

国家市场监督管理总局  
保健食品产品技术要求

国食健注G20220319

博苗氏®铁皮石斛人参提取物片

【原料】 铁皮石斛粉（经辐照）、人参提取物

【辅料】 微晶纤维素、羧甲淀粉钠、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经过筛、混合、制粒、干燥、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
撒在	浅黄棕色至棕色
滋味、气味	具有本品特有的滋味和气味，无异味
性状	完整片剂
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
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
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤4.0	GB 5009.4
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
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	≥1.5	1 总皂苷的测定
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥6.0	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, 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: 购自中国药品生物制品检定所。

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 人参皂苷标准溶液: 精确称取人参皂苷Re标准品20mg, 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 比色计。

1.2.2 层析柱

### 1.3 实验步骤

1.3.1 样品处理: 称取1.000g左右的样品, 放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。

1.3.2 柱层析: 用10mL注射器作层析管, 内装3cm高的AmberLite-XAD-2大孔树脂, 上加1cm高的中性氧化铝。先用25mL 70%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已处理好的样品溶液(见1.3.1), 用25mL的水洗柱, 以洗去糖份等水溶性杂质, 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0.2mL 5%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, 混匀后称入5mL带塞离心管中, 放在60℃以下的水浴加热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，与样品相同。测定吸光度值。

#### 1.4 计算

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

式中：

X—样品中总皂苷量(以人参皂苷Re计)，g/100g；

A<sub>1</sub>—标准液的吸光度值；

A<sub>2</sub>—标准液的吸光度值；

C—标准管人参皂苷Re的量，μg

V—样品稀释体积，mL；

m—样品质量，g。

计算结果保留二位有效数字。

## 2 粗多糖的测定

2.1 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。

### 2.2 仪器

2.2.1 离心机：4000r/min。

2.2.2 离心管：50mL或具塞15mL。

2.2.3 分光光度计。

2.2.4 水浴锅。

2.2.5 漩涡混合器。

### 2.3 试剂

实验用水为双蒸水，所用试剂为分析纯级。

2.3.1 无水乙醇。

2.3.2 80% (V/V) 乙醇溶液。

2.3.3 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）。

2.3.4 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。

2.3.5 浓硫酸（比重1.84）。

2.3.6 0.2mol/L磷酸盐缓冲液（pH 6.5）：31.5mL（0.2mol/L）磷酸氢二钠与68.5mL（0.2mol/L）磷酸二氢钠混合。

### 2.4 测定步骤

2.4.1 样品提取：称取混合均匀的固体样品1.0-2.0g，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，于沸水浴中加热1小时（如保健食品添加的已是多糖提取物，则加热15min），冷却至室温后补加水至刻度（V<sub>1</sub>），混匀后过滤，弃去初滤液，收集余下滤液供沉淀粗多糖。

2.4.2 沉淀粗多糖：准确吸取上滤液（或液体样品）5.0mL（V<sub>2</sub>），置于50mL离心管中（或2.0mL于15mL具塞离心管中），加入无水乙醇20mL（或8mL），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10-25mL（V<sub>3</sub>）（根据糖浓度而定）。

2.4.3 标准曲线的绘制：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，在漩涡混合器上混匀，小心加入浓硫酸10.0mL，于漩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波长处以试剂空白溶液为参比，1cm比色杯测定吸光度值。以葡萄糖质量为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

2.4.4 样品测定：准确吸取上液适量（V<sub>4</sub>）（含糖0.02-0.08mg）置于25mL比色管中，补加水至2.0mL，然后按2.4.3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。

### 2.5 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times V_1 \times V_3}{m_2 \times V_2 \times V_4} \times 0.9 \times 100$$

式中：

- X—样品中粗多糖含量，mg/100g(mL)；
- $m_1$ —样品测定液中葡萄糖的质量，mg；
- $m_2$ —样品质量，g或mL；
- $V_1$ —样品提取液总体积，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系数。

**【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. 铁皮石斛粉（经辐照）

项 目	指 标
来源	铁皮石斛
制法	经净选、切段（长为3-4cm）、烘干（60℃）、粉碎(15min)、过筛（80目）、包装、辐照灭菌（ <sup>60</sup> Co, 6kGy）、检验合格后入库等主要工艺制成
得率，%	20左右
感官要求	淡黄色至淡棕黄色粉末
水分，%	≤12.0
总灰分，%	≤6.0
多糖，%	≥25
甘露糖，%	15.0-38.0
酸不溶性灰分，%	≤1.0
醇溶性浸出物，%	≤6.5
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

2. 人参提取物

项 目	指 标
来源	人参
制法	经净选、提取（8倍量70%乙醇回流提取3次，分别2.0h、2.0h、1.0h）、过滤、真空浓缩、回收乙醇、真空干燥（温度60-70℃，0.07-0.08MPa）、粉碎、过筛（80目）、包装、检验、成品入库等主要工艺制成
得率，%	12.0
感官要求	淡黄色至棕黄色粉末
皂苷，%	≥10
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
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
沙门氏菌	≤0/25g

金黄色葡萄球菌

≤0/25g

3. 微晶纤维素：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
  4. 羧甲淀粉钠：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
  5. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-