

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200053

华夏先葆®铁皮石斛西洋参红参颗粒

- 【原料】 铁皮石斛、西洋参、绿茶提取物、红参
- 【辅料】 麦芽糊精、甘露糖醇、木糖醇
- 【生产工艺】 本品经提取（10倍量水煎煮提取3次，每次2h）、浓缩、干燥（60～80℃，0.06～0.08MPa）、粉碎、过筛、制粒、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】 复合膜应符合GB/T 21302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，色泽均匀
滋味、气味	具有本产品特有滋味、气味，无异味
性状	颗粒剂，无结块，或有少许细粉
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
溶性性	应全部溶化或轻微浑浊	《中华人民共和国药典》
粒度	不能通过一号筛与能通过五号筛的	《中华人民共和国药典》

	总和不得超过15%	
水分, %	≤6.0	GB 5009.3
灰分, %	≤5.0	GB 5009.4
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

【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), mg/100g	≥100.0	1 粗多糖的测定
总皂苷(以人参皂苷Re计), g/100g	≥0.7	2 总皂苷的测定
茶氨酸, g/100g	≥0.4	3 茶氨酸的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理: 多糖经乙醇沉淀分离后, 去除其他可溶性糖及杂质的干扰, 再与苯酚-硫酸作用成橙红色化合物, 其呈色强度与溶液中糖的浓度成正比, 在485nm波长下比色定量。

1.2 试剂

除特殊注明外, 本方法所用试剂均为分析纯, 实验用水为双蒸水。

1.2.1 无水乙醇、无水葡萄糖、苯酚、硫酸。

1.2.2 80% (V/V) 乙醇溶液。

1.2.3 葡萄糖标准液: 准确称取干燥恒重的分析纯葡萄糖0.5000g加水溶解, 并定容至50mL, 此溶液1mL含10mg葡萄糖, 用前稀释100倍为使用液(0.1mg/mL)。

1.2.4 5%苯酚溶液(W/V): 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。

1.2.5 浓硫酸（比重1.84）。

1.2.6 0.2mol/L磷酸盐缓冲液（pH6.5）：31.5mL（0.2mol/L）磷酸氢二钠与68.5mL（0.2mol/L）磷酸二氢钠混合。

1.3 仪器

1.3.1 离心机：4000r/min。

1.3.2 离心管：50ml或具塞15mL。

1.3.3 分光光度计。

1.3.4 水浴锅。

1.3.5 旋涡混合器。

1.4 标准曲线的制备：准确吸取葡萄糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL（相当于葡萄糖0、0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10mg），置于25mL比色管中，补加水至2.0mL，加入5%苯酚溶液1.0mL，在旋涡混合器上混匀，小心加入浓硫酸10mL，在旋涡混合器上小心混匀，置沸水浴中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。以葡萄糖质量为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

1.5 样品处理

1.5.1 样品提取：称取样品1.0~2.0g，置于100mL的容量瓶中，加水80mL左右，于沸水浴中加热15min，冷却至室温后补加水至刻度（ V_1 ），混匀后过滤，弃去初滤液，收集余下滤液，即为样品提取液。取50mL样品提取液置于100mL具塞锥形瓶中冷却至60℃以下，加适量糖化酶（如葡萄糖苷酶）（约为样液体积的1%）水解60min后取出，于电炉上小心加热至沸（灭酶），冷却，定容，过滤，取滤液沉淀粗多糖。

1.5.2 沉淀粗多糖：准确吸取上述所得滤液5.0mL（ V_2 ），置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL（或8mL），混匀，于4℃冰箱静置4小时以上，以4000r/min离心5min，弃去上清液，残渣用80%（V/V）乙醇溶液数毫升洗涤，离心后弃去上清液，反复操作3次。残渣用水溶解并定容至10~25mL（ V_3 ）（根据糖浓度而定）。

1.6 样品测定：准确吸取上液适量（ V_4 ）（含糖0.02~0.08mg）置于25mL比色管中，补加水至2.0mL，然后按（1.4）法测定吸光度值。从标准曲线上查出葡萄糖含量，计算样品中粗多糖含量。

1.7 结果计算

$$X = \frac{W_1 \times V_1 \times V_3}{W_2 \times V_2 \times V_4} \times 0.9 \times 100$$

