

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20210115

森山牌铁皮石斛灵芝西洋参颗粒

【原料】 铁皮石斛、麦冬、西洋参提取物、甘草、灵芝提取物

【辅料】 甜菊糖苷、乳糖

【生产工艺】 本品经提取（铁皮石斛、麦冬、甘草：第一次加11倍量的饮用水，浸泡1h，90℃提取2h，第二、三次分别加7倍量饮用水，90℃提取1.5h）、过滤、减压浓缩（60～80℃，-0.06～-0.08Mpa）、配浆、制粒、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】 聚酯/铝/聚乙烯药用复合膜、袋应符合YBB00172002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	淡棕黄色
滋味、气味	具本品特有的气味，微苦、甜，无异味
性状	颗粒应干燥、均匀，无吸潮、结块、潮解等现象
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
水分，g/100g	≤6.0	GB 5009.3
灰分，g/100g	≤5.0	GB 5009.4
粒度	不能通过一号筛和能通过五号筛的总和≤15%	《中华人民共和国药典》

溶化性	应全部溶化或轻微浑浊	《中华人民共和国药典》
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
粗多糖（以葡聚糖计），g/100g	≥5.5	1 粗多糖的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥1.1	2 总皂苷的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理：食品中分子量>10000的高分子物质在80%乙醇溶液中沉淀，与水溶性单糖和低聚糖分离，用碱性二价铜试剂选择性地从其它高分子物质中沉淀具有葡聚糖结构的水溶性多糖，用苯酚-硫酸反应以碳水化合物形式比色测定其含量，其颜色强度与粗多糖中葡聚糖成正比，以此计算食品中水溶性粗多糖含量。

1.2 仪器

1.2.1 分光光度计

1.2.2 离心机（4000r/min）

1.2.3 分析天平

1.3 试剂

除特殊注明外，本方法所用试剂均为分析纯；所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

1.3.1 乙醇溶液（80%）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀，即得。

1.3.2 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。

1.3.3 铜储备溶液：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。

1.3.4 铜试剂溶液：取铜储备液50mL，加水50mL，混匀后加入固体无水硫酸钠12.5g并使其溶解。临用新配。

- 1.3.5 洗涤剂：取水50mL，加入10mL铜试剂溶液、10mL氢氧化钠溶液，混匀。
- 1.3.6 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。
- 1.3.7 苯酚溶液（50g/L）：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一个月。
- 1.3.8 葡聚糖标准储备溶液：精密称取分子量500000干燥至恒重的葡聚糖标准品0.5000g，加水溶解，并定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液每1mL含10.0mg葡聚糖。
- 1.3.9 葡聚糖标准使用液：吸取葡聚糖标准储备溶液1.00mL，置于100mL容量瓶中，加水至刻度，混匀，置冰箱中保存。此溶液每1mL含葡聚糖0.10mg。
- 1.4 标准曲线的制备
- 精密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、0.010、0.020、0.040、0.060、0.080、0.10mg）分别置于25mL具塞试管中，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10.0mL，于旋转混匀器上小心混匀，置沸水浴中煮沸2min，冷却后用分光光度计在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。
- 1.5 样品处理
- 1.5.1 样品提取：称取混合均匀的样品内容物2.5g，置于100mL（ V_1 ）容量瓶中，加水约80mL，于沸水浴上加热0.5h，冷却至室温后补加水至刻度，混匀，过滤，弃去初滤液，收集续滤液供沉淀粗多糖。
- 1.5.2 沉淀粗多糖：精密取1.5.1项下滤液1.50mL（ V_2 ），置于10mL离心管中，加入无水乙醇6.0mL，混匀后，以4000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用80%乙醇溶液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复操作3次。残渣用水溶解并定容至5.0mL（ V_3 ）（可先搅碎再加少量水），混匀后，供沉淀葡聚糖。
- 1.5.3 沉淀葡聚糖：精密取1.5.2项下溶液2.0mL（ V_4 ）置于10mL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，冰浴冷却，再4000r/min离心10min，弃去上清液。残渣用洗涤液数毫升洗涤，离心后弃去上清液，反复操作3次。残渣用10%硫酸溶液2.0mL溶解并转移至25mL（ V_5 ）容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。此溶液为样品测定液。
- 1.6 样品测定：精密吸取样品测定液2.0mL（ V_6 ）置于25mL具塞试管中，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，混匀后，小心加入浓硫酸10.0mL再混匀，置沸水浴中煮沸2min，冷却至室温后用分光光度计在485nm波长处，以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值。从标准曲线上查出样品测定液葡聚糖的量，计算样品中水溶性粗多糖的含量。同时作样品空白实验。
- 1.7 结果计算

