

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190500

光宇生物牌铁皮石斛西洋参含片

【原料】 西洋参、铁皮石斛

【辅料】 木糖醇、硬脂酸镁、胃溶型药用薄膜包衣预混辅料（羟丙甲纤维素、聚乙烯吡咯烷酮、聚乙二醇）

【生产工艺】 本品经热压灭菌（1/3西洋参，115℃，60min）、干燥、粉碎、提取（2/3西洋参，15倍量60%乙醇回流提取1.5h，15倍量水100℃提取1.5h；铁皮石斛，35倍量水25℃搅拌提取1h，5倍量水搅拌提取0.5h）、浓缩、真空干燥（-0.09MPa，75℃）、粉碎、混合、制粒、干燥、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】 铝防盗瓶盖应符合BB/T 0034的规定，口服制剂用硅橡胶胶塞、垫片应符合YBB00222004的规定，钠钙玻璃药瓶应符合YBB00272002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	包衣呈棕黄色，内容物呈棕黄色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味、无异味
性状	薄膜衣片，完整光洁
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
水分，g/100g	≤5.0	GB 5009.3
灰分，g/100g	≤8.0	GB 5009.4

溶化性, min	≥10	《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	≤0.1	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	≤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
总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥3.0	1 总皂苷的测定
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥25.0	2 粗多糖的测定

1 总皂苷的测定

1.1 原理：样品中总皂苷经提取、PT-大孔吸附树脂柱预分离后，在酸性条件下，香草醛与人参皂苷生成有色化合物，以人参皂苷Re为对照品，于560nm处比色测定。

1.2 试剂

1.2.1 甲醇：分析纯。

1.2.2 乙醇：分析纯。

1.2.3 人参皂苷Re标准品：中国食品药品检定研究院。

1.2.4 5%香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。

1.2.5 高氯酸：分析纯。

1.2.6 冰乙酸：分析纯。

1.2.7 人参皂苷Re标准溶液：精确称取人参皂苷Re标准品20.0mg，用甲醇溶解并定容至10mL，即每1mL含人参皂苷Re 2.0mg。

1.2.8 重蒸水。

1.3 仪器

1.3.1 分光光度计。

1.3.2 PT-大孔吸附树脂柱。

1.3.3 超声波振荡器。

1.4 标准曲线的绘制：吸取人参皂苷Re标准溶液（2.0mg/mL）0、20、40、60、80、100 μL（相当于人参皂苷Re0、40、80、120、160、200μg），分别置于10mL比色管中，用氮气吹干，按上述显色步骤测定吸光度，并绘制标准曲线。人参总皂苷浓度在40~200μg/mL之间与吸光度值呈线性关系，相关系数（r）0.999。

1.5 样品处理：取本品10片，研磨成粉末，混匀，称取1.0g左右置于100mL烧杯中，加入20~40mL 85%乙醇，超声波振荡30min，再定容至50mL，摇匀，放置，吸取上清液1.0mL，挥干后以水溶解残渣，进行柱分离。

1.6 层析分离：以PT-大孔吸附树脂柱进行层析分离，准确吸取上述已处理好的样品溶液1.0mL上柱，用15mL水洗柱，以洗去糖分等水溶性杂质，弃去洗脱液，再用20mL 85%乙醇洗脱总皂苷，收集洗脱液于蒸发皿中，于水浴上蒸干，以此作显色用。

1.7 样品显色：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比色管中，塞紧盖子，于60℃以下水浴上加温15min取出，冷却后准确加入冰乙酸5.0mL，摇匀后以1.0cm比色皿于560nm处与人参皂苷Re标准管同时比色。

1.8 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times V_1 \times 1000}{m \times V_2 \times 1000 \times 1000}$$

式中：

X—样品中总皂苷（以人参皂苷Re计），g/kg或g/L；

m—试样质量或试液体积，g或mL；

V₁—样品提取液总体积，mL；

V₂—样品提取液测定用体积，mL；

m₁—从标准曲线查得待测液中人参皂苷Re量，μg。

2 粗多糖的测定

2.1 原理：多糖经乙醇沉淀分离后，去除其他可溶性糖及杂质的干扰，再与苯酚-硫酸作用成橙红色化合物，其呈色强度与溶液中糖的浓度成正比，在488nm波长下比色定量。

2.2 试剂

2.2.1 乙醇（分析纯）。

2.2.2 硫酸（分析纯）。

2.2.3 重蒸馏苯酚（分析纯）。

2.2.4 无水葡萄糖标准品（中国药品检验检定所，供含量测定用）。

2.3 仪器

2.3.1 分光光度计。

2.3.2 回流装置。

2.3.3 离心机：4000r/min。

2.4 标准曲线的制备：取105℃干燥至恒重的无水葡萄糖对照品适量，精密称定，加水溶解并定量制成每1mL中含90μg的溶液，作为对照品溶液。准确吸取对照品溶液0.2、0.4、0.6、0.8、1.0mL，分别置10mL具塞试管中，加水至刻度，准确加入5%苯酚溶液1mL（临用前新配），摇匀，再准确加入硫酸5mL，摇匀，置沸水浴中加热20min，取出，放入冰浴中冷却5min，以相应的试剂为空白，按照紫外-可见分光光度法（附录VA），在488nm波长处测定吸光度值，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

