

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200088

苗贡® 荷叶黑茶左旋肉碱片

- 【原料】 左旋肉碱酒石酸盐、魔芋精粉、泽泻提取物、黑茶提取物（普洱茶）、荷叶提取物、银杏叶提取物
- 【辅料】 微晶纤维素、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】 口服固体药用高密度聚乙烯瓶应符合YBB00122002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	浅棕色至黄棕色
滋味、气味	具有本品特有的滋味、气味，无异味
性状	片剂，完整光洁，无破损
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
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤6.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《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	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.2	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
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
总黄酮(以芦丁计), mg/100g	≥850	1 总黄酮的测定
左旋肉碱, g/100g	≥13	2 左旋肉碱的测定

1 总黄酮的测定

1.1 试剂

1.1.1 聚酰胺粉。

1.1.2 芦丁标准溶液：称取5.0mg芦丁，加甲醇溶解并定容至100mL，即得50μg/mL。标准品纯度：≥98%；来源：中国食品药品检定研究院。

1.1.3 乙醇：分析纯。

1.1.4 甲醇：分析纯。

1.2 分析步骤

1.2.1 试样处理：称取一定量的试样，加乙醇定容至25mL，摇匀后，超声提取20min，放置，吸取上清液1.0mL，于蒸发皿中，加1g聚酰胺粉吸附，于水浴上挥去乙醇，然后转入层析柱。先用20mL苯洗，苯液弃去，然后用甲醇洗脱黄酮，定容至25mL。此液于波长360nm测定吸收值。同时以芦丁为标准品，测定标准曲线，求回归方程，计算试样中总黄酮含量。

1.2.2 芦丁标准曲线：吸取芦丁标准溶液：0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL于10mL比色管中，加甲醇至刻度，摇匀，于波长360nm比色。求回归方程，计算试样中总黄酮含量。

1.3 计算结果和结果表示

$$X = \frac{A \times V_2 \times 100}{V_1 \times M \times 100}$$

式中:

X—试样中总黄酮含量, mg/100g;

A—由标准曲线算得被测液中黄酮量, μg ;

M—试样质量, g;

V_1 —测定用试样体积, mL;

V_2 —试样定容总体积, mL。

计算结果保留二位有效数字。

2 左旋肉碱的测定

2.1 仪器

2.1.1 HPLC系统, 配有紫外检测器和色谱工作站。

2.1.2 超声波提取器。

2.1.3 溶剂微孔过滤器带0.45 μm 水相滤膜。

2.2 试剂

除特殊说明, 所用试剂均为分析纯。实验用水为去离子水或同等纯度的蒸馏水。

2.2.1 磷酸氢二钾。

2.2.2 辛烷磺酸钠。

2.2.3 0.50mmol/L盐酸。

2.2.4 肉碱标准溶液: 精密称取干燥至恒重的肉碱标准品0.0200g, 用0.50mmol/L盐酸溶解并定容为10.0 mL, 此溶液浓度为0.2mg/mL。标准品纯度: $\geq 98\%$; 来源: 美国sigma。

2.3 分析步骤

2.3.1 试样预处理: 准确称取样品0.30g(含肉碱约40mg), 于50mL 容量瓶中, 加入0.50mmol/L盐酸约35mL, 超声提取10min, 用0.50mmol/L盐酸定容, 混匀, 过滤, 弃初滤液数毫升, 收集滤液, 过0.45 μm 水相滤膜, 为试样处理液。供HPLC分析。

