

附2

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200112

同仁堂牌黄芪桑叶茶

【原料】 黄芪、桑叶、桑白皮、桑椹、玄参、吡啶甲酸铬

【辅料】 无

【生产工艺】 本品经提取（黄芪、1/3桑叶、桑白皮、桑椹、玄参，加纯化水经浸泡1h后，10、8倍量纯化水煎煮2次，每次1.5h）、过滤、浓缩、干燥、辐照灭菌（2/3桑叶，⁶⁰Co，5kGy）、粉碎、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】

热封型茶叶滤纸符合GB/T 25436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	棕色至棕褐色
滋味、气味	微酸，气味清香
性状	颗粒，干燥、均匀，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，%	≤9	GB 5009.3
灰分，%	≤15	GB 5009.4

铅（以Pb计），mg/kg	≤5.0	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
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），g/100g	≥0.7	1 总黄酮的测定
吡啶甲酸铬，mg/100g	14~28	2 吡啶甲酸铬的测定

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

$$A \times V_0 \times 100$$

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

$V_1 \times M \times 1000$

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 吡啶甲酸铬的测定 (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吡啶甲酸铬含量的测定方法。

本方法适用于吡啶甲酸铬作为功效成分添加于片剂、胶囊等试样类型中含量的测定。

本方法的最低检出量10.0mg/kg。

本方法的最佳线性范围: 2.00~100 $\mu\text{g/mL}$ 。

2.2 原理: 将粉碎的胶囊和片剂试样使用甲醇:水=1:1进行提取和稀释, 根据高压液相色谱紫外检测器外标法定性定量检测。

2.3 试剂

2.3.1 甲醇: 优级纯。

2.3.2 磷酸氢二钾、磷酸二氢钾: 分析纯。

2.3.3 吡啶甲酸铬标准溶液: 准确称量吡啶甲酸铬标准品0.0100g, 加入甲醇:水=1:1并定容至100.0mL, 如有少量残渣, 可使用超声波加速溶解。此溶液每mL含100 μg 吡啶甲酸铬。

2.4 仪器设备

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: 取试样进行粉碎或混匀, 准确称取一定量试样于刻度试管中, 加入甲醇:水=1:1并定容至20.0mL, 超声提取5min后以3000r/min离心3min。经0.45 μm 滤膜过滤后, 备用。

2.5.2 液相色谱参考条件

2.5.2.1 色谱柱: C_{18} 柱, 4.6 $\times$ 250mm。

2.5.2.2 柱温: 室温。

2.5.2.3 紫外检测器: 检测波长254nm。

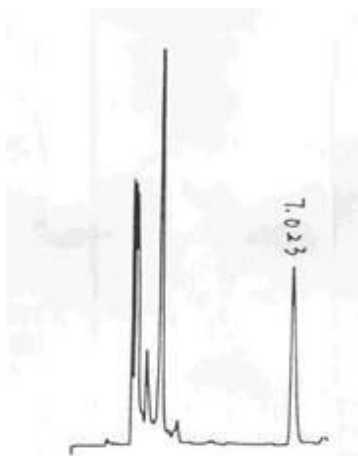
2.5.2.4 流动相: 0.125mol/L磷酸盐缓冲溶液:乙腈=425:75。

2.5.2.5 流速: 0.5mL/min。

2.5.2.6 进样量: 10 μL 。

2.5.2.7 色谱分析: 量取10 μL 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。

2.5.3 色谱图



在上述色谱条件下，吡啶甲酸铬的保留时间为7.023。

2.5.4 标准曲线制备 配制浓度为0.0、2.00、5.00、10.0、50.0、100 $\mu\text{g/mL}$ 吡啶甲酸铬标准溶液，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。

2.5.5 分析结果表示

2.5.5.1 计算

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

式中：

X—试样中吡啶甲酸铬的含量，mg/g；

h_1 —试样峰高或峰面积；

C—标准溶液浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

V—试样定容体积，mL；

h_2 —标准溶液峰高或峰面积；

m—试样量，g。

2.5.5.2 结果表示：检测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91.5%~98.4%之间

2.6.2 允许差：平行样测定相对误差 $\leq \pm 5\%$ 。

【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“茶剂”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. 桑叶：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

3. 桑白皮：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

4. 桑椹：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

5. 玄参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 吡啶甲酸铬

项 目	指 标
来源	2-吡啶甲酸、三氯化铬
制法	经溶解、脱色（活性炭）、过滤、结晶（10℃以下）、加热（30～40℃，8h）、离心、干燥、过筛等主要工艺制成
感官要求	紫红色结晶性细小粉末，流动性良好
含量（以Cr(C ₆ H ₄ NO ₂) ₃ 计），%	≥98.0
水分，%	≤4.0
铬含量（以Cr ³⁺ 计），%	12.2～12.4
重金属（以Pb计），%	≤0.002
总砷（以As计），%	≤0.0005
细度（过150um筛），%	≥95
菌落总数，CFU/g	≤3×10 ⁴
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
六价铬	不得检出
