

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190460

九仙尊牌霍山石斛玉竹百合含片

【原料】 霍山石斛、百合、玉竹

【辅料】 D-甘露糖醇、聚维酮K30、薄荷脑、硬脂酸镁、三氯蔗糖

【生产工艺】 本品经提取（霍山石斛，10倍量水煮沸提取3次，每次3h；玉竹，10倍量水煮沸提取3次，分别3、2、2h；百合，10倍量水煮沸提取3次，每次2h）、浓缩、干燥（60±5℃）、粉碎、过筛、混合、制粒、干燥、压片、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】 口服固体药用高密度聚乙烯瓶应符合YBB00122002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	黄棕色至棕褐色
滋味、气味	具产品特有的滋味、气味，无异味
性状	片剂，完整光洁
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
灰分，%	≤9.0	GB 5009.4
溶化性，min	>10	《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
三氯蔗糖, g/kg	≤1.8	GB 22255

【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（以无水葡萄糖计）, mg/100g	≥7000	1 粗多糖的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理：食品中相对分子量大于10000的高分子物质在80%乙醇溶液中沉淀，与水溶液中单糖和低聚糖分离，用碱性二价铜试剂选择性的从其他高分子物质中沉淀具有葡聚糖结构的多糖，用苯酚-硫酸反应，以碳水化合物形成比色测定其含量，其颜色强度与粗多糖中葡聚糖的含量成正比，以此计算食品中粗多糖含量。

1.2 仪器

1.2.1 分光光度计。

1.2.2 离心机。

1.2.3 旋转混匀器。

1.3 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。

1.3.1 乙醇溶液（80%）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

1.3.2 NaOH溶液（100g/L）：称取100g氢氧化钠，加水溶解并稀释至1L，加入固体无水硫酸钠至饱和，备用。

1.3.3 铜试剂储备液：称取3.0g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、30.0g柠檬酸钠，加水溶解并稀释1L，混匀，备用。

1.3.4 铜试剂溶液：取铜试剂储备液50mL，加水50mL，混匀后加入固体无水硫酸钠12.5g并使其溶解。临用新配。

- 1.3.5 洗涤液：取水50mL，加入10mL铜试剂溶液、10mL氢氧化钠溶液，混匀。
- 1.3.6 硫酸溶液（10%）：取100mL浓硫酸加入到800mL左右水中，混匀，冷却后稀释至1L。
- 1.3.7 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。
- 1.3.8 葡聚糖标准储备液：精密称取相对分子质量 5×10^5 、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1mL含10.0mg葡聚糖。
- 1.3.9 葡聚糖标准使用液：吸取葡聚糖标准储备液1.0mL，置于100mL容量瓶中，加水至刻度，混匀，置冰箱中保存。此溶液1mL含葡聚糖0.10mg。
- 1.4 样品处理
- 1.4.1 样品处理：取样品5片，研细，取1.0g，精密称定，置于烧杯中，加少量热水搅拌溶解，转移至50mL容量瓶中，放至室温后加水定容至刻度。混匀，过滤，收集续滤液供沉淀多糖。
- 1.4.2 沉淀粗多糖：准确吸取1.4.1项终滤液2.0mL置于15mL离心管中，加入10mL无水乙醇，混匀放置5min后，以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用80%乙醇溶液8mL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，混匀后准确吸取2mL置于15mL离心管中，加入100g/L氢氧化钠溶液2.0mL、铜试剂溶液2.0mL，沸水浴中煮沸2min，冷却后以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用洗涤液5mL洗涤，离心后弃上清液，反复3次操作后，残渣用10%硫酸溶液2.0mL溶解并转移至25mL容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。此溶液为样品测定液。
- 1.5 标准曲线的绘制：准确吸取葡聚糖标准使用液0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL（相当于葡聚糖0.02、0.04、0.06、0.08、0.10mg）分别置于具塞试管中，准确补充水至1.0mL，加入5%苯酚溶液1mL，小心加入浓硫酸5mL，小心混匀，置沸水浴中煮沸20min，迅速冷却至室温后，用紫外分光光度计在488nm波长处，以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值。以葡萄糖含量为横坐标，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1.0mL置于10mL具塞试管中，加入5%苯酚溶液1mL，混匀，小心加入浓硫酸5mL，小心混匀，置沸水浴中煮沸20min，迅速冷却至室温，用紫外分光光度计在488nm波长处，以试剂空白为参比，1cm比色皿测定吸光度值。从标准线上查出葡萄糖含量，计算样品中粗多糖含量。同时作样品空白实验。
- 1.7 结果计算

$$X = \frac{C \times V_1 \times V_3 \times V_5}{m \times V_2 \times V_4 \times V_6}$$

式中：

- X—样品中粗多糖含量（以无水葡萄糖计），mg/g；
 C—从标准曲线查得样品测定管中粗多糖含量，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 —醇沉后粗多糖溶液体积，mL；
 V_4 —铜试剂处理所用粗多糖溶液体积，mL；
 V_5 —样品测定液总体积，mL；
 V_6 —测定用样品测定溶液体积，mL。

【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”项下片剂的规定。

【原辅料质量要求】

1. 霍山石斛、百合、玉竹、聚维酮K30、薄荷脑、硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. D-甘露糖醇：应符合《关于指定D-甘露糖醇等58个食品添加剂产品标准的公告》（2011年第8号）的规定。
 3. 三氯蔗糖：应符合GB 25531《食品安全国家标准 食品添加剂 三氯蔗糖》的规定。
-