2.3.2 试样分析

2.3.2.1 色谱条件: Shim-pakCL ODS柱: 4.6 $\times$ 200mm, 10 μm 。

2.3.2.2 流动相: 0.05mol/L(3.4g) 磷酸氢二钾溶液, 0.002mol/L辛烷磺酸钠; 10%乙腈; pH2.5。

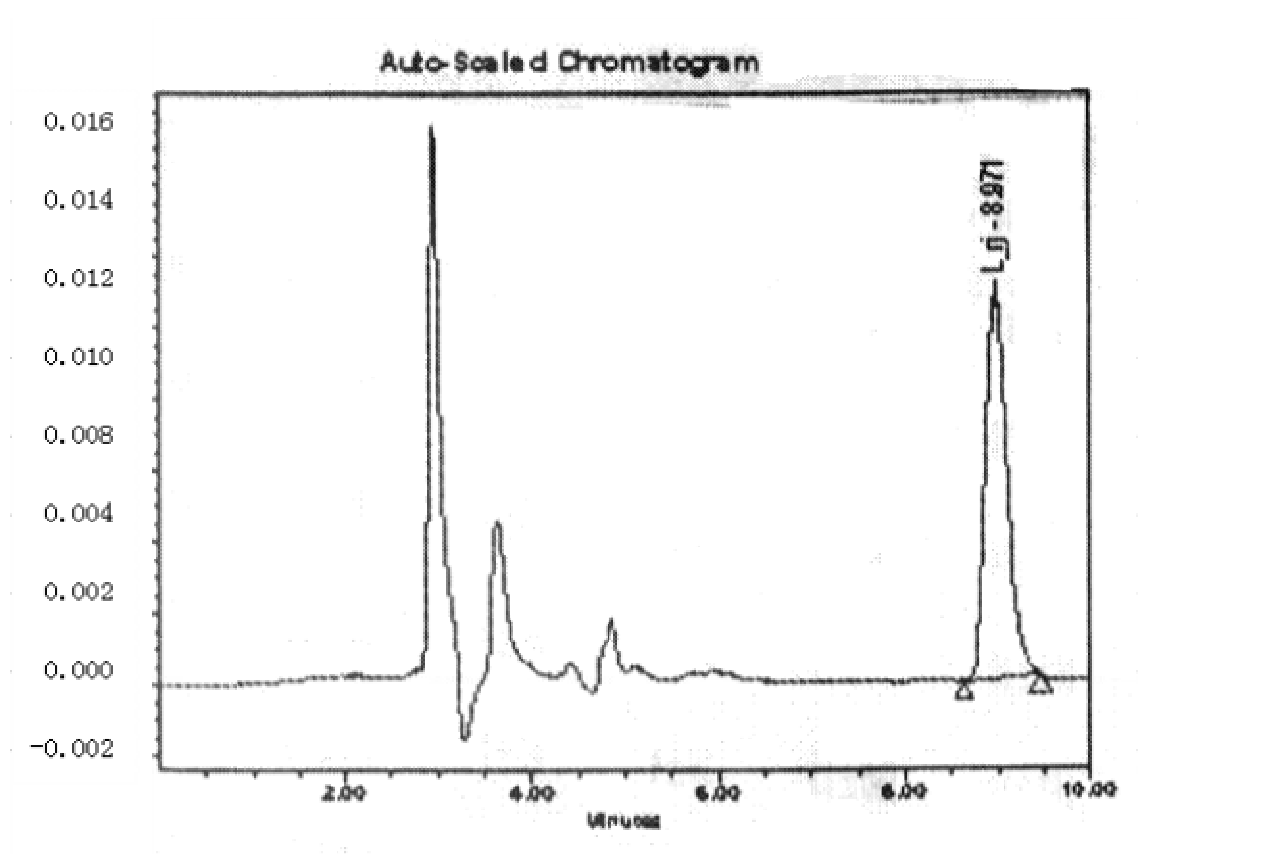
2.3.2.3 流速: 0.8mL/min。

2.3.2.4 检测器: 紫外检测器; 检测波长: 210nm。

2.3.3 标准曲线: 分别取标准溶液0.0、0.25、0.50、1.0、2.0、2.5、5.0mL标准溶液(2.2.4)于5mL比色管中; 用0.50mmol/L盐酸稀释并定容为5.0mL, 分别进样20 μL 进行色谱分析。用标准浓度—峰面积绘制标准曲线。

