

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20220207

寿仙谷牌猴头菇铁皮石斛黄芪含片

【原料】 铁皮石斛提取物、猴头菇提取物、黄芪提取物

【辅料】 麦芽糊精、木糖醇、胃溶型薄膜包衣预混剂（滑石粉、二氧化钛、聚乙烯醇、羟丙甲纤维素、聚乙二醇6000、黄氧化铁）

【生产工艺】 本品经过筛、混合、制粒、干燥、压片、包衣、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	包衣呈黄色，片芯呈黄色至棕黄色，色泽均匀
滋味、气味	具本品特有的气味，味略甜，无异味
性状	片剂，表面完整，有适宜的硬度
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，%	≤5.0	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

【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
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥15.0	1 粗多糖的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥0.25	2 总皂苷的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理：多糖用苯酚-硫酸反应成有色化合物，其呈色强度与溶液颜色成正比，在波长490nm下比色定量。

1.2 仪器

1.2.1 离心机：4000r/min。

1.2.2 紫外可见分光光度计。

1.2.3 水浴锅。

1.3 试剂

1.3.1 对照品来源纯度：D-无水葡萄糖，来源于中国食品药品检定研究院，纯度99.9%。

1.3.2 葡萄糖标准溶液：取无水葡萄糖对照品适量，精密称定，加水制成每1mL含100μg的溶液，即得。

1.3.3 苯酚液（5%）：取苯酚5.0g，精密称定，加水稀释至100mL，混匀置棕色瓶中，备用。

1.4 测定法

1.4.1 标准曲线制备：精密量取葡萄糖标准溶液（0.1mg/mL）0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0mL分别置于10mL具塞试管中，补水至2.0mL，精密加入5%苯酚溶液1.0mL，摇匀，再精密加浓硫酸5.0mL，摇匀，置25℃水浴放置25min，以相应试剂为空白，用分光光度计在490nm波长处测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

1.4.2 样品液制备：

1.4.2.1 样品提取：样品除去包衣后研细，称取0.5g，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，于沸水浴上加热0.5h，冷却至室温后补加水至刻度，混匀。

1.4.2.2 准确吸取样品液2.0mL于15mL离心管中，边摇晃边缓慢加入10.0mL无水乙醇涡旋混合均匀，4℃以下醇沉过夜，在离心机中以4000r/min离心20min，并小心用吸管将上层液体吸去，用2.0mL热水冲洗离心管中沉淀物，重复醇沉操作1次，残渣用热水分次溶解并定容至10~50mL（使样液含糖量在0.02~0.08mg/mL），作为供试品溶液。

1.4.3 测定：精密量取样品液1.0mL，补水至2mL，照标准曲线制备项下的方法，自“精密加入5%苯酚溶液1.0mL”起，依法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中无水葡萄糖的量，计算，即得。

1.5 结果计算

$$X = \frac{C \times V_1 \times V_3}{W \times V_0 \times V_4 \times 10^6} \times 100$$

式中:

- X—样品中粗多糖的含量, g/100g;
- C—从标准曲线读得粗多糖的重量, μg ;
- W—样品重量, g;
- V_1 —样品定容体积, mL;
- V_2 —醇沉用样品取样体积, mL;
- V_3 —沉淀定容体积, mL;
- V_4 —测定用样品液取样体积, mL。

2 总皂苷的测定

2.1 原理: 皂苷、皂苷元及某些甾类化合物与香草醛高氯酸显色, 在一定的浓度范围内, 其浓度与吸光度呈线性关系, 在波长550nm下比色定量。

2.2 仪器

- 2.2.1 分光光度计。
- 2.2.2 大孔吸附树脂柱。
- 2.2.3 超声波振荡器。

2.3 试剂

本方法所用的试剂除特殊注明外, 均为分析纯; 所用水为双蒸水; 甲醇, 乙醇, 高氯酸, 冰乙酸。

- 2.3.1 D101大孔吸附树脂。
- 2.3.2 中性氧化铝: 100~200目。
- 2.3.3 5%香草醛溶液: 称取5g香草醛, 加冰乙酸溶解并定容至100mL。
- 2.3.4 对照品来源纯度: 人参皂苷Re, 来源于中国食品药品检定研究院, 纯度97.4%。
- 2.3.5 人参皂苷Re标准液: 取人参皂苷Re对照品适量, 精密称定, 加甲醇配制成每1mL含200 μg 的溶液, 即得。

