

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190191

九斛堂牌葛根丹参铁皮石斛颗粒

【原料】 铁皮石斛、枳椇子、五味子、葛根、丹参

【辅料】 糊精、甜菊糖苷

【生产工艺】 本品经提取（五味子捣碎、铁皮石斛粉碎成粗粉与枳椇子、葛根、丹参合并，加10倍水煎煮2次，每次2h，滤过，合并滤液）、浓缩、减压干燥（60℃，-0.06~-0.08MPa）、粉碎、过筛、混合、制粒、干燥、分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】 药品包装用复合膜应符合YBB00132002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	内容物呈浅棕色至棕褐色
滋味、气味	具本品特有滋味、气味、无异味
性状	颗粒，干燥，松散、均匀、无粘结现象
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
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥1.5	1 粗多糖的测定
灰分，g/100g	≤6.0	GB 5009.4
水分，g/100g	≤6.0	GB 5009.3

粒度	不能通过一号筛与能通过五号筛总和不超过15%	《中华人民共和国药典》
溶化性	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	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19

1 粗多糖的测定

1.1 仪器

- 1.1.1 离心机：4000r/min。
- 1.1.2 离心管：50mL或具塞15mL。
- 1.1.3 分光光度计。
- 1.1.4 水浴锅。
- 1.1.5 旋涡混合器。

1.2 试剂：

实验用水为双蒸水，所用试剂为分析纯级。

- 1.2.1 无水乙醇。
- 1.2.2 80%（v/v）乙醇溶液。
- 1.2.3 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含葡萄糖10mg，用前稀释100倍为使用液（0.1mg/mL）。
- 1.2.4 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。
- 1.2.5 浓硫酸（比重1.84）。
- 1.2.6 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。

1.3 样品提取：取本品研细，取混合均匀的固体样品2g，精密称定，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，于沸水浴中加热1h，冷却至室温后，补加水至刻度（V₁），混匀后过滤，弃去初滤液，收集余下滤液供沉淀粗多糖。

1.4 酶解：取50mL（V₂）样品提取液置100mL具塞锥形瓶中，冷却至60℃以下，加适量的糖化酶（如葡萄糖苷酶），约为样液体积的1%，于60℃以下再水解60min后取出（用碘液检验是否水解完全，如不完全可延长水解时间至酶解液加碘液不变蓝色为止），于电炉上小心加热至沸（灭酶），冷却，定容为100mL（V₃），过滤，取滤液沉淀粗多糖。

1.5 沉淀粗多糖：准确吸取上述滤液5.0mL（V₄），置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀，于4℃冰箱静置24h以上，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10mL（V₅）。

1.6 标准曲线的绘制：准确吸取葡萄糖标准使用液0mL、0.10mL、0.20mL、0.40mL、0.60mL、0.80mL、1.00mL（相当于葡萄糖0mg、0.01mg、0.02mg、0.04mg、0.06mg、0.08mg、0.1mg），置于25mL比色管中，补加水至2.0mL，加入5%苯酚溶液1.0mL，在旋涡混合器上混匀，小心加入浓硫酸10mL，在旋涡混合器上小

心混匀，置沸水浴中2min，冷却至室温，用分光光度计在485nm波长处以试剂空白为参比，1cm比色皿测定吸光度值。以葡萄糖质量为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

1.7 测定：准确吸取上液1.0mL（V₆）置于25mL比色管中，补加水至2.0mL，然后按1.6项方法测定吸光度值。从标准曲线上查得葡萄糖含量，计算样品中粗多糖含量。

1.8 结果计算

$$X = \frac{M_1 \times V_1 \times V_3 \times V_5}{M_2 \times V_2 \times V_4 \times V_6} \times 0.9 \times 100$$

式中：

- X—样品中粗多糖含量，g/100g；
- M₁—由标准曲线查得样品液中葡萄糖质量，g；
- M₂—样品质量，g；
- V₁—样品提取液总体积，mL；
- V₂—酶解所用样品提取液体积，mL；
- V₃—酶解后样品溶液定容体积，mL；
- V₄—沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；
- V₅—粗多糖溶液体积，mL；
- V₆—测定用样品液体积，mL。

【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
葛根素，g/100g	≥1. 2	GB/T 22251
总黄酮（以芦丁计），g/100g	≥0. 06	1总黄酮的测定

1 总黄酮的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

1.1 试剂

1.1.1 聚酰胺粉

1.1.2 芦丁标准溶液：称取5.0mg芦丁，加甲醇溶解并定容至100mL，即得50μg/mL。

1.1.3 乙醇：分析纯。

1.1.4 甲醇：分析纯。

1.2 分析步骤

1.2.1 试样处理：称取一定量的试样，加乙醇定容至25mL，摇匀后，超声提取20min，放置，吸取上清液1.0mL，于蒸发皿中，加1g聚酰胺粉吸附，于水浴上挥去乙醇，然后转入层析柱。先用20mL苯洗，苯液弃去，然后用甲醇洗脱黄酮，定容至25mL。此液于波长360nm测定吸收值。同时以芦丁为标准品，测定标准曲线，求回归方程，计算试样中总黄酮含量。

1.2.2 芦丁标准曲线：吸取芦丁标准溶液：0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL于10mL比色管中，加甲醇至刻度，摇匀，于波长360nm比色。求回归方程，计算试样中总黄酮含量。

1.3 计算和结果表示：

$$X = \frac{A \times V_2 \times 100}{V_1 \times M \times 1000}$$

式中：

X—试样中总黄酮的含量，mg/100g；

A—由标准曲线算得被测液中黄酮量，μg；

M—试样质量，g；

V₁—测定用试样体积，mL；

V₂—试样定容总体积，mL。

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】

1. 铁皮石斛：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 枳椇子：应符合《卫生部药品标准 中药材第一册（1992年版）》“枳椇子”的规定。

3. 葛根：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

4. 丹参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

5. 五味子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 糊精：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。