式中：

X—样品中粗多糖的含量，mg/100g（mL）；

W_1 —样品测定液中葡萄糖的质量，mg；

W_2 —样品质量，mg或mL；

V_1 —样品提取液中总体积，mL；

V_2 —沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；

V_3 —粗多糖溶液体积，mL；

V_4 —测定用样品液体积，mL；

0.9—葡萄糖换算为粗多糖的系数。

2 总皂苷的测定

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。

2.2 仪器

2.2.1 比色计。

2.2.2 层析柱。

2.3 标准品溶液制备：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。

2.4 样品溶液制备：称取3.0g左右的试样，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。

2.5 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2.4），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。

2.6 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。

2.7 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“2.5柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

2.8 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。

3 茶氨酸的测定

3.1 原理：将试样中的茶氨酸用水提取，使用等度洗脱反相高效液相色谱进行分离，紫外检测器（UV）检测，根据色谱峰的保留时间定性，外标法定量，适用于红茶、绿茶及以茶为原料生产的保健食品中茶氨酸的高效液相色谱测定方法。

3.2 试剂

3.2.1 实验用水为去离子水。

3.2.2 三氟乙酸：分析纯。

3.2.3 高效液相色谱流动相：等度淋洗。

3.2.4 茶氨酸标准品：含量大于98%（HPLC）。

3.3 仪器

3.3.1 高效液相色谱仪：双高压输液泵，附紫外检测器。

3.3.2 水浴锅。

3.4 色谱条件

3.4.1 色谱柱：反相C₁₈柱，5μm，100Å，4.6×250mm。

3.4.2 紫外检测器：检测波长203nm。

3.4.3 等度淋洗条件：pH=3.0的三氟乙酸水溶液；流速：1mL/min。

3.4.4 柱温：35℃。

- 3.5 标准溶液的配制：准确称取3.5mg茶氨酸对照品，溶于水中，用10mL容量瓶定容，摇匀，此标准溶液浓度为0.35mg/mL。
- 3.6 标准曲线的绘制：分别取标准溶液2，4，6，10，12μL进行HPLC分析，用峰面积对进样体积绘制茶氨酸的标准回归曲线。
- 3.7 样品处理：准确称取1.0克粉碎试样，加入30mLH₂O，在80℃的水浴锅上加热40min，冷却，离心，过滤后，滤液加水定容至50mL，试样溶液过0.45μm水膜，滤液进行色谱分析。
- 3.8 取10μL试样净化液进行高效液相色谱分析，以绝对保留时间定性，用峰面积通过茶氨酸的标准曲线定量计算试样中茶氨酸的含量。
- 3.9 结果计算

$$X = \frac{C \times 50 \times 100}{m \times 1000}$$

式中：

X—试样中茶氨酸的含量，g/100g；

C—试样溶液中茶氨酸的含量，mg/mL；

m—试样质量，g。

分析结果保留三位有效数字。

【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“颗粒剂”的规定。

【原辅料质量要求】

- 铁皮石斛：应符合《中华人民共和国药典》中“铁皮石斛”项下的规定。
- 西洋参：应符合《中华人民共和国药典》中“西洋参”项下的规定。
- 绿茶提取物

项 目	指 标
来源	绿茶
制法	经提取（10倍量水60℃提取2次，每次2h）、过滤纯化、真空浓缩（50℃，浓缩至比重1.10左右）、喷雾干燥（喷口温度140℃，塔底温度90℃）等主要工艺加工制成
提取率，%	约5
感官要求	棕黄色，本品特有滋味、气味，无异味，粉末状，无肉眼可见杂质
L-茶氨酸，%	≥10.0
粒度	100%过80目筛
水分，%	≤8.0
灰分，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
镉（以Cd计），mg/kg	≤0.5
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
菌落总数，CFU/g	≤30000

大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50

4. 红参：应符合《中华人民共和国药典》中“红参”项下的规定。
 5. 麦芽糊精：应符合GB/T 20884《麦芽糊精》的规定。
 6. 甘露糖醇：应符合GB 1886.177《食品安全国家标准食品添加剂 D-甘露糖醇》的规定。
 7. 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。
-