

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20220313

济公缘牌铁皮石斛西洋参番茄红素油树脂软胶囊

【原料】 铁皮石斛、西洋参、番茄红素油树脂

【辅料】 明胶、纯化水、大豆油、甘油、蜂蜡、维生素E（dl- α -醋酸生育酚）

【生产工艺】 本品经提取（铁皮石斛，加15倍量水100℃提取3次，每次2h；西洋参，加10倍量70%食用酒精80℃提取3次，分别1.5h、1h、1h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进口温度160-180℃，出口温度85-115℃）、过筛、混合、均质、压丸、干燥、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】 包装瓶应符合YBB00122002的规定，封口材料应符合YBB00212004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	囊皮呈无色，内容物呈红棕色
滋味、气味	味苦，具有本品特有的滋味、气味
性状	软胶囊，外表光洁、表皮厚薄均匀，无气泡、无破损、无瘪囊；内容物为膏状
杂质	无正常视力可见外来异物

【鉴别】

取样品5粒加三氯甲烷-甲醇（9:1）混合溶液15mL，超声处理20分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取铁皮石斛对照药材1g，同法制成对照药材溶液，照薄层色谱法试验，吸取上述两种溶液各2~5 μ L，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-甲酸乙酯-甲酸（6:3:1）为展开剂展开，取出，烘干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在95℃加热约3分钟，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【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，%	≤ 10	GB 5009.4
崩解时限，min	≤ 60	《中华人民共和国药典》

酸价, mgKOH/g	≤10.0	GB 5009.229
过氧化值, mmol/kg	≤7.5	GB 5009.227
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
黄曲霉毒素B ₁ , μg/kg	≤5.0	GB 5009.22

【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
番茄红素, mg/100g	≥600	1 番茄红素的测定
粗多糖(以葡萄糖计), g/100g	≥3.5	2 粗多糖的测定
总皂苷(以人参皂苷Re计), g/100g	≥1.5	3 总皂苷的测定

1 番茄红素的测定

1.1 试剂

- 1.1.1 甲醇: 分析纯。
- 1.1.2 甲苯: 分析纯。
- 1.1.3 无水乙醇: 分析纯。
- 1.1.4 苏丹红 I 色素: 精制品。

1.2 仪器

- 1.2.1 实验室常规仪器。
- 1.2.2 分光光度计: 波长范围360nm-600nm, 精度±3nm。

1.3 分析步骤

1.3.1 标准曲线绘制

1.3.1.1 标准溶液的配制: 称取0.025g苏丹红 I 色素, 精确到0.1mg, 用少量无水乙醇溶解, 定量移入50 mL容量瓶中, 并用无水乙醇稀释至刻度, 摇匀。

1.3.1.2 绘制标准曲线: 准确吸取标准溶液0.26、0.52、0.78、1.04、1.30mL, 分别注入一组50mL容量

瓶中，用无水乙醇稀释至刻度，摇匀，即相当于0.5、1.0、1.5、2.0、2.5μg/mL番茄红素标准溶液浓度。然后，依次注入1cm比色皿中，在番茄红素抽提液的最大吸收波长下（约485nm），以无水乙醇为空白溶液，分别测定吸光度。以测得的吸光度为纵坐标，苏丹红 I 色素标准溶液所相当的番茄红素浓度为横坐标，绘制标准曲线。或者建立线性回归方程。

1.3.2 试样中番茄红素的提取

1.3.2.1 取样称取试样0.1g，精确至0.1mg，置于10mL小烧杯中。

1.3.2.2 清除黄色素：在盛有试样的小烧杯中加入少量甲醇，立即用玻璃棒充分搅拌，抽提番茄酱中的黄色素。将抽提液移入带滤纸的玻璃漏斗中过滤。烧杯里剩余的残渣再加入少量甲醇，重复上述操作，直至滤液无色，弃去滤液。保留残渣备用。

1.3.2.3 提取番茄红素：按以上步骤，分数次用少量甲苯提取残渣中的番茄红素，直至滤液无色为止。将滤液收集于50mL棕色容量瓶中，并用甲苯定容，摇匀，再从中取出2.0mL用甲苯稀释到10.0mL即为番茄红素提取液。

1.3.3 测定：将上述提取液注入1cm比色皿中，在最大吸收波长下（约485nm），以甲苯为空白溶液，用分光光度计测定其吸光度。从标准曲线中查得试样提取液中番茄红素的浓度。

