

国家市场监督管理总局

保健食品产品技术要求

国食健注G20090191

海斯莱福®罗汉果金银花薄荷含片

【原料】 罗汉果提取物、蝙蝠蛾拟青霉菌丝体、金银花提取物、薄荷提取物、胖大海提取物

【辅料】 蔗糖、糊精、D-甘露糖醇、柠檬酸、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经粉碎、过筛、混合、制粒、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】 塑料瓶应符合GB 4806.7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	棕黄色
滋味、气味	含食有清凉感，味甘甜，有特殊的芳香味；具原料特有的气味
性状	片剂，大小一致、厚度均匀
杂质	无正常视力可见异物

【鉴别】

1 薄荷脑薄层色谱鉴别方法

1.1 方法提要：样品中的薄荷脑经醋酸乙酯提取，硅胶G薄层分离，以10%磷钼酸乙醇溶液显色，与阳性对照比较定性。

1.2 试剂

1.2.1 硅胶G（薄层层析用）。

1.2.2 展开剂：苯-醋酸乙酯（19:1），均为分析纯。

1.2.3 显色剂：10%磷钼酸乙醇溶液。

1.2.4 醋酸乙酯：分析纯。

1.2.5 薄荷脑对照品。

1.3 鉴别试验

1.3.1 样品制备：取本品5片，研碎，加醋酸乙酯20mL，超声处理10min，滤过，滤液作为供试品溶液。

1.3.2 阳性对照品液的制备：薄荷脑对照品，加醋酸乙酯制成每1mL含3mg的溶液，作为对照品溶液。

1.3.3 薄层层析：吸取上述两种溶液各5 μ L，分别点于同一以羟甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶G薄层板上，以苯-醋酸乙酯（19:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%磷钼酸乙醇溶液，在105 $^{\circ}$ C加热至斑点显色清晰。

1.3.4 结果判断：供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，应显相同颜色的斑点。

【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, %	≤9.0	GB 5009.3
灰分, %	≤9.0	GB 5009.4
溶化性	不应在10min内全部溶化或崩解	《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	≤0.1	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	≤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
绿原酸, g/100g	≥0.7	1 绿原酸的测定
腺苷, mg/100g	≥30	2 腺苷的测定

1 绿原酸的测定

1.1 原理：用50%甲醇溶液提取样品中的绿原酸，以C₁₈柱分离，用高效液相色谱在327nm波长处测定，与对照品的保留时间比较定性，以峰面积外标法定量。

1.2 仪器

1.2.1 高效液相色谱仪。

1.2.2 超声波清洗器。

1.3 试剂

1.3.1 甲醇：分析纯。

1.3.2 磷酸：分析纯。

1.3.3 乙腈：色谱纯。

1.3.4 水：高纯水或同等纯度蒸馏水。

1.3.5 绿原酸对照品溶液：精密称取绿原酸对照品适量，置棕色容量瓶中，加50%甲醇制成30 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的溶液，于10 $^{\circ}\text{C}$ 以下保存。

1.4 样品处理：取本品适量，粉碎，取1.0g，精密称定，精密加入50%甲醇50mL，称定重量，静置20min后，超声处理5min，放冷，再称定重量，用50%甲醇补足减失的重量，滤过，取续滤液即为供试品溶液。

1.5 色谱条件

1.5.1 色谱柱： C_{18} 柱，4.6 \times 250mm。

1.5.2 流动相：乙腈-0.4%磷酸溶液10:90。

1.5.3 流速：1.0mL/min。

1.5.4 检测波长：327nm。

1.5.5 进样量：10 μL 。

1.6 样品测定：准确吸取样品处理液10 μL ，注入高效液相色谱仪分离测定，以对照品的保留时间定性，以峰面积外标法定量。

1.7 结果计算

$$X = \frac{C \times V \times A_1 \times 100}{M_1 \times A_2 \times 10^6}$$

式中：

X—样品中绿原酸的含量，g/100g；

C—绿原酸对照品溶液的浓度， $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；

A_1 —供试品溶液峰面积；

A_2 —对照品溶液峰面积；

M_1 —取样量，g；

V—样品定容体积，mL。

2 腺苷的测定（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腺苷的测定方法。

本方法适用于以冬虫夏草为主要原料的保健食品中腺苷的测定。

本方法的检出限：0.04 μg 。

本方法的线性范围：0.40~60.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

2.2 原理：将粉碎的胶囊、片剂试样使用乙醇-水进行提取，根据高效液相色谱紫外检测器定性定量检测。

2.3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用双蒸水。

2.3.1 磷酸二氢钾：分析纯。

2.3.2 无水乙醇：优级纯。

2.3.3 甲醇：优级纯。

2.3.4 提取液：乙醇-水=3:2。

2.3.5 腺苷标准溶液：准确称量腺苷标准品0.0100g，加入水溶解并定容至25mL。此溶液每mL含0.4mg腺苷。

2.4 仪器

2.4.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）。

2.4.2 超声波清洗器。

2.4.3 离心机。

2.5 分析步骤

2.5.1 试样处理：取20粒以上片剂或胶囊试样进行粉碎混匀，准确称取适量试样（精确至0.001g）于25mL容量瓶中，加入约20mL提取液，超声提取10min。取出后加入提取液定容至刻度，混匀后以3000r/min离心3min。经0.45 μm 滤膜过滤后供液相色谱分析用。

