

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190436

九斛堂牌铁皮石斛三七黄精咀嚼片

- 【原料】 黄精、铁皮石斛、三七
- 【辅料】 乳糖、β-环状糊精、硬脂酸镁、甜菊糖苷
- 【生产工艺】 本品经粉碎、提取（黄精和铁皮石斛用10倍量水煎煮提取2次，每次2h；三七用8倍量70%乙醇回流提取2次，每次2h）、浓缩、减压干燥（-0.08MPa，60℃）、混合、制粒、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	浅灰至灰褐色，色泽均匀
滋味、气味	具本品应有滋味、气味，无异味
性状	片剂，完整光洁，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，g/100g	≤5	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
六六六, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.1	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
总皂苷（以人参皂苷Re计）， g/100g	≥1.8	1 总皂苷的测定
粗多糖（以葡聚糖计）， g/100g	≥0.7	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Re2.0mg。 1.2 仪器 1.2.1 紫外分光光度计 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； A_1 —被测液的吸光度值； A_2 —标准液的吸光度值；C—标准管人参皂苷Re的量， μ g；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 离心机：4000r/min。 2.1.2 离心管：50mL或具塞15mL。 2.1.3 分光光度计。 2.1.4 水浴锅。 2.1.5 旋涡混合器。 2.2 试剂 实验用水为双蒸水；所用试剂为分析纯级。

2.2.1 无水乙醇。 2.2.2 80% (V/V) 乙醇溶液。 2.2.3 葡聚糖标准液：准确称取干燥恒重的分析纯葡聚糖0.5000g加水溶解并定容至50mL，此溶液1mL含10mg 葡聚糖，用前稀释100倍为使用液（0.1mg/mL）。 2.2.4 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。 2.2.5 浓硫酸（比重1.84）。 2.2.6 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。 2.3 样品处理 2.3.1 样品提取：取本品研细，取细粉2g，精密称定，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，于沸水浴中加热1h，冷却至室温后补加水至刻度（ V_1 ），混匀后过滤，弃去初滤液，收集余下滤液供沉淀粗多糖。 2.3.2 酶解：取50mL（ V_2 ）样品提取液置100mL具塞锥形瓶中，冷却至60℃以下，加0.5mL0.2M磷酸盐缓冲液和适量的糖化酶（如葡萄糖苷酶），约为样液体积的1%，于60℃以下水解60min后取出（用碘液检验是否水解完全，如不完全可延长水解时间至酶解液加碘液不变蓝色为止），于电炉上小心加热至沸（灭酶），冷却，定容为100mL（ V_3 ），过滤，取滤液沉淀粗多糖。 2.3.3 沉淀粗多糖：准确吸取上滤液5mL（ V_4 ），置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀，于4℃冰箱静置4h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10mL（ V_5 ）。 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、0.1mg）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。以葡聚糖质量为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。 2.5 样品测定：准确吸取上液1.0mL（ V_6 ）置于25mL比色管中，补加水至2.0mL，然后按照2.4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。 2.6 结果计算 $X = (M_1 \times V_1 \times V_3 \times V_5 \times 100) / (M_2 \times V_2 \times V_4 \times V_6)$ 式中：X—样品中粗多糖含量（以葡聚糖计），mg/100g； M_1 —由标准曲线查得样品液中葡聚糖质量，mg； M_2 —样品质量，g； V_1 —样品提取液总体积，mL； V_2 —酶解所用样品提取液体积，mL； V_3 —酶解后样品溶液定容体积，mL； V_4 —沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL； V_5 —粗多糖溶液体积，mL； V_6 —测定用样品液体积，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. 黄精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
2. 铁皮石斛：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
3. 三七：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
4. 乳糖：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
5. β -环状糊精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
6. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
7. 甜菊糖苷：应符合GB 8270《食品安全国家标准 食品添加剂 甜菊糖苷》的规定。
