

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20210145

极斛[®]紫皮石斛西洋参片

【原料】 紫皮石斛、西洋参、大枣

【辅料】 D-甘露糖醇、硬脂酸镁、薄膜包衣粉（聚乙烯醇、滑石粉、聚乙二醇、吐温-80）

【生产工艺】

本品经提取（西洋参，16倍量70%乙醇回流提取4h，过滤，西洋参滤渣、紫皮石斛、大枣，50倍量水煮沸提取5h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度180～220℃，出风温度85～95℃）、制粒、干燥、混合、压片、包衣、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
色泽	包衣呈无色透明，内容物呈浅黄色至棕色，色泽均匀
滋味、气味	具本品特有的芳香味、无异味
性状	薄膜衣片，完整光洁，有适宜的硬度
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【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
灰分，%	≤5.0	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
崩解时限, min	≤60	《中华人民共和国药典》

【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（以葡萄糖计），g/100g	≥6.5	1 粗多糖的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥1.3	2 总皂苷的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理：样品中提取的多糖经80%乙醇沉析，去除单糖、低聚糖等干扰物质，在浓硫酸作用下先水解成单糖分子，并迅速脱水生成糖醛衍生物，然后和苯酚缩合成有色化合物，在488nm波长处测定其光密度。以葡萄糖为标准品，与样品相同方法处理标准曲线，求出标准曲线回归方程，通过计算求得样品中的多糖含量。

1.2 试剂

1.2.1 葡萄糖标准液：精密称取葡萄糖标准品100mg，置100mL容量瓶中，加水适量使溶解，稀释至刻度，摇匀。精密吸取10mL置100mL容量瓶中，用水稀释至刻度即得。

1.2.2 苯酚试液：称取苯酚5g，加水100g混匀，使溶解即得。置棕色瓶内，放冰箱备用。

1.2.3 浓硫酸(分析纯)。

1.2.4 无水乙醇（分析纯）。

1.2.5 标准品来源纯度：来源于中国食品药品检定研究院，供含量测定用纯度。

1.3 仪器

1.3.1 分光光度计。

1.3.2 离心机。

1.4 标准曲线的制备：精密吸取葡萄糖标准液0.0、0.1、0.2、0.3、0.4、0.5、0.6、0.7、0.8mL分别置于具塞试管中，各加蒸馏水使成2.0mL，再各加苯酚试液1.0mL，摇匀，迅速滴加浓硫酸5.0mL，迅速摇匀，放置5min，沸水浴放置15min，取出，冷却至室温，在488nm处测其吸光度，并绘制标准曲线。

1.5 样品处理：取本品20片，研细，过40目筛，精密称取细粉0.5000g，置具塞锥形瓶中，精密加蒸馏水50mL，密塞，摇匀，称定重量，超声处理30min，放冷，再称定重量，用蒸馏水补足减失的重量，摇匀，过滤。精密量取上清液5mL，加20mL无水乙醇，混匀，3000rpm离心15min，弃上清液，沉淀加水溶解，转移至50mL量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，即得供试品溶液。

1.6 样品测定：精取供试品溶液0.5mL，加蒸馏水使成2.0mL，再加苯酚溶液1.0mL，同标准曲线制备项下

操作。由标准曲线中求得被测样品的多糖含量。

1.7 结果计算

$$X = \frac{C_s \times V \times D}{M} \times 100$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），g/100g；

C_s—被测样品溶液的葡萄糖浓度，μg/mL；

D—样品溶液的稀释因素；

V—被测样品溶液的体积，mL；

M—取样量，μg。

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 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。

2.3.2 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“片剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 紫皮石斛：应符合《云南省食品安全地方标准 紫皮石斛》的规定。
 2. 西洋参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 3. 大枣：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 4. D-甘露糖醇：应符合GB 1886.177《食品安全国家标准食品添加剂 D-甘露糖醇》的规定。
 5. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 6. 薄膜包衣粉（聚乙烯醇、滑石粉、聚乙二醇、吐温-80）：应符合安徽省药用辅料标准“胃溶型薄膜包衣粉标准（皖Q/WS-002-2003-2015修订）”的规定。标准全文如下：
 - 6.1 本品为多种药用辅料加不同着色剂制成的混合物。含有在水或人工胃液中溶解的成膜剂。
 - 6.2 性状：本品为色泽均匀的干燥粉末，无臭。
 - 6.3 鉴别：取本品1g，置分液漏斗中，加入甲苯-水（1:3）40mL，振摇5min，静置分层，取上清液适量，倾注于玻璃板上，晾干，应形成一层有韧性的薄膜。
 - 6.4 检查：
 - 6.4.1 外观均匀性：取本品适量，置光滑纸上，平铺约5cm²，压平，在明亮处观察，色泽应均匀一致，无花纹与色斑。
 - 6.4.2 酸碱度：取本品1.0g，加新沸过的冷水100mL，充分振摇，依法检查（《中华人民共和国药典》二部附录VI H），pH值应为6.0~7.5。
 - 6.4.3 分散均匀性：取本品1.0g，加水100mL，充分搅拌（搅拌速度1000-1500r/min）45min，应呈无杂质的均匀混悬液，并能全部通过四号筛。
 - 6.4.4 粒度：取本品20.0g，照粒度测定法（中国药典2010年版二部附录IX E第二法（1））检查，应全部通过四号筛，不能过五号筛的粉末不得过5.0%。
 - 6.4.5 黏度：取本品2.0g（按干燥品计算），加水100mL，充分搅拌（搅拌速度1000-1500r/min）约45min，用旋转式黏度计（NDJ-1型，转速60r/min），依法检查（《中华人民共和国药典》二部附录VI G第二法），在25℃时的动力黏度不得过70mPa·s。
 - 6.4.6 干燥失重：取本品，在105℃干燥2h，减失重量不得过8.0%。（《中华人民共和国药典》二部附录VIII L）。
 - 6.4.7 灼灼残渣：取本品1.0g，依法检查（《中华人民共和国药典》二部附录VIII N），遗留残渣不得过45.0%。
 - 6.4.8 重金属：取本品0.5g，照铅、镉、砷、汞、铜测定法（《中华人民共和国药典》二部附录IX B 原子吸收分光光度法）测定，总量不得过百万分之二。
 - 6.4.9 微生物限度：照微生物限度检查法（《中华人民共和国药典》二部附录XI J）检查。取供试品10g，加pH7.0无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液至100mL，作为1:10的供试液。采用平皿法对细菌、霉菌和酵母菌进行计数；采用常规法对大肠埃希菌进行检查，结果应符合规定。
 - 6.5 类别：药用辅料，包衣材料。
 - 6.6 贮藏：密闭，30℃以下干燥处保存。
-