

国家市场监督管理总局  
保健食品产品技术要求

国食健注G20100554

## 济公缘牌铁皮石斛西洋参浸膏

【原料】 铁皮石斛、西洋参

【辅料】 纯化水

【生产工艺】 本品经粉碎、提取（西洋参加10倍量70%乙醇回流提取1次，过滤，取滤液；西洋参药渣、铁皮石斛加水回流提取3次，每次10倍水，分别提取3、2、2h，过滤，合并滤液）、精滤、浓缩、灌装、湿热灭菌（121℃，30min）、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】 钠钙玻璃药瓶应符合YBB00272002的规定；药用聚酯/铝/聚乙烯封口垫片应符合YBB00152005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	深棕色至棕褐色
滋味、气味	味甘，具本品特有的滋味、气味，无焦味
性状	稠膏状
杂质	无肉眼可见外来杂质

【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
相对密度（20℃）	≥1.15	GB 5009.2
灰分，%	≤4	GB 5009.4
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	≤0.1	GB/T 5009.19

滴滴涕, mg/kg	≤0.1	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”
霉菌和酵母, CFU/g	≤25	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
粗多糖（以葡聚糖计），g/100g	≥7.35	1 粗多糖的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥1.61	2 总皂苷的测定

## 1 粗多糖的测定

### 1.1 仪器

1.1.1 分光光度计。

1.1.2 离心机：3000r/min。

1.1.3 旋转混匀器。

### 1.2 试剂

除特别说明外，本方法所用试剂均为分析纯；所用水为去离子水。

1.2.2 乙醇溶液（80%）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

1.2.3 氢氧化钠溶液（100g/L）：称取100g氢氧化钠，加水溶解并稀释至1L，加入无水硫酸钠至饱和，备用。

1.2.4 铜试剂储备液：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。

1.2.5 铜试剂溶液：取铜试剂储备液50mL，加水50mL，混匀后加无水硫酸钠11.5g，并使其溶解，临用前配制。

1.2.6 洗涤剂：取水50mL，加入10mL铜试剂溶液、10mL氢氧化钠溶液，混匀。

1.2.7 10%硫酸溶液。

1.2.8 苯酚溶液：取精制苯酚5.0g，加水溶解并稀释至100mL，混匀。此液冰箱中可存放1个月。

1.2.9 葡聚糖标准储备液：准确称取相对分子质量 $5 \times 10^5$ 、已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，冰箱中保存。

1.2.10 葡聚糖标准使用液：取葡聚糖标准储备液1.0mL，置于100mL容量瓶中，定容至刻度，混匀冰箱中保存，此液每毫升含葡聚糖0.10mg。

### 1.3 样品处理

1.3.1 样品提取：称取混合均匀的浸膏样品0.8g左右，置于100mL容量瓶中，加水80mL，于沸水浴上加热溶解，冷却至室温后补加水至刻度。混匀后过滤，弃去初滤液，收集余下的滤液供沉淀粗多糖。

1.3.2 沉淀粗多糖：准确吸取滤液5mL，置于50mL离心管中，加无水乙醇20mL，混匀后静置30min，以3000r/min离心10min，弃去上清液，残渣用水溶解并定容至5.0mL。

1.4 样品测定液：吸取残渣定容液2mL，置于20mL离心管中，加入氢氧化钠溶液2mL、铜试剂溶液2mL，置

沸水浴中煮沸2min, 冷却, 以3000r/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, 残渣用2mL硫酸溶液溶解并移入50mL容量瓶中, 加水稀释至刻度混匀。此溶液为样品测定液。

1.5 标准曲线的绘制: 准确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、0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10mg), 分别置于25mL具塞试管中, 加水至2.0mL, 加入苯酚溶液1.0mL, 在旋转混匀器上混匀, 沿壁缓慢加入浓硫酸10mL, 混悬器上混匀, 置沸水浴上煮沸2min, 冷却, 用分光光度计, 在485nm波长处, 以试剂空白为参比测定吸光度值。以葡聚糖浓度为横坐标, 吸光度值为纵坐标绘制标准曲线。

