国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20210184

乐秉牌天麻乌梅颗粒

【原料】 黄芪、百合、牡丹皮、乌梅、天麻

【辅料】 麦芽糊精、赤藓糖醇、倍他环糊精、甜菊糖苷

【生产工艺】 本品经提取（黄芪、百合、牡丹皮、乌梅、天麻，浸泡0.5h后，加水煎煮2次，分别10倍量2h，8倍量1h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度185℃~205℃，出风温度95℃~115℃）、过筛、混合、制粒、干燥、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】

药用复合膜应符合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	淡黄色至棕黄色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味
性状	颗粒剂，干燥、无吸潮、结块、潮解等现象
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
水分，%	≤8.0	GB 5009.3
灰分，%	≤5	GB 5009.4
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	≤0.2	GB/T 5009.19
溶化性	在规定时间内全部溶化或轻微浑浊	《中华人民共和国药典》
粒度	不能通过一号筛与能通过5号筛的总和不得超过15%	《中华人民共和国药典》

【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
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥0.7	1 粗多糖的测定
天麻素, mg/100g	≥30	2 天麻素的测定
黄芪甲苷, mg/100g	≥12	3 黄芪甲苷的测定

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10mg葡萄糖，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（pH6.5）：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 测定步骤

1.3.1 样品提取：取本品研细，取混合均匀的样品2g，精密称定，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，于沸水浴中加热1小时，冷却至室温后，补加水至刻度（ V_1 ），混匀后过滤，弃去初滤液，收集余下滤液供沉淀粗多糖。

1.3.2 酶解：取50mL（ V_2 ）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（ V_3 ），过滤，取滤液沉淀粗多糖。

1.3.3 沉淀粗多糖：准确吸取上述滤液5.0mL（ V_4 ），置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀，于4℃冰箱静置24小时以上，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（ V_5 ）。

1.3.4 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。

1.3.5 测定葡萄糖：准确吸取上液1.0mL（ V_6 ）置于25mL比色管中，补加水至2.0mL，然后按1.3.4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。

1.4 计算结果

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

式中：

X—样品中粗多糖含量，g/100g；

M_1 —由标准曲线查得样品液中葡萄糖质量，g；

M_2 —样品质量，g；

V_1 —样品提取液总体积，mL；

V_2 —酶解所用样品提取液体积，mL；

V_3 —酶解后样品溶液定容体积，mL；

V_4 —沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；

V_5 —粗多糖溶液体积，mL；

V_6 —测定用样品液体积，mL。

2 天麻素的测定

2.1 仪器

2.1.1 高效液相色谱仪：配紫外检测器（UV）。

2.1.2 恒温水浴锅。

2.1.3 超声波清洗器。

2.2 试剂

2.2.1 除非另有说明，在分析中仅使用双蒸水。

2.2.2 乙醇：分析纯。

2.2.3 乙腈：色谱纯。

2.2.4 天麻素：纯度≥98%，购自中国食品药品检定研究院。

2.2.5 天麻素标准溶液制备：精密称定天麻素标准品适量，加流动相溶解并配制成25μg/mL的标准溶液。

2.3 测定过程

2.3.1 样品处理：取样品研成细粉，称取样品约5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入稀乙醇50mL。称定重量，加热回流3h，放冷，再称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密吸取续滤液10mL，浓缩至近干。残渣加乙腈-水（3：97）混合溶液溶解，转移至25mL量瓶中，用乙腈-水（3：97）混合溶液稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2.3.2 液相色谱条件

2.3.2.1 色谱柱：反相C₁₈柱，5μm，4.6mm×250mm。

2.3.2.2 柱温：20~35℃。

2.3.2.3 检测波长220nm。

2.3.2.4 流动相：乙腈-0.2%磷酸盐（3：97）。

2.3.2.5 流速：1.0mL/min。

2.3.2.6 进样量：20μL。

2.3.2.7 色谱分析：分别精密吸取对照溶液和供试品溶液各20μL注入液相色谱仪中，以保留时间定性，以试样峰面积计算含量；

2.4 计算结果

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

式中：

X—试样中天麻素的含量，mg/100g；

A₁—标准品峰面积；

A₂—供试品峰面积；

C—标准品浓度，μg/mL；

V—稀释体积；

m—试样质量，g。

3 黄芪甲苷的测定

3.1 仪器

3.1.1 高效液相色谱仪、紫外检测器。

3.1.2 水浴锅。

3.1.3 带冷凝管的提取回流装置(150mL)。

3.1.4 C₁₈预处理小柱。

3.2 试剂

3.2.1 除非另有说明，在分析中仅使用双蒸水。

3.2.2 甲醇（AR）；正丁醇（AR）；乙醚（AR）、氨水（AR）：按《中国药典》配制氨试液：浓氨水400mL加水至1000mL。

3.2.3 甲醇（GR）、乙腈（GR）。

3.2.4 黄芪甲苷：纯度≥98%，购自中国食品药品检定研究院，精密称定黄芪甲苷标准品适量，用甲醇溶解并配制成80μg/mL、160μg/mL、240μg/mL、320μg/mL、400μg/mL的标准溶液。

3.3 供试品溶液的制备：取装量差异项下样品2g，精密称定，加水20mL，微热使溶解，滤过，先用乙醚洗涤2次，每次20mL，弃醚液，再用水饱和正丁醇振摇提取5次，每次25mL，合并正丁醇液，用氨试液洗涤3次，每次40mL，弃去氨液，正丁醇蒸干，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，残渣加甲醇溶解并转移至5mL容量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，过0.45μm滤膜，即得。

3.4 液相色谱条件

3.4.1 色谱柱：C₁₈柱，5μm，4.6mm×250mm。

3.4.2 流动相：乙腈+水（1+2，V/V）。

3.4.3 检测波长：200nm。

3.4.4 流速：1.0mL/min。

3.4.5 标准及样品测定：分别精密吸取样品液和各标准液10μL，注入高效液相色谱仪中，记录相应的峰面积，以标准液的浓度和峰面积值作图，并由样品液的峰面积计算出样品中的被测物的含量。

3.5 结果计算

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

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含量，μg；

V—样品定容体积，mL；

m—样品质量，g；

1000— μg 换算成mg的换算系数。

【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. 黄芪：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 百合：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 3. 牡丹皮：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 4. 乌梅：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 5. 天麻：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 6. 麦芽糊精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 7. 赤藓糖醇：应符合GB 26404《食品安全国家标准 食品添加剂 赤藓糖醇》的规定。
 8. 倍他环糊精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 9. 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。
-