

附2

国家市场监督管理总局 保健食品产品技术要求

国食健注G20160390

台乌[®]乌药铁皮石斛人参颗粒

【原料】

【辅料】

【生产工艺】 本品经提取、过滤、浓缩、制粒、干燥、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】

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色 泽	黄色至棕色
滋味、气味	具本品特殊的香味，味微苦，无异味
性状	均匀颗粒，无吸潮、结块、潮解等现象
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【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, %	≤6.0	GB 5009.3
灰分, %	≤4.0	GB 5009.4
溶化性	取样品一袋，加热水200mL，搅拌5min，应全部溶化，允许有轻微浑浊。	《中华人民共和国药典》
	不能通过一	

粒度	号筛与能通过五号筛的总和, $\leq 15\%$	《中华人民共和国药典》
铅(以Pb计), mg/kg	≤ 0.5	GB 5009.12
总砷(以As计), mg/kg	≤ 0.3	GB/T 5009.11
总汞(以Hg计), mg/kg	≤ 0.3	GB/T 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	≤ 1000	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/g	≤ 0.92	GB 4789.3 MPN计数法
霉菌, cfu/g	≤ 25	GB 4789.15
酵母, cfu/g	≤ 25	GB 4789.15
致病菌(指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌、溶血性链球菌)	不得检出	GB 4789.4、GB 4789.5、GB 4789.10、GB/T 4789.11

【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	≥ 2.7	1 粗多糖的测定
总皂苷(以人参皂苷Re计), g/100g	≥ 0.65	2 总皂苷的测定

1 粗多糖的测定

1.1 仪器

1.1.1 分光光度计

1.1.2 离心机(4000r/min)

1.1.3 旋转混匀器

1.1.4 水浴锅

1.1.5 电炉

1.2 试剂

除特殊注明外,本方法所用的试剂均为分析纯;所用水为双蒸水。

1.2.1 葡萄糖标准液:取葡萄糖对照品适量,精密称定,加水制成1mL含0.1mg的溶液,即得。

1.2.2 0.2%蒽酮硫酸溶液:称取0.2g蒽酮置于烧杯中,缓慢加入100mL浓硫酸,溶解后呈黄色透明溶液,现用现配。

1.3 标准曲线的绘制:精密移取葡萄糖标准液(0.1mg/mL)0、0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0mL于10mL具塞比色管中,加水至1.0mL,再加蒽酮试剂5mL,充分混匀,在沸水浴中加热10min,取出在流水中冷却20min后,在620nm波长处,以试剂空白调零,测定各管的吸光度值并绘制标准曲线。

1.4 样品溶液的制备：准确称取1g研细的样品粉末，置于50mL具塞锥形瓶中，加25mL热水溶解，在沸水浴上加热15min，冷却至60℃以下。加入1~2mL10%的淀粉酶溶液，加塞，于60℃保温2h，中间间歇搅拌，加热至沸，小心将样液转移至50mL容量瓶中，水洗容器，定容，混匀，静置。准确吸取上清液1.5mL于离心管中，加入7.5mL无水乙醇混合均匀，于4℃冰箱静置过夜，在离心机中以4000r/min离心20min，弃去上清液，用1.5mL热水冲洗离心管中沉淀物，重复醇沉操作2次，残渣用水分次溶解并定容至10~50mL（使样液含糖量在0.02~0.08mg/mL），作为样品溶液。

1.5 样品测定：吸取样品溶液1.00mL，按1.3项标准曲线绘制步骤，于620nm波长处测定吸光度值并求出样品含糖量。

1.6 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times V_1 \times V}{V_2 \times V_3 \times m \times 1000} \times 100$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），g/100g；

m_1 —由标准曲线计算得到的样品溶液含糖质量，mg；

m—样品称取量，g；

V_1 —样品溶液体积，mL；

V_2 —沉淀粗多糖所用样品液体积，mL；

V_3 —显色反应样品体积，mL；

V—样品提取液总体积，mL。

2 总皂苷的测定

2.1 仪器

2.1.1 分光光度计

2.1.2 层析柱

2.1.3 超声波振荡器

2.2 试剂

除特殊注明外，本方法所用的试剂均为分析纯；所用水为双蒸水。

2.2.1 D101大孔吸附树脂

2.2.2 中性氧化铝：层析用，100~200目。

2.2.3 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。

2.2.4 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1mL含人参皂苷Re2.0mg。

2.3 试样处理：精密称取0.5g左右研细的试样粉末，置50mL容量瓶中，加入15mL水，超声提取30min，缓慢加入无水乙醇30mL，摇匀，超声提取30min，无水乙醇定容，静置，吸取上清液5.0mL于坩埚中挥去乙醇后用水溶解残渣，进行柱分离。

2.4 柱层析：用1×15cm层析柱，内装D101大孔树脂至10cm，上加0.5cm中性氧化铝。先用25mL70%乙醇洗柱，弃去洗脱液，再用水洗柱至无醇味，弃去洗脱液，小心加入已处理好的试样溶液上柱，用25mL的水洗柱，以洗去糖等水溶性杂质，弃去洗脱液，用25mL70%乙醇洗脱总皂苷，收集洗脱液于蒸发皿中，置60℃水浴挥干，残渣用70%乙醇溶解定容至5mL，从中取2mL于10mL比色管中，置水浴挥干，备用。

2.5 显色：在上述比色管中准确加入0.2mL5%香草醛-冰乙酸溶液，转动比色管，使残渣都溶解，再加0.8mL高氯酸，混匀后置于60℃水浴中加热15min，取出，冷水冲洗冷却后，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。

2.6 标准曲线的绘制：吸取人参皂苷Re标准溶液（2.0mg/mL）0、20、40、60、80、100μL，置于10mL比色管中，于水浴上挥干或热风吹干（勿使过热），余同2.5项操作，测定吸光度值。

2.7 计算结果：

$$X = \frac{m_1 \times V_1 \times V}{V_2 \times V_3 \times m \times 1000} \times 100$$

式中：

X—试样中总皂苷的含量（以人参皂苷Re计），g/100g；

m_1 —从标准曲线查得待测液中人参皂苷Re量, mg;
 V —样品提取液总体积, mL;
 V_1 —试样过柱后定容体积, mL;
 V_2 —显色反应测定用体积, mL;
 V_3 —上柱试样体积, mL;
 m —试样质量, g。

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】

【原辅料质量要求】