1.6 样品测定: 准确吸取样品测定液2.0mL, 置于25mL具塞试管中, 加入苯酚溶液1.0mL, 在旋转混匀器上混匀, 沿壁缓慢加入浓硫酸10mL, 混悬器上混匀, 置沸水浴上煮沸2min, 冷却, 用分光光度计, 在485nm波长处, 以试剂空白为参比测定吸光度值, 在标准曲线上查得葡聚糖含量, 同时做样品空白试验。

1.7 结果计算

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times V_1 \times V_3 \times V_5 \times 100}{m_3 \times V_2 \times V_4 \times V_6 \times 1000}$$

式中:

X—样品中粗多糖含量 (以葡聚糖计), g/100g;

$m_1$ —样品测定液中葡聚糖的质量, mg;

$m_2$ —样品空白液中葡聚糖的质量, mg;

$m_3$ —样品称样量, g;

$V_1$ —样品提取液定容体积, mL;

$V_2$ —沉淀粗多糖所用样品提取液体积, mL;

$V_3$ —粗多糖沉淀定容体积, mL;

$V_4$ —粗多糖沉淀液使用体积, mL;

$V_5$ —样品测定液定容体积, mL;

$V_6$ —样品测定液使用体积, mL。

## 2 总皂苷的测定

### 2.1 试剂

2.1.1  $D_{101}$ 大孔吸附树脂。

2.1.2 乙醇: 分析纯。

2.1.3 中性氧化铝: 层析用, 100~200目。

2.1.4 人参皂苷Re标准品: 中国食品药品检定研究院, 纯度92.7%。

2.1.5 香草醛溶液: 称取5g香草醛, 加冰乙酸溶解并定容至100mL。

2.1.6 高氯酸: 分析纯。

2.1.7 冰乙酸: 分析纯。

2.1.8 人参皂苷Re标准溶液: 精确称取人参皂苷Re标准品约0.020g, 用无水乙醇溶解并定容至10.0mL, 计算每毫升含人参皂苷Re的量。

### 2.2 仪器

2.2.1 分光光度计。

2.2.2 层析柱。

2.3 样品处理: 称取0.2g左右的样品, 放入100mL容量瓶中, 加60mL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。

2.4 柱层析: 用1×15cm层析柱, 内装 $D_{101}$ 大孔树脂至10cm, 上加0.5cm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上柱, 用25mL水洗柱, 以洗去糖份等水溶性杂质, 弃去洗脱液。用25mL 70%乙醇洗脱总皂苷, 收集洗脱液于蒸发皿中, 放60℃水浴挥干, 备用。

2.5 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, 使残渣溶解, 再加0.8mL高氯酸, 混匀后移入10mL带塞刻度离心管中, 放在60℃水浴中加热10min, 取出, 冷水冲洗冷却后, 准确加入冰乙酸5.0mL, 摇匀, 以1cm比色池, 于560nm波长处与标准管一起进行比色测定。

2.6 标准管: 吸取人参皂苷Re标准溶液 (2.0mg/mL) 100 $\mu$ L放入10mL试管中, 水浴挥干, 或热风吹干 (勿使过热), 以下操作从“2.5 显色”中“准确加入0.2mL5%香草醛冰乙酸溶液…”起, 与样品相同, 测定

吸光度值。

## 2.7 结果计算

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

式中：

X—样品中总皂苷含量（以人参皂苷Re计），g/100g；

A<sub>1</sub>—被测液的吸光度值；

A<sub>2</sub>—标准液的吸光度值；

C—标准管人参皂苷Re的量，mg；

V—样品稀释体积，mL；

m—样品称取量，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“流浸膏剂与浸膏剂”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. 西洋参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
  3. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-