

ICS 01.040.67

CCS X 83



中国营养保健食品协会团体标准

T/CNHFA 111.19—2023

保健食品用原料 铁皮石斛

Raw Materials for Health Food
Dendrobii Officinalis Caulis

2023-04-04 发布

2023-04-10 实施

中国营养保健食品协会

发布

目 次

| | |
|----------------|---|
| 前 言..... | 2 |
| 1 范围..... | 3 |
| 2 规范性引用文件..... | 3 |
| 3 技术要求..... | 3 |
| 4 其他..... | 6 |
| 附录 A..... | 7 |
| 附录 B..... | 9 |

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由中国营养保健食品协会提出并归口。

本文件起草单位：北京中医药大学、中国食品药品检定研究院中药民族药检定所、中国中药协会中药质量与安全专业委员会、深圳市药品检验研究院、中国营养保健食品协会保健食品研发专业委员会。

本文件主要起草人：刘越、马双成、魏锋、王淑红、康帅、聂黎行、王莹、程显隆、汪祺、刘静、杨洋、左甜甜、杨建波、陈佳、王亚丹、荆文光、康荣、石佳、杨洋、关潇滢、谢耀轩、李君瑶、曾利娜、邓少伟。

本文件为首次发布。

保健食品用原料 铁皮石斛

1 范围

本文件适用于保健食品用原料铁皮石斛。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。下列文件中所包含的部分条款通过相关标准的引用而成为本标准的部分内容。凡是注明日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注明日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改版本）适用于本文件。

GB 2761 食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量

GB 2762 食品安全国家标准 食品中污染物限量

GB 2763 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量

GB 5009.11 食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定

GB 5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定

GB 5009.17 食品安全国家标准 食品中总汞及有机汞的测定

GB 16740 食品安全国家标准 保健食品

《中华人民共和国药典》一部

《中华人民共和国药典》四部

3 技术要求

3.1 来源

铁皮石斛为兰科植物铁皮石斛 *Dendrobium officinale* Kimura et Migo 的干燥茎。11月至翌年3月采收，除去杂质，剪去部分须根，边加热边扭成螺旋形或弹簧状，烘干；或切成段，干燥或低温烘干。前者习称“铁皮枫斗”（耳环石斛）；后者习称“铁皮石斛”。

3.2 感官要求

应符合表1的规定。

表1 感官要求

| 项目 | 要求 | 检验方法 |
|-----------|---|--|
| 色泽 | 表面黄绿色或略带金黄色。断面灰白色至灰绿色 | 在日光下观察颜色；如断面不易观察，可削平后观察 |
| 滋味、 气味 | 气微，味淡、嚼之有黏性 | 滋味可取少量直接口尝，或加热水浸泡后尝浸出液；气味可直接嗅闻，或在折断、破碎或搓揉时进行 |
| 形态 | 铁皮枫斗：呈螺旋形或弹簧状，通常为2~6个旋纹，茎拉直后长3.5~8 cm，直径0.2~0.4 cm。表面有细纵皱纹，节明显，节上有时可见残留的灰白色叶鞘；一端可见茎基部留下的短须根。质坚实，易折断，断面平坦，略角质状 铁皮石斛：呈圆柱形的段，长短不等 | 在日光下观察；长度、宽度及厚度测量时应用毫米刻度尺；质地是指用手折断时的感官感觉 |

3.3 薄层鉴别

应符合表2的规定。

表2 薄层鉴别

| 项目 | 要求 | 检验方法 |
|----------|--------------------------------------|------|
| 薄层 鉴别 | 供试品色谱中，在与铁皮石斛对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点 | 附录A |

