

附2

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20160004

廖冲[®]酸枣仁五味子石斛片

【原料】 茯苓提取物、酸枣仁提取物、远志提取物、柏子仁提取物、五味子提取物、石斛提取物

【辅料】 乳糖、木糖醇、羧甲基纤维素钠、滑石粉、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经混合、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】 包装瓶应符合YBB 00262002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	灰黄色
滋味、气味	具本品固有的滋味、气味
性状	圆形片
杂质	无肉眼可见的杂质

【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, %	≤7.0	GB 5009.3
灰分, %	≤6.0	GB 5009.4
崩解时限, min	≤60	《中华人民共和国药典》
铅(以Pb计), mg/kg	≤0.5	GB 5009.12
总砷(以As计), mg/kg	≤0.3	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	≤1000	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/g	≤0.92	GB 4789.3 “MPN计数法”
霉菌, CFU/g	≤25	GB 4789.15
酵母, GFU/g	≤25	GB 4789.15
沙门氏菌	不得检出	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	不得检出	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），m g/100g	≥185	1 总皂苷的测定
粗多糖（以葡聚糖计），g/100g	≥2.3	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。

1.1.2 正丁醇: 分析纯。

1.1.3 乙醇: 分析纯。

1.1.4 高氯酸: 分析纯。

1.1.5 冰乙酸: 分析纯。

1.1.6 中性氧化铝: 层析用, 100-200目。

1.1.7 香草醛溶液: 称取5g香草醛, 加冰乙酸溶液并定容至100mL。

1.1.8 人参皂苷Re标准溶液: 精确称取人参皂苷Re标准品0.020g（购自中国药品生物制品检定所），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 比色仪。

1.2.2 层析柱。

1.3 测定: 取样品1.000g左右, 置于100mL烧杯加入50mL水, 超声30min, 过滤于100mL容量瓶并定容, 取1.0mL进行柱层析。取大孔树脂预柱, 用20mL水洗预柱, 弃去洗脱液, 准确加入已处理好的试样溶液。用20mL水洗柱, 弃去洗脱液, 用25mL乙醇液洗脱皂苷, 收集洗脱液于蒸发皿, 在水浴挥干。准确加入0.2mL 5%香草醛冰醋酸溶液, 再加入0.8mL高氯酸, 混匀, 60℃水浴加热10min, 取出, 冷却加入5mL冰醋酸混匀后, 以1cm比色皿于560nm波长处与标准管比色。

1.4 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—样品中总皂苷的含量（以人参皂苷Re计），g/100g;

- A_1 —供试品溶液的吸光度值;
 A_2 —标准溶液的吸光度值;
 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。

2 粗多糖的测定

2.1 原理: 糖类与浓硫酸脱水生成糖醛及其衍生物, 可与蒽酮试剂缩合产生有色物质, 反应后溶液呈蓝绿色, 于620nm波长处有最大吸收, 显色与多糖含量呈线性关系, 通过测定其吸光度, 可以确定多糖的含量。

2.2 仪器

- 2.2.1 紫外-可见分光光度计。
 2.2.2 电子天平(精确至0.0001g)
 2.2.3 大容量多管离心机。

2.3 试剂

- 2.3.1 无水乙醇: 分析纯。
 2.3.2 丙酮: 分析纯。
 2.3.3 乙醚: 分析纯。
 2.3.4 蒽酮试剂: 称取25mg蒽酮, 用50mL浓硫酸溶解。临用新配。
 2.3.5 葡聚糖标准溶液: 称取0.0050g葡聚糖(购自Sigma公司、分子量40000), 用少量水溶解后定容至50mL, 浓度约为0.1mg/mL。