1.4 结果计算

$$X = \frac{C \times 50 \times 10 \times 100}{m \times 2 \times 1000000}$$

式中：

X—试样中番茄红素含量，g/100g；

C—试样色素提取液中番茄红素的浓度，μg/mL；

m—试样质量，g。

2 粗多糖的测定

2.1 仪器与试剂

2.1.1 754型紫外可见分光光度计、水浴锅、离心机。

2.1.2 葡萄糖标准溶液：标准品：D-无水葡萄糖（中国食品药品检验研究院）。精确称取干燥至恒重的葡萄糖100mg，置100mL容量瓶中，加蒸馏水溶解并稀释至刻度，冰箱保存，临用时取1.0mL稀释到10.0mL。

2.1.3 5%苯酚溶液（临用前配制）。

2.2 测定方法

2.2.1 标准曲线制备：准确吸取葡萄糖标准溶液0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0mL分别置于25mL具塞试管中，各加蒸馏水至2.0mL，再加苯酚溶液1.0mL，摇匀，滴加浓硫酸5.0mL，摇匀，沸水浴加热5min。另以蒸馏水2mL加苯酚和硫酸同上操作做空白对照。于490nm处测吸光度值，绘制标准曲线。

2.2.2 样品液制备与测试：称取1g左右的试样，置于离心管中加石油醚5mL，振摇，超声10min，以3000r/min离心10min，弃去上清液，残渣加热水80mL左右溶解，置放入100mL容量瓶中，超声30min，再用水定容至100mL，摇匀，放置。精确吸取样品上清液2mL置15mL离心管中，精密加入无水乙醇10mL，摇匀放置2h。3000r/min离心20min。弃去上清液，沉淀物用蒸馏水溶解并洗入25mL容量瓶中定容备用。

2.2.3 比色液：吸取样品备用液1.0mL，加水至2mL，加1.0mL5%苯酚液、加5mL硫酸，在沸水浴中加热5min。取出，自然冷却放置25min，比色测定吸光度，查标准曲线得样品液中葡萄糖含量(μg)。

2.3 计算：

$$X(g/100g) = \frac{C \times V_1 \times V_3 \times 100}{m \times V_2 \times V_4 \times 1000000}$$

式中：

X—样品中粗多糖的含量（以葡萄糖计），g/100g；

V₁—样品定容体积，mL；

V₂—样品定溶液取样体积，mL；

V₃—沉淀定容体积，mL；

V₄—测定用样液体积，mL；

m—样品重量，g；

C—标准曲线查得样品液中葡萄糖含量，μg。

3 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））

3.1 试剂

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

3.1.2 正丁醇：分析纯。

3.1.3 乙醇：分析纯。

3.1.4 中性氧化铝：层析用，100~200目。

3.1.5 人参皂苷Re：购自中国食品药品检定研究院。

3.1.6 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。

3.1.7 高氯酸：分析纯

3.1.8 冰乙酸：分析纯

3.1.9 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。

3.2 仪器

3.2.1 比色计。

3.2.2 层析柱。

3.3 实验步骤

3.3.1 试样处理

3.3.1.1 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。

3.3.1.2 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。

3.3.2 柱层析：用10mL注射器作层析管，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，精确加入1.0mL已处理好的试样溶液（见3.3.1），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。

3.3.3 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。

3.3.4 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“3.3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

3.4 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“胶囊剂”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. 西洋参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

3. 番茄红素油树脂

项 目	指 标
来源	番茄酱
制法	食品级乙酸乙酯预热至50℃分4批加入番茄酱中，每批加入后浸提15-20min，过滤取滤液，薄膜蒸发器中浓缩并回收乙酸乙酯，浓缩液-6~-12℃结晶，40-50℃、真空度0.08MPa、时间≥24h条件下脱溶得高浓度结晶番茄红素，加入植物油调配、过滤、包装而成
感官要求	深红色油状液体，具有番茄特有的滋味、气味，无正常视力可见外来异物
番茄红素，%	≥5.0
黄曲霉毒素B ₁ ，μg/kg	≤5
酸价，mgKOH/g	≤3
过氧化值，mmol/kg	≤7.5
总有机物残留量，%（以正己烷计）	≤0.0050
灰分，%	≤1.0
水分，%	≤5
总砷（以As计），mg/kg	≤0.3
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5
乐果，mg/kg	≤0.05
倍硫磷，mg/kg	≤0.01
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/100g	≤40
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g
志贺氏菌	≤0/25g

4. 明胶：应符合GB 6783《食品安全国家标准 食品添加剂 明胶》的规定。

5. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 大豆油：应符合GB/T 1535《大豆油》的规定。

7. 甘油：应符合GB 6783《食品安全国家标准 食品添加剂 甘油》的规定。

8. 蜂蜡：应符合GB/T 24314《蜂蜡》的规定。

9. 维生素E（dl- α -醋酸生育酚）：应符合GB 14756《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素E（dl- α -醋酸生育酚）》的规定。