

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190099

瑞心源牌铁皮石斛灵芝西洋参胶囊

【原料】 灵芝、铁皮石斛、西洋参

【辅料】 无

【生产工艺】 本品经粉碎、过筛、热压灭菌（西洋参，115℃，30min）、提取（铁皮石斛加30、25、25倍量水95~100℃提取3次，每次3、2、2h；灵芝加10倍量70%乙醇80℃提取1次1.5h，醇提药渣加10倍量水100℃提取2次，每次1h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度190~200℃，出风温度90~105℃）、过筛、混合、制粒、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】 包装瓶应符合YBB00122002的规定，瓶口垫片应符合YBB00152005的规定。

【感官要求】 应符合表1的规定。

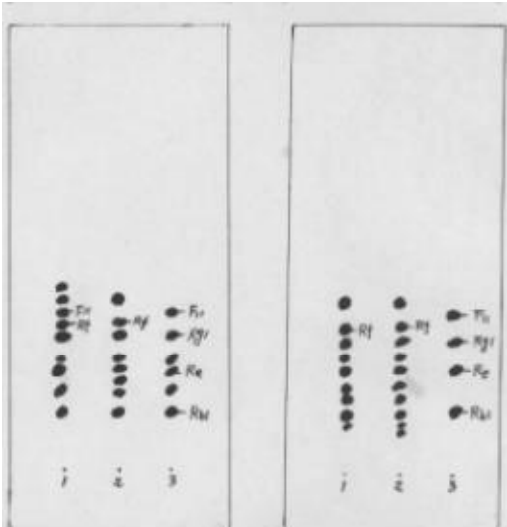
表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	内容物呈浅棕色
滋味、气味	味苦，具有本品特有气味，无异味
性状	硬胶囊，外表光洁、无破损、无瘪囊；内容物为细颗粒状
杂质	无正常视力可见外来异物

【鉴别】

- 1 人参、西洋参（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版）中“保健食品中植物类功效成分鉴别试验方法”）
- 1.1 供试液制备
- 1.1.1 固体试样
- 1.1.1.1 片剂及不含油的胶囊：称取研细的试样2g置于具塞锥瓶中，加三氯甲烷40mL，置水浴上加热回流1h，弃去三氯甲烷液，药渣挥干残留溶剂，加水0.5mL搅匀湿润后，加水饱和的正丁醇10mL，超声处理30min，吸取上清液，加氨试液（400→1000）3倍量，摇匀，放置分层，取上层液蒸干，加甲醇溶解使成1mL，作为供试品溶液。
- 1.1.1.2 含油胶囊：称取试样2g置于折叠滤纸上，用石油醚分数次洗去油脂，再将滤纸上的试样转入具

- 塞锥瓶中，自“加三氯甲烷40mL”起同上操作。
- 1.1.2 液体试样：取样液10mL，加水饱和正丁醇20mL，振摇提取，分取正丁醇层，加氨试液（400→100 0）3倍量，摇匀，放置分层，取上层液蒸干，加甲醇溶解使成1mL，作为供试品溶液。
- 1.2 对照液制备：取人参或西洋参对照药材约1g，依上法同样处理，为药材对照液。另取人参皂苷Rb1、Re、Rg1、F11对照品，加甲醇溶解，使成每1mL各含2mg的混合溶液，作为对照品溶液。
- 1.3 薄层板：硅胶G自制板，5×20cm，厚度300~500μm。
- 1.4 点样：供试液2~10μL，对照液2μL，点样后的薄层板置硅胶干燥器中过夜。
- 1.5 展开剂：三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15:40:22:10）置于100mL具塞量筒中混匀，置4℃冰箱中放置，待分层至上层体积为5mL时，将上层液体吸出，弃去，摇匀后使用。
- 1.6 展开方式：展开槽内加入展开剂10mL，槽内用硫酸控制相对湿度为42%（硫酸57mL+水100mL）。室温25℃，平衡15min后，上行展开12~14cm，取出挥干溶剂。
- 1.7 显色：硫酸乙醇溶液（1→10）105℃加热数分钟至斑点显色清晰，分别置日光和紫外光灯（365nm）下观察。
- 1.8 色谱识别：供试品的可见光色谱及荧光色谱与对照药材色谱基本相符，主斑点自下而上为Rb1、Re、Rg1。西洋参与人参相同方法制备供试液，在薄层色谱上，西洋参含有的人参皂苷F11，人参不含，而人参含有的人参皂苷Rf，西洋参不含，可作为人参与西洋参鉴别的依据，人参皂苷Rf位于Rg₁的上方，F11位于人参皂苷Rf的上方。



1. 二参含片（含人参、西洋参）

2. 人参对照药材

3. 西洋参对照药材
1. 虎哥牌生力胶囊（含人参）

2. 人参对照药材

3. 人参皂苷Rb1、Re、Rg1、F11

【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，%	≤10	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30	《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
粗多糖（以葡萄糖计）, g/100g	≥12	1 粗多糖的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计）, g/100g	≥2.0	2 总皂苷的测定

1 粗多糖的测定

1.1 仪器

1.1.1 754型紫外可见分光光度计

1.1.2 水浴锅

1.1.3 离心机

1.2 试剂

1.2.1 葡萄糖标准品：D-无水葡萄糖。

1.2.2 葡萄糖标准溶液：精确称取105℃干燥至恒重的葡萄糖标准品100mg, 置100mL容量瓶中, 加蒸馏水溶解并稀释至刻度。临用前稀释至0.1mg/mL。

1.2.3 5%苯酚溶液（临用前配制）。

1.3 标准曲线的制备：准确吸取葡萄糖标准溶液0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0mL分别置于25mL具塞试管中, 各加蒸馏水至2.0mL, 再加苯酚溶液1.0mL, 摇匀, 滴加浓硫酸5.0mL, 摇匀, 沸水浴加热5min。另以蒸馏水2mL加苯酚和硫酸同上操作做空白对照。冷却后于490nm处测吸光度值, 绘制标准曲线。

1.4 样品处理：称取1g左右的试样, 放入100mL容量瓶中, 加80mL水, 超声30min, 再用水定容至100mL, 摇匀, 放置。精确吸取样品上清液2mL置15mL离心管中, 精密加入无水乙醇10mL, 摇匀放置2小时。3000r/min离心20min, 弃去上清液, 沉淀物用蒸馏水溶解并洗入25mL容量瓶中定容备用。

1.5 样品测定：吸取样品备用液0.5mL, 加水至2mL, 加1.0mL5%苯酚液、加5mL硫酸, 在沸水浴中加热5min取出, 自然冷却放置25min, 比色测定吸光度, 查标准曲线得样品液中葡萄糖含量（μg）。

1.6 结果计算

$$X = \frac{C \times V_1 \times V_3}{m \times V_4 \times V_2 \times 10^6} \times 100$$

式中:

X—样品中粗多糖的含量(以葡萄糖计), g/100g;

V_1 —样品定容体积, mL;

V_2 —样品定溶液取样体积, mL;

V_3 —沉淀定容体积, mL;

V_4 —测定用样液体积, mL;

m—样品重量, g;

C—标准曲线查得样品液中葡萄糖含量, μg 。

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2.3.1), 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)100 μL 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“2.3.2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. 灵芝：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 3. 西洋参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-