2.4 试样处理

- 2.4.1 试样提取: 称取混合均匀的试样2.0g, 置于100mL容量瓶中, 加水80mL左右, 于沸水浴上加热30min, 冷却至室温后补加水至刻度, 混匀后, 过滤, 弃去初滤液, 收集续滤液供沉淀粗多糖。
 2.4.2 沉淀粗多糖: 精密量取2.4.1项续滤液15.0mL, 置于250mL离心管中, 加入无水乙醇75mL, 混匀后静置5min, 以3000r/min离心5min, 弃去上清液。沉淀分别用10mL无水乙醇洗涤、振摇、离心(3000r/min, 15min)1次, 在通风橱内挥干有机溶剂, 干燥, 得多糖提取物。
 2.4.3 供试品溶液: 将上述提取的多糖提取物用蒸馏水定容于100mL容量瓶中, 摇匀, 即为供试品溶液。
 2.4.4 测定: 精密量取葡聚糖标准液1.0mL, 置于具塞试管中, 用蒸馏水补充至1.0mL, 将试管放入冷水浴中, 分别加入蒽酮试剂4.0mL, 摇匀。置沸水浴中加热15min, 取出, 置冷水中冷却至室温, 40min后, 用分光光度计在620nm波长处测定吸收度。精密量取样品供试液1.0mL, 将试管放入冷水浴中, 加入蒽酮试剂4.0mL, 摇匀, 置沸水浴中加热15min, 与相同条件下处理的标准液比较, 测定吸收度值。同时做试样空白实验。

2.5 结果计算

$$X = \frac{C_{\text{标}} \times A_{\text{样}} / A_{\text{标}} \times \text{稀释倍数}}{M_s \times 10^3} \times 100$$

式中:

- X —样品中粗多糖的含量(以葡聚糖计), g/100g;
 $A_{\text{样}}$ —样品溶液的吸光度值;
 $A_{\text{标}}$ —标准溶液的吸光度值;
 $C_{\text{标}}$ —标准品的浓度, mg/mL;
 M_s —样品重量, g。

【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. 茯苓提取物

茯苓提取物质量要求

项 目	指 标
	多孔菌科真菌茯苓 <i>Poria cocos</i> (Schw.) Wolf的干燥

来源	菌核 应符合《中华人民共和国药典》的要求
制法	经清洗、提取（90~100℃提取2次，第一次12倍量水2h，第二次8倍量水1h）、浓缩、干燥（60℃，真空度≥0.09Mpa）、粉碎等主要工艺制成。
得率，%	≥18
感官要求	棕色粉末，具本品应有的滋味和气味
多糖，%	≥20.0
粒度	100%通过80目
溶解性	可溶于水
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
铅（以Pb计），ppm	≤0.5
砷（以As计），ppm	≤0.3
六六六，ppm	≤0.1
滴滴涕，ppm	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌，CFU/g	≤25
酵母，CFU/g	≤25
沙门氏菌	不得检出

2. 酸枣仁提取物

酸枣仁提取物质量要求

项 目	指 标
来源	鼠李科植物酸枣 <i>Ziziphus jujuba Mill. var. spinosa (Bunge) Hu ex H. F. Chow</i> 的干燥成熟种子 应符合《中华人民共和国药典》的要求
制法	经清洗、提取（8倍量80%食用乙醇<80℃提取2次，每次3h）、浓缩、干燥（60℃，真空度≥0.09 Mpa）、粉碎等主要工艺制成。
得率，%	≥9
感官要求	棕色粉末，具本品应有的滋味和气味
酸枣仁总皂苷，%	≥2
粒度	100%通过80目
溶解性	易溶于乙醇和水
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
铅（以Pb计），ppm	≤0.5
砷（以As计），ppm	≤0.3
六六六，ppm	≤0.1
滴滴涕，ppm	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌，CFU/g	≤25
酵母，CFU/g	≤25
沙门氏菌	不得检出

3. 远志提取物

远志提取物质量要求

项 目	指 标
来源	远志科植物远志 <i>Polygala tenui oli & Willd.</i> 或卵叶远志 <i>Polygala sibirica L</i> 的干燥根 应符合《中华人民共和国药典》的要求
制法	经清洗、提取（10倍量60%食用乙醇<80℃提取2次，每次2.5h）、浓缩、干燥（60℃，真空度≥0.09Mpa）、粉碎等主要工艺制成。

