

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20100175

久鼎牌枳椇子葛根片

【原料】 葛根、枳椇子、五味子、茯苓、枸杞子、大枣、干姜

【辅料】 白砂糖、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经粉碎、过筛、提取（葛根，8倍量70%乙醇浸泡12h，回流提取3次，每次2h；五味子，8倍量75%乙醇回流提取3次，分别3、2、1h；茯苓、枸杞子、干姜、大枣，分别10、8倍量水煎煮2次，每次2h）、过滤、浓缩、混合、干燥（70℃）、粉碎、过筛、辐照灭菌（⁶⁰Co，≤5kGy）、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】 食品包装用塑料与铝箔复合膜、袋应符合GB/T 28118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	棕褐色，色泽均匀
滋味、气味	味微苦、涩
性状	片剂，完整光洁，有适宜的硬度
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，%	≤8.0	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
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
总黄酮(以芦丁计), mg/100g	≥75.09	1 总黄酮的测定
五味子甲素, mg/100g	≥19.1	2 五味子醇甲、五味子甲素和乙素的测定
五味子乙素, mg/100g	≥64.3	2 五味子醇甲、五味子甲素和乙素的测定
五味子醇甲, mg/100g	≥67.2	2 五味子醇甲、五味子甲素和乙素的测定

1 总黄酮的测定(来源于《保健食品检验与评价技术规范》(2003年版))

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。

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 计算和结果表示:

$$X = \frac{A \times V_2 \times 100}{V_1 \times M \times 1000}$$

式中:

X—试样中总黄酮的含量, 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 五味子醇甲、五味子甲素和乙素的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

2.1 范围

本方法规定了以五味子为主要原料生产的保健食品中五味子醇甲、五味子甲素和乙素含量的HPLC测定方法。

本方法适用于以五味子为主要原料生产的保健食品中五味子醇甲、五味子甲素和乙素含量的HPLC测定。

本方法的检测限分别为五味子醇甲0.02 μ g, 五味子甲素 0.03 μ g, 五味子乙素0.02 μ g。

本方法的最佳线性范围为0.2~10 μ g。

2.2 原理：将试样中的木脂素提取后，使用等度洗脱反相高效液相色谱进行分离，紫外检测器（UV）检测，根据色谱峰的保留时间定性，外标法定量，适用于以北五味子为主要原料生产的保健食品中五味子醇甲、五味子甲素和乙素定量分析。

2.3 试剂

2.3.1 水为双重蒸馏水

2.3.2 甲醇：色谱纯。

2.3.3 高效液相色谱流动相：等度淋洗。

2.3.4 五味子醇甲、五味子甲素和乙素标准品：含量均大于98%（HPLC）。

2.3.5 五味子醇甲、五味子甲素和乙素标准溶液的配制：配制五味子醇甲、五味子甲素和乙素标准储备液，浓度分别为3mg/mL，再以此储备液配制成混合标准系列溶液，浓度范围为0.02~1mg/mL；所有标准溶液均用甲醇配制。

2.4 仪器

2.4.1 高效液相色谱仪：双高压输液泵，附紫外检测器。

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：精密称取粉碎后的五味子0.25g，置20mL具塞锥形瓶中，加入甲醇约18mL，超声提取20分钟，取出，静置待冷，加甲醇至刻度。试样溶液过0.45 μ m油膜，滤液进行色谱分析。

2.5.2 测定

2.5.2.1 液相色谱参考条件

2.5.2.1.1 色谱柱：反相 C_{18} 柱，5 μ m，100Å，4.6×250mm。

2.5.2.1.2 紫外检测器：检测波长254nm

2.5.2.1.3 等度淋洗条件：甲醇/水=77/23（v/v），流速：1mL/min

2.5.2.1.4 柱温：35℃

2.5.2.2 色谱分析

2.5.2.2.1 标准曲线的制备：将标准混合系列溶液均取10 μ L进HPLC分析，用峰面积对浓度计算五味子醇甲、五味子甲素和乙素的标准回归曲线。

2.5.3.2.2 试样测定：取10 μ L试样净化液进行高效液相色谱分析，以绝对保留时间定性，用峰面积通过五味子醇甲、五味子甲素和乙素的标准曲线定量计算试样中的含量。

2.6 分析结果的表述

2.6.1 计算

$$\text{试样中五味子醇甲、五味子甲素和乙素的含量 (mg/100g)} = \frac{C \times 20 \times 100}{m}$$

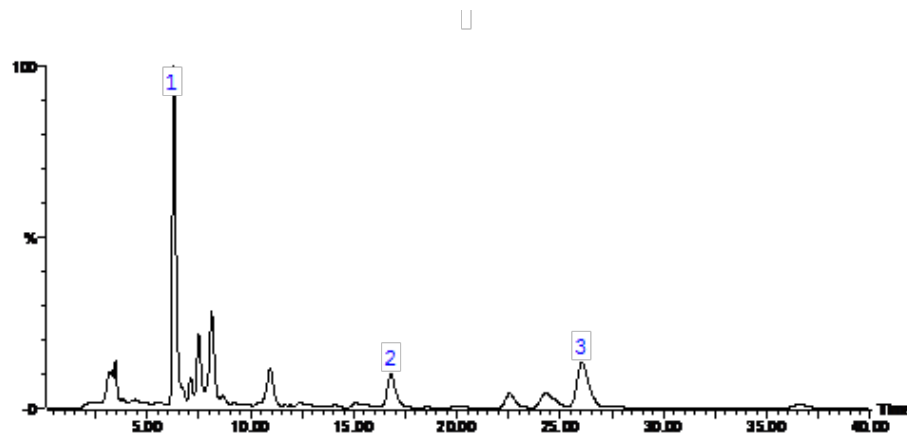
式中：

C—试样溶液中五味子醇甲、五味子甲素和乙素的含量，mg/mL；

m—试样质量，g。

2.6.2 结果表示：分析结果保留三位有效数字。

2.7 色谱图



1为五味子醇甲

2为五味子甲素

3为五味子乙素

【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. 葛根、五味子、茯苓、枸杞子、大枣、干姜：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 枳椇子：应符合《黑龙江中药炮制规范》的规定。
 3. 白砂糖：应符合GB/T 317《白砂糖》的规定。
 4. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-