

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20060770

康富来牌铁皮石斛西洋参颗粒

【原料】 铁皮石斛、西洋参

【辅料】 木糖醇

【生产工艺】 本品经提取（铁皮石斛，分别20、15、15倍量水微沸煎煮提取3次，每次2h；西洋参，分别5倍量70%乙醇10~30℃浸泡提取3次，每次48h）、浓缩、混合、制粒、干燥（65℃）、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】 食品用铝箔复合膜应符合GB/T 28118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	黄白色，颜色均匀
滋味、气味	甘而微苦，具本品特有的香气
状态	颗粒状，无吸潮、无结块；无肉眼可见杂质

【鉴别】 薄层鉴别：取本品6g，研细，加乙醇40mL，超声提取10min，滤过，滤液蒸干，残渣加水20mL使溶解，加水饱和的正丁醇振摇提取2次，每次25mL，合并正丁醇提取液，用水洗涤2次，每次10mL，分取正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇1mL使溶解，作为供试品溶液。另取人参皂苷F₁₁对照品、人参皂苷Rb₁对照品、人参皂苷Re对照品、人参皂苷Rg₁对照品，加甲醇制成每1mL各含2mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法[《中华人民共和国药典》]试验，吸取上述两种溶液各2μL，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（13:7:2）在5~10℃放置12h的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。分别置日光和紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点或荧光斑点。

【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
木糖醇，g/100g	80~92.2	GB 5009.279
水分，%	≤5.0	GB 5009.3
灰分，%	≤3.0	GB 5009.4

粒度	不能通过一号筛与能通过5号筛的总和≤15%	《中华人民共和国药典》
溶化性	应全部溶化，允许有轻微浑浊和少量沉淀	《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

【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
总皂苷（以人参皂苷Re计），mg/100g	≥300	1 总皂苷的测定
粗多糖（以葡聚糖计），mg/100g	≥400	2 粗多糖的测定

1 总皂苷的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

1.1 试剂

1.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂，Sigma化学公司、U. S. A.。

1.1.2 正丁醇：分析纯。

1.1.3 乙醇：分析纯。

1.1.4 中性氧化铝：层析用，100～200目。

1.1.5 人参皂苷Re：购自中国食品药品检定研究院。

1.1.6 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。

1.1.7 高氯酸：分析纯

1.1.8 冰乙酸：分析纯

1.1.9 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Re 2.0mg。

1.2 仪器

1.2.1 比色计

1.2.2 层析柱

1.3 实验步骤

1.3.1 试样处理

1.3.1.1 固体试样：称取1.000g左右的试样（根据试样含人参量定），置于100mL容量瓶中，加少量水，超声30min，再用水定容至100mL，摇匀，放置，吸取上清液1.0mL进行柱层析。

1.3.1.2 液体试样：含乙醇的补酒类保健食品，吸取1.0mL试样放水浴挥干，用水浴溶解残渣，用此液进行柱层析。

非乙醇类的液体试样：吸取1.0mL试样（假如浓度高、或颜色深，需稀释一定体积后再取1.0mL）进行柱层析。

1.3.2 柱层析：用10mL注射器作层析管，内装3cmAmberlite-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1.3.1），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。

1.3.3 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。

1.3.4 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“1.3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

1.4 计算：

$$X = (A_1 \times C \times V \times 100 \times 1) / (A_2 \times m \times 1000 \times 1000)$$

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。

2 粗多糖的测定

2.1 仪器

2.1.1 6010分光光度计。

2.1.2 离心机。

2.1.3 旋转混合器。

2.2 试剂

2.2.1 无水乙醇：分析纯。

2.2.2 80%乙醇溶液：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

2.2.3 氢氧化钠溶液（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。

2.2.4 铜试剂储备液：称取3.0g CuSO₄·5H₂O，30.0g柠檬酸钠，加水溶解并稀释至1L，混匀，备用。

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

2.2.6 洗涤剂：取水50mL加入10mL铜试剂溶液、10mL氢氧化钠溶液，混匀。

2.2.7 10%硫酸溶液：取100mL浓硫酸加入到800mL左右水中，混匀，冷却后稀释至1L。

2.2.8 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。

2.2.9 葡聚糖标准储备液：准确称取相对分子量质量5×10⁵已干燥至恒重的葡聚糖标准品0.5000g（购自Sigma化学公司），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。

2.2.10 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。

2.3 样品处理

2.3.1 样品提取：称取混合均匀的固体样品2.0g，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，于沸水浴上加热2h，冷却至室温后补加水至刻度，混匀后，过滤，弃去初滤液，收集余下的滤液供沉淀粗多糖。

2.3.2 沉淀粗多糖：准确吸取2.3.1项终滤液2.0mL，置于10mL离心管中，加入无水乙醇8mL，混匀5min后，以3000r/min离心5min，弃去上清液，残渣用80%（体积分数）乙醇溶液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复操作3~4次。残渣用水溶解并定容至5.0mL，混匀后，供沉淀葡聚糖。

2.3.3 沉淀葡聚糖：准确吸取2.3.2项终溶液2mL置于20mL离心管中，加入100g/L氢氧化钠溶液2.0mL、铜试剂溶液2.0mL溶解并移至5mL容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。此溶液为样品测定液。

2.4 标准曲线的绘制：准确吸取葡聚糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL（相当于葡聚糖0、0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10mg）分别置于比色管中，准确补充水至2.0mL，置沸水浴中煮沸2min，冷却后用分光光度计在485nm波长处以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值，以葡聚糖浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

2.5 样品测定：准确吸取样品测定液2.0mL置于25mL比色管中，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，在旋转混合器上混匀，小心加入浓硫酸10.0mL于旋转混合器上混匀，置沸水浴中煮沸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。从标准曲线上查出葡聚糖含量，计算样品中粗多糖含量，同时做样品空白试验。

2.6 结果计算

$$X = [(M_1 - M_2) \times V_1 \times V_3 \times V_5 \times 100] / (M_3 \times V_2 \times V_4 \times V_6)$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡聚糖计），mg/100g；

M₁—样品测定液中葡聚糖质量，mg；

M₂—样品空白液中葡聚糖质量，mg；

M₃—样品质量，g；

V₁—样品提取液总体积，mL；

V₂—沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；

V₃—粗多糖溶液体积，mL；

V₄—沉淀葡聚糖所用粗多糖溶液体积，mL；

V₅—样品测定液总体积，mL；

V₆—测定用样品测定液体积，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”项下颗粒剂的规定。

【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. 西洋参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

3. 木糖醇：应符合GB 1886.234《食品安全国家标准 食品添加剂 木糖醇》的规定。