2.5 样品处理：取本品10片，研磨成粉末，混匀，精密称取粉末0.30g，置具塞锥形瓶中，准确加水100mL，称定重量，置100℃水浴中加热回流提取2h，放冷，再称定重量，用水补足减失的重量，摇匀，滤过，准确吸取续滤液1.0mL，置10mL离心管中，准确加入无水乙醇5.0mL，摇匀，冷藏1h，取出，离心（4000r/

min) 20min, 弃去上清液, 必要时滤过, 沉淀加80%乙醇4mL, 离心(4000r/min) 20min, 弃去上清液, 重复洗涤沉淀1次。沉淀加热水溶解并转移至5mL量瓶中, 放冷, 加水定容至刻度值, 摇匀, 即得。

2.6 样品测定: 准确吸取供试品溶液1.0mL, 置10mL具塞试管中, 照标准曲线制备项下的方法, 自“准确加入5%苯酚溶液1.0mL”起, 依法测定吸光度, 从标准曲线上读出供试品溶液中无水葡萄糖的量, 计算, 即得(显色在1h内稳定)。

2.7 结果计算

$$X = \frac{C \times V \times 5 \times 100}{m \times 1000 \times 1000}$$

式中:

X—试样中粗多糖的含量(以无水葡萄糖计), g/100g;

C—被测试样溶液中粗多糖的浓度(由标准曲线求得), $\mu\text{g/mL}$;

V—试样初配体积, mL;

m—试样取样量, 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. 西洋参: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
2. 铁皮石斛: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
3. 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。
4. 硬脂酸镁: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
5. 胃溶型药用薄膜包衣预混辅料(羟丙甲纤维素、聚乙烯吡咯烷酮、聚乙二醇): 应符合《药用薄膜包衣预混辅料》(浙食药监注[2008]2号)的规定。

胃溶型药用薄膜包衣预混辅料质量标准

本品系由符合药用要求的辅料组成的混合物, 适用于固体制剂的胃溶型薄膜包衣。

【性状】 本品为色泽均匀的颗粒和粉末。

【检查】 色差: 取供试品和标准样品适量, 加入附注的包衣配液用溶剂适量, 搅拌45分钟后制成约20%的溶液或混悬液(或调整粘度为 $0.1\text{Pa} \cdot \text{S} \sim 0.5\text{Pa} \cdot \text{S}$); 或取上述溶液或混悬液适量, 制成厚度均匀的薄膜, 烘干, 放冷。

(1) 仪器法 置色差计上分别进行测定。供试品与标准样品的色差值 ΔE 不得过3.0。

(2) 目测法 如不能使用仪器法测定时, 可采用本法测定。在非直射的自然光或强度为D65的光源条件下, 分别目测上述供试品与标准样品, 二者应无明显的颜色差异。

溶化性: 取色差项下样品格液或混悬液约10mL, 均匀涂布在面积为 200cm^2 的镀塑卡纸或载玻片上, 于 $40 \sim 50^\circ\text{C}$ 烘箱中烘至干燥, 取出, 放冷, 形成厚度约0.1mm的薄膜, 取约 10cm^2 的薄膜, 置 37°C 的0.1mol/L盐酸溶液或水中缓缓搅拌30分钟, 膜层应溶解或溶散。

干燥失重: 取本品, 在 105°C 干燥4小时, 依法检查(中国药典2005年版二部附录VIII L), 减失重量不

得过10.0%。

炽灼残渣：取本品1.0g，依法检查（中国药典2005年版二部 附录Ⅷ N，温度700～800℃），遗留残渣应为理论值的85%～115%或遗留残渣不得过5%（每个产品随附理论值）。

重金属：含有氧化铁的按方法（1）检查，不含氧化铁的按方法（2）检查。

（1）取本品1.0g，缓缓炽灼至完全碳化，放冷，加硫酸0.5～1.0mL，使恰湿润，用低温加热至硫酸除尽后，加硝酸0.5mL，蒸干，至氧化氮蒸气除尽后，放冷，在500～600℃炽灼使完全灰化，放冷，加7mol/L盐酸溶液10mL 溶解，滤过，取滤液，加30%过氧化氢溶液2mL，置水浴上蒸发至约5mL，放冷，移置分液漏斗中，用7mol/L 盐酸溶液10mL 分次洗涤容器，洗液并入分液漏斗中，用甲基异丁基甲酮溶液（取新蒸馏的甲基异丁基甲酮100mL，加7mL/L盐酸溶液1mL，混匀）振摇提取3次，每次20mL，取水层置水浴上加热20分钟，放冷，滴加氨试液调节溶液pH值至3～5，滤过，取滤液加醋酸盐缓冲液（pH3.5）2mL与水适量使成25mL，依法检查（中国药典2005年版二部 附录Ⅷ H 第二法），含重金属不得过百万分之二十。

（2）取本品1.0g，缓缓炽灼至完全碳化，放冷，加硫酸0.5～1.0mL，使恰湿润，用低温加热至硫酸除尽后，加硝酸0.5mL，蒸干，至氧化氮蒸气除尽后，放冷，在500～600℃炽灼使完全灰化，放冷，加盐酸2mL，置水浴上蒸干后，加水15mL，滴加氨试液调节溶液pH值至3～5，滤过，取滤液加醋酸盐缓冲液（pH3.5）2mL 与水适量使成25mL，依法检查（中国药典2005年版二部 附录Ⅷ H 第二法），含重金属不得过百万分之二十。

【作用与用途】 药用辅料。

【贮藏】 密闭，30℃以下保存。

确认打印

显示OFFICE编辑区

返回上一页修改