

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190530

九斛堂牌铁皮石斛人参颗粒

【原料】 黄精、枸杞子、铁皮石斛、益智仁、人参

【辅料】 糊精、甜菊糖苷、柠檬酸

【生产工艺】 本品经提取（12倍量水煎煮提取2次，每次2h）、浓缩、减压干燥（-0.06~-0.08MPa，60℃）、粉碎、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】

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	内容物呈棕色至棕褐色
滋味、气味	具本品特有滋味、气味，无异味
性状	固体颗粒，松散、均匀、无粘结现象
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	≤6	GB 5009.3
灰分，g/100g	≤6	GB 5009.4
	不能通过一号筛与能通过	

粒度	过五号筛的总和不得超过15%	《中华人民共和国药典》
溶化性	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	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤0.1	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
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
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥1.0	1 粗多糖的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥0.45	2 总皂苷的测定

1 粗多糖的测定

1.1 仪器

- 1.1.1 离心机：4000r/min。
- 1.1.2 离心管：50mL或具塞15mL。
- 1.1.3 分光光度计。
- 1.1.4 水浴锅。
- 1.1.5 旋涡混合器。

1.2 试剂

实验用水为双蒸水，所用试剂为分析纯级。

- 1.2.1 无水乙醇。

1.2.2 80% (V/V) 乙醇溶液。

1.2.3 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含葡萄糖10mg，用前稀释100倍为使用液（0.1mg/mL）。

1.2.4 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。

1.2.5 浓硫酸（比重1.84）。

1.2.6 0.2mol/L磷酸盐缓冲液（pH 6.5）：31.5mL（0.2mol/L）磷酸氢二钠与68.5mL（0.2mol/L）磷酸二氢钠混合。

1.3 样品提取：取本品研细，取混合均匀的固体样品2g，精密称定，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粗多糖。

1.4 酶解：取50mL（V₂）样品提取液置100mL具塞锥形瓶中，冷却至60℃以下，加适量的糖化酶，约为样液体积的1%，于60℃以下再水解60min后取出（用碘液检验是否水解完全，如不完全可延长水解时间至酶解液加碘液不变蓝色为止），于电炉上小心加热至沸（灭酶），冷却，定容为100mL（V₃），过滤，取滤液沉淀粗多糖。

1.5 沉淀粗多糖：准确吸取上述滤液5.0mL（V₄），置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀，于4℃冰箱静置24h以上，以4000r/min离心5min，弃去上清液，残渣用80%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10mL（V₅）。

1.6 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、0.1mg）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。

1.7 测定葡萄糖：准确吸取上液1.0mL（V₆）置于25mL比色管中，补加水至2.0mL，然后按1.2.4法测定吸光度值。从标准曲线上查得葡萄糖含量，计算样品中粗多糖含量。

1.8 计算结果

$$X = \frac{M_1 \times V_1 \times V_3 \times V_5}{M_2 \times V_2 \times V_4 \times V_6} \times 0.9 \times 100$$

式中：

X——样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），g/100g；

M₁——由标准曲线查得样品液中葡萄糖质量，g；

M₂——样品质量，g；

V₁——样品提取液总体积，mL；

V₂——酶解所用样品提取液体积，mL；

V₃——酶解后样品溶液定容体积，mL；

V₄——沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；

V₅——粗多糖溶液体积，mL；

V₆——测定用样品液体积，mL。

2 总皂苷的测定

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 紫外/可见分光光度仪。

2.2.2 层析柱。

2.2.3 水浴锅。

2.3 实验步骤

2.3.1 试样处理：去本品适量，研细，取约3.0g，精密称定，置于100mL容量瓶中，加水约80mL，超声处理30min，再用水定容至刻度，摇匀，放置，吸取上清液1.0mL进行柱层析。

2.3.2 柱层析：用10mL注射器作层析管，内装3cm Amberlite-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）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“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“颗粒剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 黄精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
2. 枸杞子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
3. 铁皮石斛：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
4. 益智仁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
5. 人参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 糊精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 7. 甜菊糖苷：应符合GB 8270《食品安全国家标准 食品添加剂 甜菊糖苷》的规定。
 8. 柠檬酸：应符合GB 1886.235《食品安全国家标准 食品添加剂 柠檬酸》的规定。
-