得率, %	≥24
感官要求	棕色粉末、具本品应有的滋味和气味
远志皂苷, %	≥2
粒度	100%通过80目
溶解性	可溶于水
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
铅(以Pb计), ppm	≤0.5
砷(以As计), ppm	≤0.3
六六六, ppm	≤0.1
滴滴涕, ppm	≤0.1
菌落总数, CFU/g	≤1000
霉菌, CFU/g	≤25
酵母, CFU/g	≤25
沙门氏菌	不得检出

4. 柏子仁提取物

柏子仁提取物质量要求

项 目	指 标
来源	柏科植物侧柏 <i>Platycladus orientalis</i> (L.)Franco的干燥成熟种仁 应符合《中华人民共和国药典》的要求
制法	经清洗、提取(3倍量70%食用乙醇<80℃提取3次, 每次1h)、浓缩、干燥(60℃, 真空度≥0.09Mpa)、粉碎等主要工艺制成。
得率, %	≥12
感官要求	棕色粉末、具本品应有的滋味和气味
脂肪酸, %	≥0.3
粒度	100%通过80目
溶解性	可溶于水
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
铅(以Pb计), ppm	≤0.5
砷(以As计), ppm	≤0.3
六六六, ppm	≤0.1
滴滴涕, ppm	≤0.1
菌落总数, CFU/g	≤1000
霉菌, CFU/g	≤25
酵母, CFU/g	≤25
沙门氏菌	不得检出

5. 五味子提取物

五味子提取物质量要求

项 目	指 标
来源	木兰科植物五味子 <i>Schisandra chinensis</i> (Turcz.)Baill.的干燥成熟果实 应符合《中华人民共和国药典》的要求
制法	经清洗、提取(8倍量85%食用乙醇<80℃提取2次, 每次1h)、浓缩、干燥(60℃, 真空度≥0.09Mpa)、粉碎等主要工艺制成。
得率, %	≥9.4
感官要求	棕色粉末、具本品应有的滋味和气味
五味子总素, %	≥2
粒度	100%通过80目
溶解性	可溶于水

水分, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
铅(以Pb计), ppm	≤0.5
砷(以As计), ppm	≤0.3
六六六, ppm	≤0.1
滴滴涕, ppm	≤0.1
菌落总数, CFU/g	≤1000
霉菌, CFU/g	≤25
酵母, CFU/g	≤25
沙门氏菌	不得检出

6. 石斛提取物

石斛提取物质量要求

项 目	指 标
来源	兰科植物金钗石斛 <i>Dendrobium nobile</i> Lindl.、鼓槌石斛 <i>Dendrobium chrysotorum</i> Lindl.或流苏石斛 <i>Dendrobium imbricatum</i> Hook.的栽培品及其同属植物近似种的干燥茎 应符合《中华人民共和国药典》的要求
制法	经清洗、提取(8倍量水90~100℃提取2次,每次2h)、浓缩干燥(60℃,真空度≥0.09Mpa)、粉碎等主要工艺制成。
得率, %	≥16.7
感官要求	棕黄色粉末,具本品应有的滋味和气味
石斛碱, %	≥0.5
粒度	100%通过80目
溶解性	可溶于水
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
铅(以Pb计), ppm	≤0.5
砷(以As计), ppm	≤0.3
六六六, ppm	≤0.1
滴滴涕, ppm	≤0.1
菌落总数, CFU/g	≤1000
霉菌, CFU/g	≤25
酵母, CFU/g	≤25
沙门氏菌	不得检出

7. 乳糖: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

8. 木糖醇: 应符合GB 1886.234《食品安全国家标准 食品添加剂 木糖醇》的规定。

9. 羧甲基纤维素钠: 应符合GB 1886.232《食品安全国家标准 食品添加剂 羧甲基纤维素钠》的规定。

10. 滑石粉: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

11. 硬脂酸镁: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。