

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

BJG20151002

润馨堂牌铁皮石斛西洋参黄芪颗粒
runxintangpaitiepishihuxiyangshenhuangqikel

【配方】 铁皮石斛提取物、西洋参提取物、黄芪提取物、乳糖、糊精、甜菊糖苷

【生产工艺】 本品经粉碎、过筛、混合、制粒、干燥、包装等主要工艺加工制成。

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	浅黄色至棕色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	颗粒
杂质	无肉眼可见外来杂质

【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
黄芪甲苷，mg/100g	≥7	1 黄芪甲苷的测定
水分，%	≤6	GB 5009.3
灰分，%	≤6	GB 5009.4
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0	GB 5009.12
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0	GB/T 5009.11
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3	GB/T 5009.17
六六六，mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19

1 黄芪甲苷的测定

- 1.1 仪器
 - 1.1.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器
 - 1.1.2 水浴锅
 - 1.1.3 提取回流装置（150mL）：附冷凝管
- 1.2 试剂
 - 1.2.1 对照品溶液：准确称取黄芪甲苷对照品（购自中国食品药品检定研究院，含量测定用）8.0mg，用甲醇溶解并定容于20mL容量瓶中，再用甲醇稀释成80、160、240、320、400μg/mL溶液。
 - 1.2.2 甲醇：分析纯、色谱纯
 - 1.2.3 乙腈：色谱纯
 - 1.2.4 乙醚：分析纯
 - 1.2.5 正丁醇：分析纯
 - 1.2.6 氨水：分析纯
 - 1.2.7 氨试液：浓氨水400mL加水至1000mL。
 - 1.2.8 水：双蒸水
- 1.3 色谱条件
 - 1.3.1 色谱柱：Kromasil C₁₈，5μm，250×4.6mm，C₁₈预处理小柱。
 - 1.3.2 流动相：乙腈-水=1:2，（v/v）
 - 1.3.3 检测波长：200nm
 - 1.3.4 流速：1.0mL/min
 - 1.3.5 进样量：10~20μL
- 1.4 样品处理：取颗粒试样研磨混匀，称取一定量（准确至0.001g，约5g），置冷凝回流装置中，用甲醇50mL×3h、30mL×2h、20mL×1h提取3次，合并甲醇液并回收甲醇至干，残渣加水20mL微热使溶解，先用乙醚洗涤2次，每次20mL，弃醚液，再用水饱和的正丁醇振摇提取5次，每次25mL，合并正丁醇提取液，用氨试液洗涤3次，每次40mL，弃氨液，将正丁醇液回收溶剂至干，残渣加水5mL使溶解，通过预处理好的C₁₈小柱（先用5mL甲醇、5mL水预洗），以水3mL洗脱，弃去水液，再用80%甲醇10mL洗脱，收集洗脱液蒸干，用甲醇溶解，并转移至2~5mL容量瓶中（根据含量而定），用甲醇稀释至刻度，摇匀，此为样品测定液。
- 1.5 标准曲线的制备及样品测定：分别取样品测定液和各对照品溶液10μL，注入高效液相色谱仪中，记录相应的峰面积，以对照品溶液的浓度和峰面积值作图，并由样品测定液的峰面积计算出样品中被测物的含量。
- 1.6 结果计算

$$c \times V$$

$$X = \frac{\hspace{1.5cm}}{\hspace{1.5cm}} \times 100$$

$$m \times 1000$$

式中：

X—样品中黄芪甲苷的含量，mg/100g；

c—从标准曲线查得样液中黄芪甲苷的质量，μg；

V—样品定容体积，mL；

m—样品质量，g；

1000—μg换算成mg的换算系数。

【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
总皂苷, mg/100g	≥576	《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版）中“保健食品中总皂苷的测定”
粗多糖（以葡聚糖计），mg/100g	≥624	1 粗多糖的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理：分子量大于10000的高分子物质在80%乙醇液中沉淀，与水溶性单糖和低聚糖分离，用苯酚-硫酸反应，以碳水化合物形式比色测定其含量，其颜色强度与粗多糖中葡聚糖的含量成正比，以此计算粗多糖含量。

1.2 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。

1.2.1 乙醇溶液（80%）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

1.2.2 苯酚溶液（50g/L）：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。

1.2.3 葡聚糖标准储备液：精密称取分子量500000、干燥至恒重的葡聚糖标准品0.5000g，加水溶解并定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液每1mL含葡聚糖10.0mg。

1.2.4 葡聚糖标准使用液：吸取葡聚糖标准储备液1.00mL，置于100mL容量瓶中，加水至刻度，混匀，置冰箱中保存，此溶液每1mL含葡聚糖0.10mg。

1.3 仪器

1.3.1 分光光度计

1.3.2 离心机

1.3.3 混匀器

1.4 样品处理

1.4.1 样品提取：称取混合均匀的固体样品2.00g，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，置沸水浴上加热2h，冷却至室温后补加水至刻度，混匀，过滤，弃去初滤液，收集续滤液供沉淀粗多糖。

1.4.2 沉淀粗多糖：精密移取1.4.1项下续滤液5.0mL，置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀后以3000r/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，残渣用水溶解并转移至50mL容量瓶中，加水稀释至刻度，此溶液为样品测定液。

1.5 标准曲线的制备：精密吸取葡聚糖标准使用液0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL（相当于葡聚糖0、0.010、0.020、0.040、0.060、0.080、0.10mg），分别置于25mL比色管中，准确补充水至2.0mL，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，于旋转混匀器上混匀，小心加入浓硫酸10.0mL，于旋转混匀器上小心混匀，置沸水浴中煮沸2min，冷却后用分光光度计于485nm波长处，以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值。以葡聚糖浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

1.6 样品测定：精密吸取样品测定液2.0mL，置于25mL比色管中，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，于旋转混匀器上混匀后，小心加入浓硫酸10.0mL，于旋转混匀器上小心混匀，置沸水浴中煮沸2min，冷却至室温后用分光光度计在485nm波长处，以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值，从标准曲线上查出葡聚糖质量，计算样品中粗多糖含量。同时做样品空白试验。

1.7 结果计算

$$X = \frac{(W_1 - W_2) \times V_1 \times V_3}{M \times V_2 \times V_4}$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡聚糖计），mg/g；

W_1 —样品测定液中葡聚糖的质量，mg；

W_2 —样品空白液中葡聚糖的质量，mg；

M—样品质量，g；

V_1 —样品提取液总体积，mL；

V_2 —沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；

V_3 —样品测定液体积，mL；

V_4 —测定用样品测定液体积，mL。

【保健功能】 增强免疫力

【适宜人群】 免疫力低下者

【不适宜人群】 婴幼儿、少年儿童、孕妇、乳母

【食用方法及食用量】 每日2次，每次1袋，温开水冲服

【规格】 3g/袋

【贮藏】 密封，置阴凉干燥处

【保质期】 24个月
