

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190458

蓟海牌水飞蓟灵芝提取物颗粒

- 【原料】 葛根提取物、五味子提取物、灵芝提取物、水飞蓟提取物
- 【辅料】 麦芽糊精、β-环糊精、甜菊糖苷
- 【生产工艺】 本品经粉碎、过筛、混合、制粒、干燥、包装、辐照灭菌（⁶⁰Co，5kGy）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】 药用包装用复合膜应符合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	内容物呈浅黄色至浅棕色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味；无异味
性状	颗粒，不结块
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，%	≤2.0	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	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
溶化性	10g样品在20 0mL热水中完 全溶解	《中华人民共和国药典》
粒度	不能通过一 号筛与能通 过五号筛的 总和不超过1 5%	《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
水飞蓟宾, g/100g	≥0.30	1 水飞蓟宾的测定
葛根素, g/100g	≥1.60	2 葛根素的测定

1 水飞蓟宾的测定

1.1 原理：将混匀的试样使用75%甲醇提取，根据高效液相色谱紫外检测器定性定量检测。

1.2 试剂

1.2.1 甲醇：色谱纯。

1.2.2 甲醇：分析纯。

1.2.3 冰醋酸：分析纯。

1.2.4 纯净水。

1.3 仪器

1.3.1 高效液相色谱仪。

1.3.2 恒温水浴锅。

1.4 标准品溶液的配制：精密称取水飞蓟宾标准品（纯度 $\geq 98\%$ ，sigma）适量，加甲醇溶解并定量稀释制成每1mL中约含50 μg 的溶液，作为标准品溶液。

1.5 供试品溶液的制备：取本品0.4g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入75%甲醇50mL，称定重量，加热回流30min，放冷，再称定重量，用75%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，续滤液作为供试品溶液。

1.6 色谱条件

1.6.1 色谱柱：迪马C18柱，250 $\times$ 4.6mm，5 μm 。

1.6.2 检测波长：287nm。

1.6.3 流动相：甲醇-水-冰醋酸=48:52:1。

1.6.4 流速：1.0mL/min。

1.6.5 进样体积：5 μL 。

1.7 色谱分析：精密吸取标准品溶液及供试品溶液注入液相色谱仪中，以保留时间定性，以试样峰面积与标准比较定量。

1.8 结果计算

$$X = \frac{A_1 \times f \times c \times 100}{A_2 \times m \times 1000}$$

式中：

X—试样中水飞蓟宾的含量，g/100g；

A_1 —试样峰面积；

A_2 —标准峰面积；

f—样液稀释倍数；

c—标准液浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

m—试样的质量，mg。

2 葛根素的测定

2.1 原理：将混匀的试样使用30%乙醇提取，根据高效液相色谱紫外检测器定性定量检测。

2.2 试剂

2.2.1 甲醇：色谱纯。

2.2.2 乙醇：分析纯。

2.2.3 水：纯净水。

2.3 仪器

2.3.1 高效液相色谱仪。

2.3.2 恒温水浴锅。

2.4 标准品溶液的配制：精密称取葛根素标准品（纯度96%，中国食品药品检定研究院）适量，加30%乙醇溶解并定量稀释制成每1mL中约含40 μg 的溶液，作为标准品溶液。

2.5 供试品溶液的制备：取本品0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入30%乙醇100mL，称定重量，加热回流30min，放冷，再称定重量，用30%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，续滤液作为供试品溶液。

2.6 色谱条件

2.6.1 色谱柱：迪马C18柱，250 $\times$ 4.6mm，5 μm 。

2.6.2 检测波长：250nm。

2.6.3 流动相：甲醇-水=25:75。

2.6.4 流速：1.0mL/min。

2.6.5 进样体积：5 μL 。

2.7 色谱分析：精密吸取标准品溶液及供试品溶液注入液相色谱仪中，以保留时间定性，以试样峰面积与标准比较定量。

2.8 结果计算

$$X = \frac{A_1 \times f \times c \times 100}{A_2 \times m \times 1000}$$

式中：

X—试样中葛根素的含量，g/100g；

A₁—试样峰面积；

A₂—标准峰面积；

f—样液稀释倍数；

c—标准液浓度，μg/mL；

m—试样质量，mg。

【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. 葛根提取物

项 目	指 标
来源	葛根 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（分别7、5、3倍量70%乙醇回流提取3次，每次2h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度180~220℃，出风温度70~90℃）、粉碎、包装等主要工艺加工制成
感官要求	棕黄色粉末，具本品特殊气味，味苦
提取率，%	12.5
葛根素，%	≥40
粒度（80目筛通过率），%	≥90
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤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
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

2. 五味子提取物

项 目	指 标
来源	五味子 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（8倍量水回流提取3次，每次2h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度180~220℃，出风温度70~90℃）、粉碎、包装等主要工艺加工制成
	棕红色均匀精细粉末，气香、味涩，无可见异

感官要求	物
提取率, %	25
五味子总素, %	≥2
粒度(80目筛通过率), %	≥95
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤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
菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

3. 灵芝提取物

项 目	指 标
来源	灵芝 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取(分别10、10、8倍量85%乙醇回流提取3次, 每次2h; 滤渣分别加20、15、8倍量水提取3次, 每次1.5h)、过滤、浓缩、真空干燥(50~60℃, 0.08MPa)、粉碎、混合、包装等主要工艺加工制成
感官要求	棕色至棕褐色粉末, 具有灵芝特有香气, 味苦
提取率, %	3.7
灵芝多糖(以葡萄糖计), %	≥10.0
灵芝三萜(以齐墩果酸计), %	≥4.0
粒度(80目筛通过率), %	≥100
水分, %	≤8.0
灰分, %	≤9.0
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
农药残留	无
菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

4. 水飞蓟提取物

项 目	指 标
来源	水飞蓟籽 应符合《中华人民共和国药典》的规定
	经压榨除油、提取(压榨粕加1.5倍量乙醇60±

制法	5℃循环提取24h)、过滤、浓缩、真空干燥(90±5℃, 大于0.08MPa)、粉碎、除溶残、粉碎、包装等主要工艺加工制成
感官要求	淡黄色至黄棕色松散粉末; 具有本品特有的滋味、气味
鉴别(1)	应即显玫瑰红色
鉴别(2)	应即产生黄色沉淀
鉴别(3)	在287nm波长处有最大吸收
提取率, %	4
总黄酮(以水飞蓟宾计), %	≥75
水飞蓟宾, %	≥20
粒度(80目筛通过率), %	≥100
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤0.5
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
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

5. 麦芽糊精: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
6. β-环糊精: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
7. 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。