

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20230131

林格贝尔牌越橘黄芪灵芝片

【原料】 刺玫果提取物、灵芝提取物、黄芪提取物、越橘提取物、沙棘提取物

【辅料】 糊精、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经过筛、混合、制粒、干燥、压片、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】 口服固体药用聚酯瓶应符合YBB00262002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	紫褐色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	片剂，外观完整光洁；
杂质	无正常视力可见的外来异物

【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
灰分，%	≤ 6.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤ 60	《中华人民共和国药典》
六六六，mg/kg	≤ 0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤ 0.1	GB/T 5009.19
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

【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
黄芪甲苷, mg/100g	≥30	1 黄芪甲苷的测定
花青素(以原花青素计), g/100g	≥8.0	2 原花青素的测定

1 黄芪甲苷的测定

1.1 仪器

1.1.1 高效液相色谱仪: 附紫外检测器。

1.1.2 水浴锅。

1.1.3 带冷凝管的提取回流装置(150mL)。

1.1.4 C₁₈预处理小柱。

1.2 试剂

1.2.1 黄芪甲苷对照品溶液: 准确称取黄芪甲苷对照品(购自中国食品药品检定研究院, 含量测定用) 8.0mg, 用甲醇溶解并定容于20mL容量瓶中, 再用甲醇稀释成80、160、240、320、400μg/mL。

1.2.2 甲醇: 分析纯、色谱纯。

1.2.3 乙腈: 色谱纯。

1.2.4 乙醚: 分析纯。

1.2.5 正丁醇: 分析纯。

1.2.6 氨水: 分析纯。

1.2.7 氨试液: 浓氨水400mL加水至1000mL, 按《中华人民共和国药典》配制。

1.2.8 水: 双蒸水。

1.3 样品处理: 取20粒以上的样品研磨混匀, 称取一定量(准确至0.001g, 约5g)置冷凝回流装置中, 用甲醇50mL×3h、30mL×2h、20mL×1h提取3次, 合并甲醇液并回收甲醇至干, 残渣加水20mL微热使溶解, 先用乙醚洗涤2次, 每次20mL, 弃醚液, 再用水饱和的正丁醇振摇提取5次, 每次25mL, 合并正丁醇提取液, 用氨试液洗涤3次, 每次40mL, 弃氨液, 将正丁醇液回收溶剂至干, 残渣加水5mL使溶解, 通过预处理好的C₁₈小柱(先用5mL甲醇、5mL水预洗), 以水3mL洗脱, 弃去水液, 再用80%甲醇10mL洗脱, 收集洗脱液蒸干, 用甲醇溶解, 并转移至2~5mL容量瓶中(根据含量而定), 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 此为样品溶液。

1.4 色谱条件

1.4.1 色谱柱: Kromasil C₁₈, 5μm, 250×4.6mm。

1.4.2 流动相: 乙腈-水=1:2 (v/v)。

1.4.3 流速: 1.0mL/min。

1.4.4 检测波长: 200nm。

1.4.5 进样量: 10~20μL。

1.5 样品测定：分别称取样品溶液和各对照品溶液10 μ L，注入高效液相色谱仪中，记录相应的峰面积，以对照品溶液的浓度和峰面积值作图，并由样品溶液的峰面积计算出样品中被测物的含量。

1.6 结果计算

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

式中：

X—样品中黄芪甲苷的含量，mg/100g；

c—从标准曲线查得样液中黄芪甲苷的质量， μ g；

V—样品定容体积，mL；

m—样品质量，g；

1000— μ g换算成mg的换算系数。

2 原花青素的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

2.1 范围

本方法规定了保健食品中原花青素的测定方法。

本方法适用于保健食品中原花青素的含量测定。

本方法最低检出量为3 μ g，最低检出浓度为3 μ g/mL。

本方法最佳线性范围：3~150 μ g/mL。

2.2 原理：原花青素是含有儿茶素和表儿茶素单元的聚合物。原花青素本身无色，但经过用热酸处理后，可以生成深红色的花青素离子。本法用分光光度法测定原花青素在水解过程中生成的花青素离子。计算试样中原花青素含量。

2.3 试剂

2.3.1 甲醇：分析纯。

2.3.2 正丁醇：分析纯。

2.3.3 盐酸：分析纯。

2.3.4 硫酸铁铵： $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 溶液：用浓度为2mol/L盐酸配成2%（w/v）的溶液。

2.3.5 原花青素标准品：葡萄籽提取物，纯度95%。

2.4 仪器

2.4.1 分光光度计。

2.4.2 回流装置。

2.5 分析步骤

2.5.1 试样的制备

2.5.1.1 片剂：取20片试样，研磨成粉状。

2.5.1.2 胶囊：挤出20粒胶囊内容物，研磨或搅拌均匀，如内容物含油，应将内容物尽可能挤出。

2.5.1.3 口服液：摇匀后取样。

2.5.2 提取

2.5.2.1 粉状试样：称取50~100mg试样，置于50mL容量瓶中，加入30mL甲醇，超声处理20min，放冷至室温后，加甲醇至刻度，摇匀，离心或放置至澄清后取上清液备用。

2.5.2.2 含油试样：称取50mg试样，置于小烧杯中，用20mL甲醇分数次搅拌，将原花青素洗入50mL容量瓶中，直至甲醇提取液无色，加甲醇至刻度，摇匀。

2.5.2.3 口服液：吸取适量样液（取样量不超过1mL），置于50mL容量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀。