3.4 理化指标

应符合表3的规定。

表3 理化指标

| 项目 | 指标 | 检验方法 |
|------------------|--------------------|---|
| 水分, % | ≤ 12.0 | 《中华人民共和国药典》2020年版四部 通则 0832 第二法 |
| 灰分, % | ≤ 6.0 | 《中华人民共和国药典》2020年版四部 通则 2302 方法 |
| 浸出物(乙醇), % | ≥ 6.5 | 《中华人民共和国药典》2020年版四部 通则 2201 热浸法(用乙醇作溶剂) |
| 铅(以Pb计), mg/kg | ≤ 5.0 | 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 |
| 苯醚甲环唑, mg/kg | ≤ 1 ^a | GB 2763 规定的方法 |
| | ≤ 2 ^b | |
| 吡虫啉, mg/kg | ≤ 2 ^a | |
| | ≤ 3 ^b | |
| 井冈霉素, mg/kg | ≤ 0.1 ^a | |
| | ≤ 1 ^b | |
| 喹啉铜, mg/kg | ≤ 3 ^{a,b} | |
| 咪鲜胺和咪鲜胺锰盐, mg/kg | ≤ 15* ^a | |
| | ≤ 20* ^b | |
| 噻呋酰胺, mg/kg | ≤ 2 ^a | |

| | | | |
|---|---|-------------------|--|
| | | 10 ^b | |
| 四聚乙醛, mg/kg | ≤ | 0.2 ^a | |
| | | 0.5 ^b | |
| 烯酰吗啉, mg/kg | ≤ | 20 ^{a,b} | |
| 注: ^a 为鲜品限度; ^b 为干品限度; *该限量为临时限量; 其他未列污染物限量应符合 GB 2762 相应食品类别(名称)的规定或有关规定; 其他未列农药最大残留限量应符合 GB 2763 相应食品类别/名称的规定或国家有关规定。 | | | |

3.5 标志性成分指标

应符合表 4 的规定。

表 4 标志性成分指标

| 项目 | 指标 | 检验方法 |
|----------------|----|------|
| 石斛多糖(以干燥品计), % | ≥ | 25.0 |
| | | 附录 B |

3.5 真菌毒素限量

真菌毒素限量应符合 GB 2761 中相应食品类别(名称)的规定或有关规定。

4 其他

保健食品所用原料为本品的炮制加工品,其炮制加工前的原料应符合本标准。炮制方法为净制、切制的,除另有规定外,炮制加工品应符合本标准。炮制方法为其他炮制工艺的,炮制加工品应符合相应标准的规定。

附录 A

(规范性附录)

薄层鉴别检验方法

A.1 一般规定

本文件所用试剂在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。实验中所用的溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

A.2 方法提要

本品经三氯甲烷-甲醇(9:1)混合溶液超声提取后,采用薄层色谱法,以铁皮石斛对照药材为对照对样品进行鉴别分析。

A.3 仪器

A.3.1 分析天平:感量 0.0001 g。

A.3.2 超声波清洗仪。

A.3.3 紫外光灯(附 365 nm 波长)。

A.4 试剂和耗材

A.4.1 三氯甲烷。

A.4.2 甲醇。

A.4.3 甲苯。

A.4.4 甲酸乙酯。

A.4.5 甲酸。

A.4.6 硫酸。

A.4.7 乙醇。

A.4.8 硅胶 G 薄层板。

A.4.9 对照药材

铁皮石斛对照药材购自中国食品药品检定研究院或其他等同对照药材。

A.5 色谱条件

薄层板：硅胶 G；

点样量：2~5 μL ；

展开剂：甲苯-甲酸乙酯-甲酸（6：3：1）；

显色剂：10%硫酸乙醇溶液。

A.6 操作方法

A.6.1 对照药材溶液的制备：

取铁皮石斛对照药材粉末 1 g，加三氯甲烷-甲醇（9：1）混合溶液 15 mL，超声处理 20 分钟，滤过，作为对照药材溶液，备用。

A.6.2 供试品溶液的制备：

取供试品粉末 1 g，加三氯甲烷-甲醇（9：1）混合溶液 15 mL，超声处理 20 分钟，滤过，作为供试品溶液，备用。

A.6.3 鉴别分析方法：

照薄层色谱法（《中华人民共和国药典》2020 年版 第四部 0502）试验，吸取上述两种溶液各 2~5 μL ，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-甲酸乙酯-甲酸（6：3：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 95 $^{\circ}\text{C}$ 加热约 3 分钟，置紫外灯下（365 nm）检视。

A.7 结果判别

供试品色谱中，在与铁皮石斛对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

附录 B

(规范性附录)

