

# Q/GZJJK

## 桂之健(广西)健康产业有限公司企业标准

Q/GZJJK 0280S-2024

### 阿申牌康丽源减肥袋泡茶

2024-04-19 发布

2024-04-30 实施

桂之健(广西)健康产业有限公司 发布

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件依据《中华人民共和国标准化法》和《中华人民共和国食品安全法》制定。

本文件由桂之健（广西）健康产业有限公司提出并起草。

本文件主要起草人：张波。

本文件于 2024 年 04 月 19 日发布，2024 年 04 月 30 日实施。

# 阿申牌康丽源减肥袋泡茶

## 1 范围

本标准规定阿申牌康丽源减肥袋泡茶的技术要求、检验规则、标签、标志、包装、运输和贮存等要求。

本品是以绞股蓝、决明子、荷叶、泽泻、山楂、制大黄、甜菊糖苷为主要原料。经粉碎、过筛、混合、干燥、包装等主要工艺加工制成的具有减肥、调节血脂的阿申牌康丽源减肥袋泡茶。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 191 包装储运图示标志
- GB 1886.355 食品安全国家标准 食品添加剂 甜菊糖苷
- GB 2760 食品安全国家标准 食品添加剂 使用标准
- GB 2761 食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量
- GB 2762 食品安全国家标准 食品中污染物限量
- GB 2763 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量
- GB 4789.1 食品安全国家标准 食品微生物学检验 总则
- GB 4789.2 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定
- GB 4789.3 食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠菌群计数
- GB 4789.4 食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验
- GB 4789.10 食品安全国家标准 食品微生物学检验 金黄色葡萄球菌检验
- GB 4789.15 食品安全国家标准 食品微生物学检验 霉菌和酵母计数
- GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定
- GB 5009.4 食品安全国家标准 食品中灰分的测定
- GB 5009.11 食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定
- GB 5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定
- GB 5009.17 食品安全国家标准 食品中总汞及有机汞的测定
- GB 5749 生活饮用水卫生标准
- GB/T 6543 运输包装用单瓦楞纸箱和双瓦楞纸箱
- GB 7718 食品安全国家标准 预包装食品标签通则
- GB 9683 复合食品包装袋卫生标准
- GB 14881 食品安全国家标准 食品生产通用卫生规范
- GB 16740 食品安全国家标准 保健食品
- GB 17405 保健食品良好生产规范
- JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则
- YBB00152002 药用包装用铝箔
- 原中华人民共和国卫生部 《保健食品标识规定》
- 国家市场监督管理总局令[2023] 第70号《定量包装商品计量监督管理办法》
- 国家市场监督管理总局令[2015] 第12号《食品召回管理办法》

《中华人民共和国药典》一部 决明子、荷叶、山楂、泽泻、制大黄

### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

### 4 技术要求

#### 4.1 原辅料要求

##### 4.1.1 绞股蓝

应符合《湖南省中药材标准》中“绞股蓝”项下的规定。

##### 4.1.2 决明子

应符合《中华人民共和国药典》的规定。

##### 4.1.3 荷叶

应符合《中华人民共和国药典》的规定。

##### 4.1.4 泽泻

应符合《中华人民共和国药典》的要求。

##### 4.1.5 山楂

应符合《中华人民共和国药典》的要求。

##### 4.1.6 制大黄

应符合《中华人民共和国药典》的要求。

##### 4.1.7 甜菊糖苷

应符合 GB 1886.355 食品安全国家标准 食品添加剂 甜菊糖苷的规定。

#### 4.2 感官要求

应符合表 1 的规定。

表1 感官要求

项 目	要 求	检验方法
色 泽	汤色呈明亮棕黄色	GB 16740
滋味、气味	具有茶的清香味及中药材特有气味；茶汤微酸、微甜，具有中药材特有滋味	
状 态	茶汤清亮透明，允许有微粒沉淀	

#### 4.3 理化指标

应符合表 2 的规定。

表2 理化指标

项 目	指 标	检验方法
水分, %	≤ 8.0	GB 5009.3
灰分, %	≤ 8.0	GB 5009.4
铅(以 Pb 计), mg/kg	≤ 1.5	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

#### 4.4 微生物指标

应符合表 3 的规定。

表3 微生物指标

项 目	采样方案及限量	检验方法
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

#### 4.5 功效成份及含量

应符合表 4 的规定。

表4 功效成份及含量

项 目	指 标	检验方法
总皂苷(以人参皂苷 Re 计), g/100g	≥2.3	附录 A1
总黄酮(以芦丁计), mg/100g	≥399	附录 A2
总蒽醌(以 1,8-二羟基蒽醌计), mg/100g	≥210	附录 B

#### 4.6 规格

3g/袋。

#### 4.7 装量差异指标

应符合《定量包装商品计量监督管理办法》的规定,按 JJF 1070 规定的方法测定。

### 5 食用量及食用方法

每日 3 次,每次 1 袋;沸水加盖冲泡 5-8 分钟后饮用。

### 6 检验规则

#### 6.1 组批

产品按照相同工艺组织生产,在经同一设备一次混合所产生的均质产品,应当编制唯一生产批号。在同一生产周期内连续生产,能够确保产品均质的保健食品,可以编制同一生产批号。