2.3.4 试样测定: 取20 μL 试样处理液(2.3.1)注入色谱仪中, 以保留时间定性, 面积定量。

2.3.5 色谱图



2.3.6 分析结果表述

$$X = \frac{C \times V}{m}$$

式中：

- X—试样中肉碱的含量，mg/g；
- M—试样质量，g；
- C—试样处理液中肉碱的浓度，mg/mL；
- V—试样处理液体积，mL。

【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. 左旋肉碱酒石酸盐：应符合GB 25550《食品添加剂 L-肉碱酒石酸盐》的规定。
2. 魔芋精粉：应符合GB/T 18104《魔芋精粉》的规定。
3. 泽泻提取物

项 目	指 标
来源	泽泻 <i>Alisma orientale</i> (Sam.) Juzep. 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经挑拣、清洗、晾晒、破碎、提取（10倍量水100℃提取2次，每次2h）、过滤、真空浓缩（65～75℃，0.06～0.08MPa）、真空干燥（60～70℃，0.07～0.08MPa）、粉碎、过筛（80目）、包装、检验、成品入库等主要工艺加工制成

得率, %	13.2
感官要求	粉末
多糖, %	≥2.0
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
六六六, mg/kg	<0.2
滴滴涕, mg/kg	<0.2
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. 黑茶提取物（普洱茶）

项 目	指 标
来源	黑茶（普洱茶） <i>Camellia sinensis</i> var. <i>assamica</i> 应符合相关食品安全国家标准的规定
制法	经预处理、提取（加水100℃提取3次，分别10倍量1.5h、8倍量1h、8倍量1h）、过滤、真空浓缩（65~75℃，0.06~0.08MPa）、真空干燥（60~70℃，0.07~0.08MPa）、粉碎、过筛（80目）、包装、检验、成品入库等主要工艺加工制成
得率, %	20.0
感官要求	粉末
茶多酚, %	≥10.0
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
六六六, mg/kg	<0.2
滴滴涕, mg/kg	<0.2
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. 荷叶提取物

项 目	指 标
来源	荷叶 <i>Nelumbo nucifera</i> Gaertn 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经挑拣、清洗、晾干、破碎、提取（60%乙醇回流提取3次，分别8倍量2h、8倍量2h、6倍量1h）、过滤、真空浓缩（60~65℃，0.06~0.08MPa）、真空干燥（60~70℃，0.07~0.08MPa）、粉碎、过筛（80目）、包装、检验、成品入库等主要工艺加工制成
得率, %	9.0
感官要求	粉末
总黄酮, %	≥2.0
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
六六六, mg/kg	<0.2
滴滴涕, mg/kg	<0.2
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. 银杏叶提取物

项 目	指 标
来源	银杏叶Ginkgo biloba L. 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经预处理（清洗、沥干、粉碎、石油醚提取、过滤、滤渣挥去石油醚）、提取（6倍量70%乙醇回流提取2次，每次2h）、过滤、真空浓缩（60~65℃，0.06~0.08MPa）、回收乙醇、真空干燥（60~70℃，0.07~0.08MPa）、粉碎、过筛（80目）、包装、检验、成品入库等主要工艺加工制成
得率, %	8.3
感官要求	浅黄棕色至黄棕色粉末，具有本品特殊性气味
总黄酮, %	≥5.0
总黄酮醇苷, %	≥2.0
萜类内酯, %	≥0.8
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
六六六, mg/kg	<0.2
滴滴涕, mg/kg	<0.2
银杏酸, mg/kg	<10
加工助剂残留, mg/kg	≤20
游离槲皮素, mg/g	≤10
游离山奈素, mg/g	≤10
游离异鼠李素, mg/g	≤4
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

7. 微晶纤维素：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

8. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。