

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200210

步源堂牌大枣黄芪粉

【原料】 大枣提取物(经辐照)、黄芪提取物(经辐照)、白芍提取物(经辐照)、百合提取物(经辐照)、灵芝提取物(经辐照)

【辅料】 糊精、木糖醇、柠檬酸、玫瑰香精、甜菊糖苷

【生产工艺】 本品经粉碎、过筛、混合、分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】

复合膜袋应符合YBB00192004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	黄色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味
性状	粉末，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
黄芪甲苷，g/100g	≥0.04	1 黄芪甲苷的测定
灰分，%	≤4.5	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

1 黄芪甲苷的测定

1.1 原理：《中华人民共和国药典》中黄芪甲苷的质量标准是以黄芪甲苷作为对照品，采用薄层色谱扫描法进行含量测定，该方法在含有其他皂苷类成分的中药共存时，常因薄层色谱灵敏度不足而使分离度下降，而难以应用。本法对复方制品中的黄芪甲苷采用固相萃取预处理，用高效液相色谱紫外检测，外标法定量。

1.2 仪器

- 1.2.1 高效液相色谱仪（附紫外检测器）。
- 1.2.2 水浴锅。
- 1.2.3 带冷凝管的提取回流装置（150mL）。
- 1.2.4 C₁₈预处理小柱。

1.3 试剂

- 1.3.1 黄芪甲苷对照品溶液：准确称取黄芪甲苷对照品（购自中国食品药品检定研究院，含量测定用）8.0mg，用甲醇溶解并定容于20mL容量瓶中，再用甲醇稀释成80、160、240、320、400μg/mL溶液。
- 1.3.2 甲醇：分析纯、色谱纯。
- 1.3.3 乙腈：色谱纯。
- 1.3.4 乙醚：分析纯。
- 1.3.5 正丁醇：分析纯。
- 1.3.6 氨水：分析纯
- 1.3.7 氨试液：按《中华人民共和国药典》配制，浓氨水400mL加水至1000mL。
- 1.3.8 水：双蒸水。

1.4 色谱条件

- 1.4.1 色谱柱：Kromasil C₁₈，5μm，250mm×4.6mm。
- 1.4.2 流动相：乙腈-水=1:2（V/V）。
- 1.4.3 流速：1.0mL/min。
- 1.4.4 检测波长：200nm。
- 1.4.5 进样量：10~20μL。

1.5 样品提取：称取一定量（准确至0.001g，约2.5g）置冷凝回流装置中，用甲醇50mL×3h、30mL×2h、20mL×1h提取3次，合并甲醇液并回收甲醇至干，残渣加水20mL微热使溶解，先用乙醚洗涤2次，每次20mL，弃醚液，再用水饱和的正丁醇振摇提取5次，每次25mL，合并正丁醇提取液，用氨试液洗涤3次，每次40mL，弃氨液，将正丁醇液回收至干，残渣加水5mL使溶解，通过预处理好的C₁₈小柱（先用5mL甲醇、5mL水预洗），以水3mL洗脱，弃去水液，再用80%甲醇10mL洗脱，收集洗脱液蒸干，用甲醇溶解，并转移至2~5mL容量瓶中（根据含量而定），用甲醇稀释至刻度，摇匀，此为样品溶液。

1.6 标准及样品测定：分别取样品溶液和各标准液10μL，注入高效液相色谱仪中，记录相应的峰面积，以标准液的浓度和峰面积值作图，并由样品液的峰面积计算出样品中被测物的含量。

1.7 结果计算

$$X = \frac{c \times V}{m \times 1000} \times 100$$

式中：

- X—样品中黄芪甲苷的含量，mg/100g；
- c—从标准曲线查得样液中黄芪甲苷的质量，μg；

m—样品质量，g；
V—样品定容体积，mL；
1000— μg 换算成mg的换算系数。

【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	$\leq 0/25\text{g}$	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25\text{g}$	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
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥ 5.5	1 粗多糖的测定
芍药苷，g/100g	≥ 0.75	按《中华人民共和国药典》中“白芍”项下“含量测定”规定的方法

1 粗多糖的测定

1.1 原理：多糖经乙醇沉淀分离后，去除其他可溶性糖及杂质的干扰，再与苯酚-硫酸作用成橙红色化合物，其呈色强度与溶液中糖的浓度呈正比，在485nm波长下比色定量。

1.2 仪器

1.2.1 离心机：4000r/min。

1.2.2 50mL离心管或15mL具塞离心管。

1.2.3 分光光度计。

1.2.4 水浴锅。

1.2.5 旋涡混合器。

1.3 试剂

实验用水为双蒸水；所用试剂为分析纯级。

1.3.1 无水乙醇。

1.3.2 80%（V/V）乙醇溶液。

1.3.3 葡萄糖标准液：准确称取干燥恒重的分析纯葡萄糖0.5000g，加水溶解并定容至50mL，此溶液每1mL含葡萄糖10mg，用前稀释100倍为使用液（0.1mg/mL）。

1.3.4 5%苯酚溶液（W/V）：称取精制苯酚5.0g，加水溶解并稀释至100mL，混匀。溶液至冰箱中可保存1个月。

1.3.5 浓硫酸（比重1.84）。

1.3.6 0.2mol/L磷酸盐缓冲液（pH6.5）：31.5mL（0.2mol/L）磷酸氢二钠与68.5mL（0.2mol/L）磷酸二氢钠混合

1.4 样品测定

1.4.1 样品提取：称取混合均匀的样品1.0~2.0g，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，于沸水浴中加热1h，冷却至室温后补加水至刻度（V₁），混匀后过滤，弃去初滤液，收集续滤液供沉淀粗多糖，取50mL样品提取液置于100mL具塞锥形瓶中，加0.5mL0.2M磷酸盐缓冲液，再加适量的糖化酶于60℃以下再水解60min后取出（用碘液检验是否水解完全，如不完全延长水解时间至酶解液加碘液不变蓝色为止），于电炉上小心加热至沸，冷却，定容，过滤，取滤液沉淀粗多糖。