2.5.3 测定

2.5.3.1 标准曲线：称取原花青素标准品10.0mg溶于10mL甲醇中，吸取该溶液0、0.1、0.25、0.5、1.0、1.5mL，置于10mL容量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀。各取1mL测定。与试样测定方法相同。

2.5.3.2 试样测定：将正丁醇与盐酸按95：5的体积比混合后，取出6mL置于具塞锥形瓶中，再加入0.2mL硫酸铁铵溶液和1mL试样溶液，混匀，置沸水浴回流，精确加热40min后，立即置冰水中冷却，在加热完毕15min后，于546nm波长处测吸光度，由标准曲线计算试样中原花青素的含量。显色在1h内稳定。

2.6 分析结果表述：试样中原花青素测定结果按（1）式计算。

2.6.1 计算：

$$X(\%) = \frac{m_1 \times v \times 1000}{m \times 1000 \times 1000} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

X—试样中原花青素的百分含量，g/100g；

m_1 —反应混合物中原花青素的量， μg ；

v—待测样液的总体积，mL；

m—试样的质量，mg。

2.6.2 结果表示：计算结果保留三位有效数字。

2.7 技术参数

2.7.1 相对标准偏差：<10%。

2.7.2 回收率：84.6~94.4%。

【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. 刺玫果提取物

项 目	指 标
来源	蔷薇科植物山刺玫 <i>Rosa davurica pall.</i> 的干燥成熟果实
制法	经净选除杂、提取（加纯化水100℃回流提取2次，第一次15倍量3h，第二次12倍量2h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进口温度200~220℃，出口温度80~100℃）、粉碎、过筛、混合、包装等主要工艺制成
得率，%	10
感官要求	棕色粉末，具有本品特有气味和滋味，无异味
目数	80
水分，%	≤5.0
灰分，g/100g	≤5.0
总皂苷，g/100g	≥20
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

2. 灵芝提取物

项 目	指 标
来源	多孔菌科真菌赤芝 <i>Ganoderma lucidum</i> (Leyss. ex Fr.) Karst. 或紫芝 <i>Ganoderma sinense</i> Zhao, Xu et Zhang 的干燥子实体
制法	经粉碎、提取（10倍量水煎煮提取3次，每次2h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进口温度200~220℃，出口温度80~100℃）、粉碎、过筛、混合、包装等主要工艺制成
得率，%	20
感官要求	棕色粉末，具有本品特有气味和滋味，无异味
目数	80

水分, %	≤9.0
灰分, g/100g	≤4.0
多糖, g/100g	≥25
铅(以Pb计), mg/kg	≤2.0
总砷(以As计), mg/kg	≤1.0
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.3
六六六, mg/kg	≤0.1
滴滴涕, mg/kg	≤0.1
菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

3. 黄芪提取物

项 目	指 标
来源	豆科植物蒙古黄芪 <i>Astragalus membranaceus</i> (Fisch.) Bge. var. <i>mongholicus</i> (Bge.) Hsiao 或膜荚黄芪 <i>Astragalus membranaceus</i> (Fisch.) Bge. 的干燥根。
制法	经净选除杂、提取(10倍量50%乙醇60℃回流提取2次, 每次1.5h)、过滤、浓缩、喷雾干燥(进口温度200~220℃, 出口温度80~100℃)、粉碎、过筛、混合、包装等主要工艺制成
得率, %	10
感官要求	褐色粉末, 具有本品特有气味和滋味, 无异味
目数	80
水分, %	≤5.0
灰分, g/100g	≤4.0
多糖, g/100g	≥50
铅(以Pb计), mg/kg	≤2.0
总砷(以As计), mg/kg	≤1.0
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.3
六六六, mg/kg	≤0.1
滴滴涕, mg/kg	≤0.1
菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

4. 越橘提取物

项 目	指 标
来源	杜鹃花科植物欧洲越橘 (<i>Vaccinium myrtillus</i> L.) 的果实
制法	经净选除杂、提取(10倍量75%乙醇60℃回流提取2次, 每次1.5h)、过滤、浓缩、干燥(60~70℃)、粉碎、过筛、混合、包装等主要工艺制成
得率, %	10
感官要求	紫红色粉末, 具有本品特有气味和滋味, 无异味
目数	80
水分, %	≤5.0
灰分, g/100g	≤1.0
花青素, g/100g	≥25
铅(以Pb计), mg/kg	≤2.0
总砷(以As计), mg/kg	≤1.0
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.3
六六六, mg/kg	≤0.1

滴滴涕, mg/kg	≤0.1
菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

5. 沙棘提取物

项 目	指 标
来源	胡颓子科植物沙棘Hippophae rhamnoides L. 的干燥成熟果实
制法	经净选除杂、提取（加纯化水100℃回流提取2次，第一次12倍量2h，第二次10倍量的纯化水1.5小时）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进口温度200~220℃，出口温度80~100℃）、粉碎、过筛、混合、包装等加工而成
得率, %	10
感官要求	棕红色粉末，具有本品特有气味和滋味，无异味
目数	80
水分, %	≤5.0
灰分, g/100g	≤5.0
总黄酮, g/100g	≥5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六, mg/kg	≤0.1
滴滴涕, mg/kg	≤0.1
菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

6. 糊精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

7. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

