

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200443

吉仁堂牌铁皮石斛口服液

【原料】 铁皮石斛

【辅料】 木糖醇、纯化水

【生产工艺】 本品经粉碎、过筛、提取（铁皮石斛，加水浸泡30min，煎煮2次，每次30倍水2h）、过滤、浓缩、冷藏、配制、灌装、湿热灭菌（121℃,15min）、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】 钠钙玻璃药瓶应符合YBB00272002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	棕色至淡棕色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味
性状	液体，允许有少量沉淀，摇匀后能分散
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
pH值	4.5～7.0	GB/T 10786
可溶性固形物（20℃折光计法），g/100g	≥5	GB/T 10786
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5	GB 5009.12

总砷(以As计), mg/kg	≤0.3	GB 5009.11
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	≤100	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/g	≤0.43	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
甘露糖, mg/100g	≥280	1 甘露醇的测定
粗多糖（以葡萄糖计）, mg/100g	≥600	《中华人民共和国药典》“铁皮石斛”项下“含量测定”规定的方法

1 甘露糖的测定

1.1 试剂

1.1.1 甘露糖对照品：中国食品药品检定研究院。

1.1.2 盐酸氨基葡萄糖：纯度大于99%。

1.1.3 PMP(1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮)：分析纯。

1.1.4 甲醇：分析纯。

1.1.5 氢氧化钠：分析纯。

1.1.6 盐酸：分析纯。

1.1.7 三氯甲烷：分析纯。

1.1.8 无水乙醇：分析纯。

1.1.9 95%乙醇：分析纯。

1.1.10 乙酸铵：分析纯。

1.1.11 乙腈：色谱纯。

1.1.12 水：重蒸水。

1.1.13 内标溶液：精密称取盐酸氨基葡萄糖（内标物质）0.6g，置100mL棕色瓶中，加水使溶解并稀释至刻度，摇匀，即得每1mL含盐酸氨基葡萄糖6mg的内标溶液。

1.1.14 校正因子溶液：精密称取甘露糖对照品10mg，置100mL容量瓶中，精密加入内标溶液2mL，加水适量使溶解并稀释至刻度，摇匀，即得每1mL含0.1mg的对照品溶液和0.12mg的内标溶液。

1.1.15 0.5mol/L的PMP甲醇溶液：称取PMP0.435g，置5mL容量瓶中，加甲醇3mL，微热溶解后，放冷，再加甲醇稀释至刻度，摇匀，即得。

1.1.16 3.0mol/L的氢氧化钠溶液：取澄清的氢氧化钠饱和溶液1.68mL，置10mL容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，即得（配制溶液应转移至聚乙烯塑料瓶使用）。

1.1.17 0.3mol/L的氢氧化钠溶液：取澄清的氢氧化钠饱和溶液1.68mL，置100mL容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，即得。

1.1.18 3.0mol/L的盐酸溶液：取盐酸2.7mL，置10mL容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，即得。

1.1.19 0.3mol/L的盐酸溶液：取盐酸2.7mL，置100mL容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，即得。

1.1.20 80%乙醇：取95%乙醇84mL或无水乙醇80mL，加水至100mL，摇匀，即得。

1.2 仪器

1.2.1 高效液相色谱仪。

1.2.2 台式离心机。

1.2.3 电热恒温水浴锅。

1.2.4 电热恒温干燥箱。

1.3 色谱条件

1.3.1 色谱柱：以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂。

1.3.2 流动相：乙腈-0.02mol/L的乙酸铵溶液=20:80。

1.3.3 检测波长：250nm。

1.3.4 理论板数：按甘露糖峰计算应不低于4000。

1.4 校正因子测定：取校正因子溶液（1.1.14项下）400μL，加0.5mol/L的PMP（1-苯基-3-甲基-5-吡啶啉酮）甲醇溶液与0.3mol/L的氢氧化钠溶液各400μL，摇匀，70℃水浴反应100min。再加0.3mol/L的盐酸溶液400μL，摇匀，用三氯甲烷洗涤（用力振摇1min）3次，每次2mL，弃去三氯甲烷液，水层离心，以3000r/min离心5min，取上层水液过滤（0.45μm）于2mL样品瓶中，进样量为10μL，测定后，计算校正因子。

1.5 试样处理：精密称取试样2g，置20mL离心管中，精密加入无水乙醇10mL，摇匀，冷藏1h，取出，离心以4000r/min离心20min，弃去上清液，沉淀加80%乙醇洗涤2次，每次8mL，洗涤时沉淀应充分分散，离心，弃去上清液，沉淀置水浴中挥去残留乙醇，加热水溶解，精密加入内标溶液2mL，转移至50mL容量瓶中，放冷，加水至刻度，摇匀，取续滤液1mL，置4mL样品瓶（顶空瓶）中，加3.0mol/L的盐酸溶液0.5mL，加盖密封，摇匀，110℃水解1h，放冷，用3.0mol/L的氢氧化钠溶液调节pH值至中性，吸取400μL，照校正因子测定方法，自“加0.5mol/L的PMP甲醇溶液”起，依法操作，取上层水液过滤（0.45μm）于2mL样品瓶中，进样量为10μL，测定，即得。

1.6 结果计算

$f = (A_s \times C_r) / (A_r \times C_s)$ 式中：

f—校正因子；

A_s—内标物质峰面积；

A_r—对照品峰面积；

C_s—内标物质浓度；

C_r—对照品浓度。

$C_x = (f \times A_x \times C_s') / A_s'$

式中：

C_x—供试品溶液中甘露糖的浓度，mg/mL；

f—为校正因子

A_x—供试品溶液中甘露糖的峰面积；

A_s'—内标物质的峰面积；

C_s'—内标物质的浓度，mg/mL。

$X = (C_x \times S \times 100) / M$

式中：

X—试样中甘露糖的含量，mg/100g；

C_x—供试品溶液中甘露糖的浓度，mg/mL；

S—稀释倍数；

M—供试品重量，g。

【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“口服溶液剂 口服混悬剂 口服乳剂”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. 木糖醇：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 3. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-