤液5.0mL（V₂），置于100mL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。残渣用水充分溶解（可适当加热≤60℃，冷却至室温）并转移定容至25mL（V₃）。

1.7 样品测定：精密吸取上液1.0mL（V₄，含糖0.02~0.08mg）（若多糖量过高或过低使光密度OD测定超过0.3~0.7的最佳范围，酌情增减样品液的吸取量，但不得超过2mL，若超过则需要增加样品称取量，即增加W的称取量），补加水至1.0mL，然后按1.4项操作，测定吸光度值。从标准曲线上查出葡萄糖的质量，计算样品中粗多糖含量。

1.8 结果计算

$$X = \frac{M \times V_1 \times V_3}{V_2 \times V_4 \times W \times 10}$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），g/100g；

M—样品测定液中葡萄糖的质量，mg；

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；

W—称取样品的质量，g。

2 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））

2.1 试剂

- 2.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂, Sigma化学公司、U.S.A.。
- 2.1.2 正丁醇: 分析纯。
- 2.1.3 乙醇: 分析纯。
- 2.1.4 中性氧化铝: 层析用, 100~200目。
- 2.1.5 人参皂苷Re: 购自中国食品药品检定研究院。
- 2.1.6 香草醛溶液: 称取5g香草醛, 加冰乙酸溶解并定容至100mL。
- 2.1.7 高氯酸: 分析纯
- 2.1.8 冰乙酸: 分析纯
- 2.1.9 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。
- 2.2 仪器
- 2.2.1 比色计
- 2.2.2 层析柱
- 2.3 实验步骤
- 2.3.1 试样处理
- 2.3.1.1 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。
- 2.3.1.2 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。
- 2.3.2 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。
- 2.3.3 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。
- 2.3.4 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。
- 2.4 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. 西洋参：应符合《中华人民共和国药典》的要求。
 2. 铁皮石斛：应符合《中华人民共和国药典》的要求。
 3. 葡萄糖：应符合《中华人民共和国药典》的要求。
-