1.4.2 沉淀粗多糖：准确吸取上滤液5.0mL（V₂），置于50mL离心管中（或2.0mL于15mL具塞离心管中），加入无水乙醇20mL（或8mL），混匀，于4℃冰箱静置4h以上，以4000r/min离心5min，弃去上清液，残渣用80%（V/V）乙醇溶液数毫升洗涤，离心后弃去上清液，反复操作3次。残渣用水溶解并定容至10~25mL（V₃）。

1.5 标准曲线的绘制：准确吸取葡萄糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.0mL置于25mL比色管中，补加水至2.0mL，加入5%苯酚溶液1.0mL，在旋涡混合器中混匀，小心加入浓硫酸10mL在旋涡混合器中混匀，置沸水浴中加热2min，冷却至室温，用分光光度计在485nm波长处以试剂空白为参比，1cm比色皿测定吸光度值。以葡萄糖质量为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

1.6 样品测定：准确吸取上液适量（V₄）（含糖0.02~0.08mg），置于25mL比色管中，补加水至2.0mL，然后按1.5项标准曲线的绘制测定吸光度值。从标准曲线上查出葡萄糖含量，计算样品中粗多糖含量。

1.7 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times V_1 \times V_3}{m_2 \times V_2 \times V_4} \times 100$$

式中：

- X—样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），mg/100g；
- m₁—样品测定液中葡萄糖的质量，mg；
- m₂—样品质量，g；
- V₁—样品提取液总体积，mL；
- V₂—沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；
- V₃—粗多糖溶液体积，mL；
- V₄—测定用样品液体积，mL。

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】

净含量为45g/盒，允许偏差为9%。

【原辅料质量要求】

1. 大枣提取物（经辐照）

项 目	指 标
来源	鼠李科植物枣 <i>Zizi phus jujuba</i> Mill. 的干燥成熟果实 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（12倍量水100℃提取2次，每次2h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度140~190℃，出风温度75~85℃）、辐照灭菌（ ⁶⁰ Co，6kGy）等主要工艺制成
得率，%	约11
感官要求	黄色粉末，具本品特有气味
目数	80目

多糖（以葡萄糖计），%	≥5
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	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
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. 黄芪提取物（经辐照）

项 目	指 标
来源	豆科植物蒙古黄芪 <i>Astragalus membranaceus</i> (Fisch.) Bge. var. <i>mongholicus</i> (Bge.) Hsiao或膜荚黄芪 <i>Astragalus membranaceus</i> (Fisch.) Bge. 的干燥根 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（12倍量纯化水100℃提取3次，每次1.5h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度140～190℃，出风温度75～85℃）、辐照灭菌（ ⁶⁰ Co，6kGy）等主要工艺制成
得率，%	10
感官要求	黄色粉末，具本品特有气味
目数	80目
多糖（以葡萄糖计），%	≥20
黄芪甲苷，%	≥0.35
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	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
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. 白芍提取物（经辐照）

项 目	指 标
来源	毛茛科植物芍药 <i>Paeonia lactiflora</i> Pall. 的干燥根 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（7倍量80%乙醇回流提取2次，每次2h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度140～190℃，出风温度75～85℃）、辐照灭菌（ ⁶⁰ Co，6kGy）等主要工艺制成
得率，%	约10
感官要求	褐色粉末，具本品特有气味
目数	80目

芍药苷, %	≥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	≤0.1
滴滴涕, mg/kg	≤0.1
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. 百合提取物(经辐照)

项 目	指 标
来源	百合科植物卷丹 <i>Lilium lancifolium</i> Thunb. 百合 <i>Lilium brownii</i> F.E.Brown var. <i>viridulum</i> Baker或细叶百合 <i>Lilium pumilum</i> DC. 的干燥肉质鳞叶 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取(12倍量水100℃提取3次, 每次2h)、浓缩、喷雾干燥(进风温度140~190℃, 出风温度75~85℃)、辐照灭菌(⁶⁰ Co, 6 kGy)等主要工艺制成
得率, %	约8
感官要求	浅黄色粉末, 具本品特有气味
目数	80目
多糖(以葡萄糖计), %	≥15
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	≤0.1
滴滴涕, mg/kg	≤0.1
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. 灵芝提取物(经辐照)

项 目	指 标
来源	多孔菌科真菌赤芝 <i>Ganoderma lucidum</i> (Leyss. ex Fr.) Karst. 的干燥子实体 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取(15倍量水100℃提取2次, 每次1h)、浓缩、喷雾干燥(进风温度140~190℃, 出风温度75~85℃)、辐照灭菌(⁶⁰ Co, 6 kGy)等主要工艺制成
得率, %	约5
感官要求	褐色粉末, 具本品特有气味
目数	80目
多糖(以葡萄糖计), %	≥10

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	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
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. 糊精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

7. 木糖醇：应符合GB 1886.234《食品安全国家标准 食品添加剂 木糖醇》的规定。

8. 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。

9. 玫瑰香精：应符合GB 30616《食品安全国家标准 食品用香精》的规定。

10. 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。
