

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200044

久丽康源牌铁皮石斛红参口服液

【原料】 铁皮石斛、麦冬、红参、五味子

【辅料】 纯化水、木糖醇、柠檬酸、山梨酸钾、安赛蜜

【生产工艺】 本品经提取（铁皮石斛，加8倍量水煎煮2h；再加入红参、麦冬、五味子煎煮1.5h，得滤液；滤渣，加8倍量水煎煮1.5h；合并两次滤液）、浓缩、混合、配制、过滤、灌装、湿热灭菌（115℃，30min）、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】 钠钙玻璃模制药瓶应符合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
滋味、气味	具有本产品特有滋味、气味，无异味
性状	液体，久置有少量轻摇易散沉淀
杂质	无正常视力可见的外来异物

【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	3.0~5.0	《中华人民共和国药典》
可溶性固形物，%	≥5.0	GB/T 12143
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5	GB 5009.12

总砷(以As计), mg/kg	≤0.3	GB 5009.11
山梨酸钾, g/L	≤0.2	GB 5009.28
安赛蜜, g/L	≤0.1	GB/T 5009.140

【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/mL	≤1000	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/mL	≤0.43	GB 4789.3 “MPN计数法”
霉菌和酵母, CFU/mL	≤50	GB 4789.15
沙门氏菌	≤0/25mL	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	≤0/25mL	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（以葡聚糖计），g/100mL	≥0.4	1 粗多糖的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），mg/100mL	≥50	2 总皂苷的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理：样品中相对分子量大于10000的高分子物质在800mL/L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它高分子物质中沉淀具有葡聚糖结构的水溶性多糖，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，以此计算样品中粗多糖含量。

1.2 仪器

1.2.1 721分光光度计。

1.2.2 离心机。

1.2.3 旋转混匀器。

1.3 试剂

1.3.1 80%乙醇。

1.3.2 2.5mol/L NaOH溶液：100g NaOH加蒸馏水稀释定容至1L，加入固体无水硫酸钠至饱和。

1.3.3 Cu贮存液：称取3.0g CuSO₄、30.0g柠檬酸钠加水溶解定容至1L。

1.3.4 Cu应用溶液：取Cu贮存液50mL，加水50mL混匀后加入无水硫酸钠12.5g，现用现配。

1.3.5 洗涤液：取水50mL，加入10mL Cu应用溶液，10mL 2.5mol/L NaOH溶液，混匀。

1.3.6 3.6mol/L H₂SO₄：取100mL浓硫酸用水稀释至1L。

1.3.7 50g/L苯酚溶液：称取5g苯酚，加水溶解并稀释至100mL，混匀备用。

1.3.8 葡聚糖标准应用液：0.1mg/mL，葡聚糖分子量500,000D。

1.4 标准曲线的测定：精密吸取葡聚糖标准应用液0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00、1.50、2.00mL（分别相当于葡聚糖0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10、0.15、0.20mg），补充水至2mL，加入苯酚溶液1.0mL，浓硫酸10mL，混匀，沸水浴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，测定吸光度值，以葡聚糖浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

1.5 样品处理（液体样品直接取100mL样品，置于烧杯中加热浓缩至10mL）

1.5.1 样品提取：称取样品2.0g，加水100mL，沸水浴加热2h，冷却至室温。定容至200mL，混匀后过滤，弃初滤液，收集续滤液。

1.5.2 沉淀粗多糖：精密取上述滤液100mL，置于烧杯中，加热浓缩至10mL，冷却后，加入无水乙醇40mL，将溶液转至离心管中以3000r/min离心5min，弃上清液，残渣用80%乙醇洗涤3次，残渣供沉淀葡聚糖之用。

1.5.3 沉淀葡聚糖：上述残渣用水溶解，并定容至50mL，混匀后过滤，弃初滤液后，取滤液2.0mL于10mL离心管中，加入2.5mol/L NaOH 2.0mL、Cu应用溶液2.0mL，沸水浴中煮沸2min，冷却后以3000r/min离心5min，弃上清液，残渣用洗涤液洗涤3次，残渣供测定葡聚糖之用。

1.6 样品测定：上述残渣用2.0mL 3.6mol/L H₂SO₄溶解，用水定容至100mL。精密吸取2.0mL，置于25mL比色管中，加入1.0mL 苯酚溶液、10mL浓硫酸，沸水浴煮沸2min，冷却比色。从标准曲线上查得相应含量，计算粗多糖含量。

1.7 结果计算

$$X = \frac{(W_1 - W_2) \times V_2 \times V_4}{M \times V_1 \times V_3 \times V_5}$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡聚糖计），mg/mL；

W₁—样品测定液中葡聚糖的质量，mg；

W₂—样品空白液中葡聚糖的质量，mg；

M—样品质量，g；

V₁—沉淀粗多糖所用样品体积，mL；

V₂—粗多糖溶液体积，mL；

V₃—沉淀葡聚糖所用粗多糖溶液体积，mL；

V₄—样品测定液总体积，mL；

V₅—测定用样品测定液体积，mL。

2 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））

2.1 试剂

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

2.1.2 正丁醇：分析纯。

2.1.3 乙醇：分析纯。

2.1.4 中性氧化铝：层析用，100~200目。

2.1.5 人参皂苷Re：购自中国食品药品检定研究院。

2.1.6 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。

2.1.7 高氯酸：分析纯

2.1.8 冰乙酸：分析纯

2.1.9 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Re2.0mg。

2.2 仪器

2.2.1 比色计

2.2.2 层析柱

2.3 实验步骤

2.3.1 试样处理

2.3.1.1 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。

2.3.1.2 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。

2.3.2 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2.3.1），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。

2.3.3 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。

2.3.4 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“2.3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

2.4 计算：

$$X = \frac{A_1}{A_2} \times C \times \frac{V}{m} \times \frac{100}{1000} \times \frac{1}{1000}$$

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。

【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. 麦冬：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 3. 红参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 4. 五味子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 5. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 6. 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。
 7. 柠檬酸：应符合GB 1886.235《食品安全国家标准 食品添加剂 柠檬酸》的规定。
 8. 山梨酸钾：应符合GB 1886.39《食品安全国家标准 食品添加剂 山梨酸钾》的规定。
 9. 安赛蜜：应符合GB 25540《食品安全国家标准 食品添加剂 乙酰磺胺酸钾》的规定。
-