2.4 测定法

- 2.4.1 标准曲线制备: 精密吸取对照品溶液0、0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0mL, 分别置于10mL具塞试管中, 60℃水浴挥干, 加入5%香草醛冰醋酸溶液0.2mL、高氯酸0.8mL, 置60℃水浴中保温15min, 用冷水冷至室温, 加冰醋酸5mL, 摇匀, 静置10min, 以相应试剂作空白对照, 用分光光度计在550nm波长处测定吸光度。以浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标绘制标准曲线。
- 2.4.2 样品溶液的制备: 样品除去包衣后研细, 取约1g, 精密称定, 置100mL容量瓶中, 加60mL水, 超声提取30min, 用水定容至100mL, 摇匀, 滤过, 吸取续滤液1.0mL进行柱层析。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25mL水洗柱, 弃去洗脱液, 精确加入1.0mL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, 备用。
- 2.4.3 显色: 取上述已挥干的蒸发皿, 照标准曲线制备项下方法自“加入5%香草醛冰醋酸溶液0.2mL”起, 依法测定吸光度, 从标准曲线读得总皂苷的重量(μg), 再计算样品中总皂苷的含量。

2.5 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times V_1}{m \times V_2 \times 10^6} \times 100$$

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总皂苷量, μg ;
- V_1 —样品提取液总体积, mL;
- V_2 —样品提取液测定用体积, 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】 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. 铁皮石斛提取物

项 目	指 标

来源	铁皮石斛 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（20倍量水煎煮1次，15倍量水煎煮2次，每次1h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度180℃左右，出风温度95℃-100℃）、过筛（60目）等主要工艺制成
提取率，%	约25
感官要求	浅黄色粉末状，具有本品特有的滋味、气味，气微香，味微甘，有浓厚粘滞感，无异味，无正常视力可见外来异物。
多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥40.0
粒径	全部通过60目筛
水分，%	≤7.0
灰分，%	≤15.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
菌落总数，CFU/g	≤30000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

2. 猴头菇提取物

项 目	指 标
来源	猴头菇 应符合食品安全国家相关标准的规定
制法	经提取（16倍量水煎煮1次，12倍量水煎煮2次，每次1.5h）、浓缩、微波干燥（温度65℃左右，真空度-0.08MPa左右）、粉碎、过筛（60目）等主要工艺制成
提取率，%	约30
感官要求	黄棕色至棕褐色粉末状，具有本品特有的滋味、气味，气微香、味微苦，无异味，无正常视力可见外来异物
多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥5.0
粒度	全部通过60目筛
水分，%	≤7.0
灰分，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
菌落总数，CFU/g	≤30000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

3. 黄芪提取物

项 目	指 标
来源	黄芪 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（8倍量水煎煮2次，每次2h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度180℃左右，出风温度95℃-100℃）、过筛（60目）等主要工艺制成
提取率，%	约30
感官要求	黄白色粉末状，具有本品特有的滋味、气味，气微香、味微甜，无异味，无正常视力可见外

	来异物
皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥1.0
粒径	全部通过60目筛
水分，%	≤7.0
灰分，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
菌落总数，CFU/g	≤30000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

4. 麦芽糊精：应符合GB/T 20884《麦芽糊精》的规定。

5. 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。

6. 胃溶型薄膜包衣预混剂（滑石粉、二氧化钛、聚乙烯醇、羟丙甲纤维素、聚乙二醇6000、黄氧化铁）：应符合沪Q/WS-1-2273-99《胃溶型、肠溶性薄膜包衣预混剂》的规定，来源：滑石粉、二氧化钛、聚乙烯醇、羟丙甲纤维素、聚乙二醇6000、黄氧化铁，制法：经称量、混合、粉碎、过筛、总混、包装等主要工艺制成。