标志性成分铁皮石斛多糖检验方法

B.1 一般规定

本文件所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。实验中所用的溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

B.2 方法提要

本品使用水提醇沉方法提取铁皮石斛中的多糖成分。多糖在硫酸作用下先水解成单糖,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,用紫外分光光度法于适当波长处对其吸光度值进行测定,最终以无水葡萄糖为对照品,采用外标标准曲线法计算石斛多糖的含量。

铁皮石斛多糖含量以无水葡萄糖 ($C_6H_{12}O_6$) 含量计。

B.3 仪器

B.3.1 分析天平:感量为 0.01 mg 和 0.0001 g。

B.3.2 分光光度计,用 10 mm 比色杯,在 488 nm 下测吸光度。

B.3.3 玻璃回流装置。

B.3.4 电热恒温水浴。

B.4 试剂和耗材

B.4.1 5%苯酚溶液:取苯酚 5 g,加水 100 mL,置于棕色瓶中,摇匀,即得。

B.4.2 硫酸。

B.4.3 80%乙醇溶液:用 95%或无水乙醇加适量水配制。

B.4.4 对照品

无水葡萄糖对照品(购自中国食品药品检定研究院)或其他等同对照品,其英文名称、CAS 号、分子式和相对分子量见表 B.1。

表 B.1 化学对照品(标准品)信息

| 中文名称 | 英文名称 | CAS 号 | 分子式 | 相对分子量 |
|---------|---------------------|---------|---|--------|
| D-无水葡萄糖 | D-Glucose Anhydrous | 50-99-7 | C ₆ H ₁₂ O ₆ | 180.16 |

B.5 操作方法

B.5.1 对照品溶液的制备

取无水葡萄糖对照品适量，精密称定，加水制成每 1 mL 含 0.09 mg 的溶液，即得。

B.5.2 标准曲线的制备

精密量取对照品溶液 0.2 mL、0.4 mL、0.6 mL、0.8 mL、1.0 mL，分别置 10 mL 具塞试管中，分别加水补至 1.0 mL，各精密加入 5% 苯酚溶液 (B.4.1) 1 mL，摇匀，再精密加入硫酸 5 mL，摇匀，置沸水浴中加热 20 min，取出，置冰浴中冷却 5 min，以相应试剂为空白，按照紫外-可见分光光度法 (《中华人民共和国药典》2020 年版四部 0401)，在 488 nm 的波长处测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

B.5.3 供试品溶液的制备

取供试品粉碎，取粉末约 0.3 g，精密称定，加水 200 mL，加热回流 2 小时，放冷，转移至 250 mL 量瓶中，用少量水分次洗涤容器，洗液并入同一量瓶中，加水至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 2 mL，置 15 mL 离心管中，精密加入无水乙醇 10 mL，摇匀，冷藏 1 小时，取出，离心 (转速为每分钟 4000 转) 20 min，弃去上清液 (必要时滤过)，沉淀加 80% 乙醇 (B.4.3) 洗涤 2 次，每次 8 mL，离心，弃去上清液，沉淀加热水溶解，转移至 25 mL 量瓶中，放冷，加水至刻度，摇匀，即得。

B.5.4 供试品溶液的测定

精密量取供试品溶液 1 mL，置 10 mL 具塞试管中，照标准曲线的制备项下的方法，自“精密加入 5% 苯酚溶液 1 mL”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重量 (mg)，计算，即得。

B.6 测定结果的计算

B.6.1 计算公式

石斛多糖含量以质量分数计，数值以%表示，按公式 (B.1) 计算：

$$W = \frac{m_1 \times V_1}{m_2 \times V_2 \times 10^3} \times 100 \% \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

W ：供试品中铁皮石斛多糖的质量分数，%；

m_1 ：从标准曲线上读出供试品溶液中无水葡萄糖的重量（mg）；

V_1 ：供试品溶液的稀释体积（mL）；

m_2 ：供试品的称样量（g）；

V_2 ：比色测定时所移取供试品测定溶液的体积（mL）。

B.6.2 重复性

每个试样取两个平行样进行测定，以算数平均值为测定结果，小数点后保留1位。在重复条件下两次独立测定的结果绝对差值不得超过算数平均值的10%。