$$X = \frac{(W_1 - W_2) \times V_1 \times V_3 \times V_5}{M \times V_2 \times V_4 \times V_6 \times 1000} \times 100$$

式中：

- X—试样中水溶性粗多糖含量（以葡聚糖计），g/100g；
- W_1 —试样测定液中葡聚糖的量，mg；
- W_2 —试样空白液中葡聚糖的量，mg；
- M—试样质量，g；
- V_1 —试样提取液总体积，mL；
- V_2 —沉淀粗多糖所用试样提取液体积，mL；
- V_3 —粗多糖溶液体积，mL；
- V_4 —沉淀葡聚糖所用粗多糖溶液体积，mL；
- V_5 —试样测定液总体积，mL；
- V_6 —测定用样品测定溶液体积，mL。

2 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））

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
- 2.1.9 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。
- 2.2 仪器
- 2.2.1 比色计
- 2.2.2 层析柱
- 2.3 实验步骤
- 2.3.1 试样处理
- 2.3.1.1 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。
- 2.3.1.2 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。
- 2.3.2 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2.3.1），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。
- 2.3.3 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。
- 2.3.4 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“2.3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。
- 2.4 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“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》的规定。
- 麦冬：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 西洋参提取物：

项 目	指 标
来源	西洋参
	经粉碎、提取（第一次加6倍量75%食用酒精，浸泡1h，80℃回流提取2h；第二、三次各加5倍量75%食用酒精，80℃回流提取1.5

制法	h)、减压浓缩(60~70℃, -0.06~-0.08Mpa)、喷雾干燥(进风温度180~200℃, 出风温度90~105℃)、粉碎、过筛、混合、包装等主要工艺加工制成
得率, %	21~25
感官要求	棕黄色或淡黄色粉末或细粉, 具有本品特有的气味, 味苦, 无肉眼可见的外来杂质
西洋参总皂苷(以人参皂苷Re计, UV), g/100g	≥15
水分, g/100g	≤5
灰分, g/100g	≤5
铅(以Pb计), mg/kg	≤1.5
砷(以As计), mg/kg	≤0.2
汞(以Hg计), mg/kg	≤0.01
镉(以Cd计), mg/kg	≤0.1
六六六, mg/kg	≤0.05
滴滴涕, mg/kg	≤0.05
菌落总数, CFU/g	≤1000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
酵母, CFU/g	≤25
霉菌, CFU/g	≤25
致病菌(指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌和溶血性链球菌)	不得检出

4. 灵芝提取物:

项 目	指 标
来源	灵芝
制法	经粉碎、提取(第一次加20倍量水, 浸泡1h, 100℃搅拌提取3h; 第二加20倍量水, 100℃提取3h)、减压浓缩(60~70℃, -0.05~-0.07Mpa)、配液、离心、喷雾干燥(进风温度180~220℃)、过筛、混合、包装等主要工艺加工制成
得率, %	4.0~5.2
感官要求	浅棕色至棕褐色干燥粉末, 味微苦, 具有本品固有的香味, 无肉眼可见的外来杂质
水分, g/100g	≤7.0
灰分, g/100g	≤10
铅(以Pb计), mg/kg	≤1.5
砷(以As计), mg/kg	≤1.0
汞(以Hg计), mg/kg	≤0.3
六六六, mg/kg	≤0.2
滴滴涕, mg/kg	≤0.1
菌落总数, CFU/g	≤1000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
酵母, CFU/g	≤25
霉菌, CFU/g	≤25
致病菌(指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌和溶血性链球菌)	不得检出

5. 甘草: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 乳糖: 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。