

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20230020

方回春堂[®]人参铁皮石斛膏

【原料】 大枣、白扁豆、人参、铁皮石斛、黄芪、麦冬

【辅料】 纯化水

【生产工艺】 本品经提取（9/10人参、黄芪、麦冬加70%乙醇浸泡30min后回流提取2次，每次10倍溶剂2h；人参等药渣与铁皮石斛、白扁豆、大枣合并，加水浸泡30min后煎煮3次，每次8倍水2h，分别过滤、合并滤液）、浓缩、制膏（1/10人参粉碎成细粉与两清膏混合，至相对密度为1.30~1.35，50℃）、过筛、灌装、灭菌（121℃，20min）、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】 食品罐头瓶应符合QB/T 4594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	深棕色
滋味、气味	味甘微苦，具本品特有的人参香味、无焦味
性状	浸膏剂，稠厚半固体膏状物
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
相对密度（20℃）	≥1.30	GB 5009.2 “第一法 密度瓶法”
灰分，%	≤6.0	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

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	≥600	1 总皂苷的测定
粗多糖（以葡聚糖计），g/100g	≥4.0	2 粗多糖的测定

1 总皂苷的测定

1.1 试剂

- 1.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂。
- 1.1.2 甲醇：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，加冰乙酸溶液并定容至100mL，摇匀，即得。
- 1.1.7 高氯酸：分析纯。
- 1.1.8 冰乙酸：分析纯。

1.2 仪器

- 1.2.1 紫外-可见分光光度计。
- 1.2.2 层析柱。
- 1.2.3 水浴锅。

1.3 标准品溶液的制备：精确称取人参皂苷Re标准品0.020g，加甲醇溶解并定容至10.0 mL，摇匀，即得即每1mL含人参皂苷Re2.0mg的溶液。

1.4 样品溶液的制备：称取5g左右的试样（精确至0.001g），用热水溶解，转移至100mL容量瓶中，加60 mL水，超声30min，然后用水定容至100mL，摇匀，放置，吸取上清液0.5mL置已经处理好的大孔树脂层析柱（层析柱：用10mL注射器，内装3cm Amberlite-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，备用）上，用25mL的水洗柱，以洗去糖份等水溶性杂质，弃去洗脱液，再用25mL70%乙醇洗脱，收集乙醇洗脱液于蒸发皿中，水浴挥干后，准确加入0.2mL5%香草醛冰乙酸溶液，转动蒸发皿，使残渣溶解，再加0.8mL高氯酸，混匀后移入具塞刻度玻璃管中，置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，即得。

1.5 标准比色溶液：吸取人参皂苷Re标准溶液（2.0mg/mL）100μL置于10mL试管中，放在水浴挥干（低于60℃），或热风吹干（勿使过热），自“准确加入0.2mL5%香草醛冰乙酸溶液”起，以下操作同样品溶液

制备。

1.6 测定：取样品溶液、标准比色溶液，以1cm比色池，于560nm波长处，测定吸光度值。

1.7 结果计算

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

式中：

X—样品中总皂苷量（以人参皂苷Re计），g/100g；

A_1 —被测液的吸光度值；

A_2 —标准比色溶液的吸光度值；

C—标准比色溶液人参皂苷Re的量， μg ；

V—样品稀释体积，mL；

m—样品称样量，g。

2 粗多糖的测定

2.1 原理：品中相对分子量 $>1 \times 10^4$ 的高分子物质在80%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他高分子物质中沉淀具有葡聚糖结构的多糖，用苯酚-硫酸反应以碳水化合物形成比色测定其含量，其显色强度与粗多糖中葡聚糖的含量成正比，以此计算食品中粗多糖含量。

2.2 仪器

2.2.1 分光光度计。

2.2.2 离心机（3000r/min）。

2.2.3 旋转混匀器。

2.3 试剂

本方法所用试剂除特殊注明外，均为分析纯；所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

2.3.1 乙醇溶液（80%）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

2.3.2 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。

2.3.3 铜试剂储备液：称取3.0g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ，30.0g柠檬酸钠，加水溶解并稀释至1L，混匀，备用。

2.3.4 铜试剂溶液：取铜试剂储备液50mL，10mL氢氧化钠溶液，混匀。

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

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

2.3.7 苯酚溶液（50g/L）：称取精制苯酚5.0g，加水溶液并稀释至100mL，混匀。溶液置冰箱中可保存1个月。

2.4 标准品溶液的制备

2.4.1 葡聚糖标准储备液：准确称取相对分子质量 5×10^5 已干燥至衡中的葡聚糖标准品0.5000g，加水溶解，并定容至50mL，混匀，即得每1mL含10.0mg葡聚糖的溶液，置冰箱中保存。

2.4.2 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，即得每1mL含葡聚糖0.10mg的溶液，置冰箱中保存。

2.5 样品溶液的制备

2.5.1 样品提取溶液：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，于沸水浴中加热2h，冷却至室温后补加水至刻度，混匀后，过滤，弃去初滤液，收集续滤液供沉淀多糖用。

2.5.2 沉淀粗多糖溶液：准确吸取2.5.1项续滤液5.0mL置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀5min后，以3000r/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3~4次。残渣用水溶解并定容至5.0mL，混匀后，供沉淀葡聚糖。

2.5.3 沉淀葡聚糖溶液：准确吸取2.5.2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，沸水浴中煮沸2min，冷却，以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用洗涤液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复操作3次。残渣用10%（v/v）硫酸溶液2.0mL溶解并转移至50mL容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。此溶液为样品测定液。

2.6 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25mL比色管中，准确补充水至2.0mL，加入

50g/L苯酚溶液1.0mL，在旋转混匀器上混匀，小心加入浓硫酸10mL，于旋转混匀器上小心混匀，置沸水浴中2min，冷却，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。

2.7 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，在旋转混匀器上混匀，小心加入浓硫酸10mL，于旋转混匀器上小心混匀，置沸水浴中2min，冷却，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。从标准曲线上查出葡聚糖含量，计算样品中粗多糖含量，同时做样品空白实验。

2.8 结果计算

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times V_1 \times V_3 \times V_5}{m_3 \times V_2 \times V_4 \times V_6}$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡聚糖计），mg/g；

m₁—样品测定液中葡聚糖的质量，mg；

m₂—样品空白液中葡聚糖质量，mg；

m₃—样品称样量，g；

V₁—样品提取溶液总体积，mL；

V₂—沉淀粗多糖所用样品提取溶液体积，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—测定用样品测定溶液体积，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“流浸膏剂与浸膏剂”的规定。

【原辅料质量要求】

大枣、白扁豆、人参、铁皮石斛、黄芪、麦冬、纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