2.5.2 液相色谱参考条件

2.5.2.1 色谱柱： C_{18} 柱，4.6 \times 150mm，5 μm 。

2.5.2.2 柱温：室温。

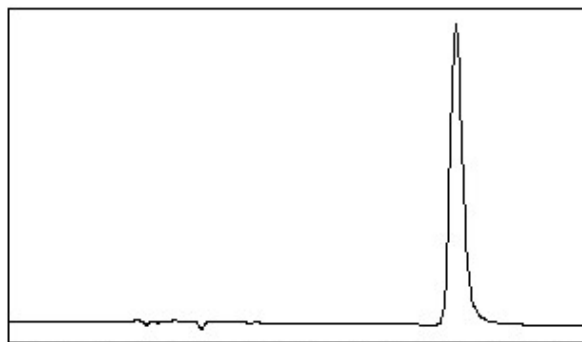
2.5.2.3 紫外检测器：检测波长254nm。

2.5.2.4 流动相：甲醇-0.01mol/L磷酸二氢钾溶液=10:90。

2.5.2.5 流速：1.0mL/min。

2.5.2.6 进样量：10 μ L。

2.5.2.7 色谱分析：取10 μ L标准溶液及试样溶液注入色谱仪中，以保留时间定性，以试样峰高或峰面积与标准比较定量。



腺苷标准溶液色谱图

2.5.3 标准曲线制备：分别配制浓度为0.400、2.00、4.00、20.0、60.0 μ g/mL腺苷标准溶液，在给定的仪器条件下进行液相色谱分析，以峰高或峰面积对浓度作标准曲线。

2.5.4 分析结果的表示

2.5.4.1 计算

$$X = \frac{h_1 \times C \times V \times 100}{h_2 \times m \times 1000}$$

式中：

X—试样中腺苷的含量，mg/100g；

h_1 —试样峰高或峰面积；

C—标准溶液浓度， μ g/mL；

V—试样定容体积，mL；

h_2 —标准溶液峰高或峰面积；

m—试样质量，g。

2.5.4.2 结果表示：计算结果保留三位有效数字。

2.6 技术参数

2.6.1 准确度：方法的回收率在92.7%~98.3%之间。

2.6.2 允许差：在重复性条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 $\pm 10\%$ 。

【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. 罗汉果提取物

项 目	指 标
来源	罗汉果的干燥果实 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
制法	经破碎、提取（10、8倍量水煎煮2次，每次2h）、 过滤、浓缩、干燥（0.08Mpa，80 $^{\circ}$ C）、粉碎、过 筛等主要工艺制成。
提取率，%	约10
感官要求	棕黄色粉末，且有原料特有的滋气味
罗汉果甜苷，%	≥ 10
水分，%	≤ 5
灰分，%	≤ 5
粒度	80目
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
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. 蝙蝠蛾拟青霉菌丝体

项 目	指 标
来源	蝙蝠蛾拟青霉 (<i>Paecilomyces hepiali</i> Chen et Dai, sp. nov)
制法	经培养基灭菌（121℃，30min）、发酵（菌种：蝙蝠蛾拟青霉，25℃左右，48~60h）、过滤、干燥（80~95℃）、粉碎、包装等主要工艺制成。
感官要求	棕色粉末，且有微香和微苦味
腺苷，%	≥0.15
水分，%	≤8
灰分，%	≤8
粒度	80目
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
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. 金银花提取物

项 目	指 标
来源	忍冬的干燥花蕾或带初开的花 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
制法	经提取（15、10倍量65%乙醇回流提取2次，每次2h）、过滤、浓缩、干燥（0.08Mpa，80℃）、粉碎、过筛等主要工艺制成。
提取率，%	约6.7
感官要求	黄绿色粉末，且有原料特有的滋味、气味
绿原酸，%	≥8
水分，%	≤5
灰分，%	≤5
粒度	80目
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
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. 薄荷提取物

项 目	指 标
来源	薄荷的干燥地上部分 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
制法	经提取（10倍量水，蒸汽蒸馏6h）、收集挥发油、过滤、浓缩、干燥（0.08Mpa，80℃）、混合、避光密闭吸收等主要工艺制成。
提取率，%	约8.3
感官要求	淡黄色粉末，且有原料特有的滋气味
挥发油，%	≥2
薄荷脑薄层色谱鉴别	阳性
水分，%	≤5

灰分, %	≤5
粒度	80目
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
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. 胖大海提取物

项 目	指 标
来源	胖大海的干燥成熟种子 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
制法	经粉碎、提取 (10、8倍量水煎煮2次, 每次2h)、 过滤、浓缩、干燥 (0.08Mpa, 80℃)、粉碎、过 筛等主要工艺制成。
提取率, %	约10
感官要求	黄棕色粉末, 原料特有的滋味、气味
粗多糖, %	≥6
水分, %	≤5
灰分, %	≤5
粒度	80目
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
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. 蔗糖: 应符合GB 13104《食品安全国家标准 食糖》的规定。

7. 糊精: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

8. D-甘露糖醇: 应符合GB 1886.177《食品安全国家标准 食品添加剂 D-甘露糖醇》的规定。

9. 柠檬酸: 应符合GB 1886.235《食品安全国家标准 食品添加剂 柠檬酸》的规定。

10. 硬脂酸镁: 应符合GB 1886.91《食品安全国家标准 食品添加剂 硬脂酸镁》的规定。