产品生产日期不得迟于完成产品内包装的日期,同一批次产品应当标注相同生产日期。批生产记录应当按批号归档,保存至产品保质期后一年,保存期限不得少于两年。

## 6.2 抽样

6.2.1 在成品库按批次随机抽样，抽样单位以盒或瓶计。每批按 3/1000 随机抽样，每批应不少于 9(盒或瓶)。其中:3(盒或瓶)用于检验净含量,3(盒或瓶)用于理化检验及微生物检验,3(盒或瓶)用于留样备查。

6.2.2 定量包装商品净含量的抽样方法按国家市场监督管理总局令[2023]第70号的要求执行。

## 6.3 出厂检验

6.3.1 产品出厂前，由生产厂的检验部门按本标准规定逐批进行检验。检验合格后，出具合格证书，并在包装箱内（外）附有签署质量合格的产品方可出厂。

6.3.2 感官要求、功效成分、净含量、水分、灰分、菌落总数、大肠菌群、霉菌和酵母。产品出厂前必须经本公司质量检验部门逐批检验，并签发合格报告单。

## 6.4 型式检验

6.4.1 型式检验每年一次，或当出现下列情况之一时进行检验：

- a) 原料、工艺、设备发生较大变化时；
- b) 停产六个月以上，重新恢复生产时；
- c) 国家食品药品监督机构提出要求时。

6.4.2 型式检验项目：包括本标准 4.2、4.3、4.4、4.5、4.6、4.7 的全部项目。

## 7 判定规则

产品按本标准检验后，若检测项目全部合格，则判定为合格品。若有感官要求、功效成分指标、理化指标、装量差异/净含量及允许短缺量指标不符合本标准时，应在同批中加倍复验不合格项目，以复验结果为准；微生物限量指标不得复验，若有微生物限量指标不合格，则判定整批产品为不合格品。

## 8 标识标签、包装、运输、贮存、保质期、产品召回管理

### 8.1 标识标签

8.1.1 标志、标签和说明书按 GB 7718、GB 16740、《食品标识规定》规定执行。

8.1.2 产品名称与净含量须排列在同一视野。

8.1.3 包装箱上除标明产品名称、制造者的名称和地址外，还须标出单件包装的净含量和总数量。

8.1.4 包装储运图示标志应符合 GB/T 191 的规定。

### 8.2 包装

应符合《口服固体药用高密度聚乙烯瓶》(YBB00122002-2015)；《口服固体药用聚酯瓶》(YBB00262002-2015)；《药用包装铝》(YBB00152002-2015)；《聚氯乙烯固体药用硬片》(YBB00212002-2015)；《药用铝箔》YBB00152002；《食品包装用塑料与铝销复合膜、袋》(GB/T 28118)；《包装用复合膜、袋通则》(GB/T 21302)；《药用复合膜、袋通则》(YBB00132002)。

### 8.3 运输

8.3.1 运输工具清洁、卫生。产品不得与有毒、有害、有腐蚀性、易挥发或有异味的物品混装运输。

8.3.2 搬运时应轻拿轻放，严禁扔、摔、撞击、挤压。

8.3.3 运输过程中不得暴晒、雨淋、受潮。

#### 8.4 储存

8.4.1 产品不得与有毒有害、有腐蚀性、易挥发或有异味的物品同库贮存。

8.4.2 产品应贮存在阴凉、干燥、通风的库房中；严禁露天堆放、日晒、雨淋或靠近热源；包装箱底部必须有 10cm 以上的垫板。

#### 8.5 保质期

本标准规定的贮存运输条件下，自生产之日起，本产品保质期为 24 个月。

#### 8.6 产品召回管理

不安全食品召回按国家食品药品监督管理总局令[2015]第 12 号《食品召回管理办法》。

#### 9 适宜人群

单纯性肥胖人群、血脂偏高者。

#### 10 不适宜人群

少年儿童，孕期及哺乳期妇女。

#### 11 保健功能

具有减肥、调节血脂的保健功能。

#### 12 贮藏方法

密封、防潮，避免高温和日光照射。

#### 13 注意事项

本品不能代替药物；减至正常体重后，停止食用。

## 附录 A

## (规范性附录)

附录 A 编写依据：保健食品及其原料安全性毒理学检验与评价技术指导原则（2020 年版）

## A1 标志性成分总皂苷检测方法

## 1 范围

本方法规定了保健食品中总皂苷的分光光度测定方法。  
本方法适用于含五加科原料保健食品中总皂苷含量的测定。

## 第一法

## 2 原理

试样用水提取总皂苷类成分，过大孔树脂柱除杂后，试样中的皂苷类成分在高氯酸的作用下与香草醛反应，产生特征的紫红色，采用分光光度法测定560nm波长处的吸光度，进行定量。

## 3 试剂和材料

注：除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

## 3.1 试剂

3.1.1 Amberlite-XAD-2 大孔树脂（或D-101大孔树脂）：20~60目，使用前应按照使用说明书进行活化处理。

3.1.2 中性氧化铝：层析用（100-200目）。

3.1.3 无水乙醇。

3.1.4 甲醇。

3.1.5 高氯酸。

3.1.6 冰乙酸。

3.1.7 香草醛。

## 3.2 标准品

人参皂苷Re标准样品的分子式、相对分子量、CAS登录号见表1，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

表1 人参皂苷Re标准样品的中文名称、英文名称、CAS登录号、分子式、相对分子量

中文名称	英文名称	CAS 登录号	分子式	相对分子量
人参皂苷 Re	Ginsenoside Re	52286-59-6	C <sub>48</sub> H <sub>82</sub> O <sub>18</sub>	947.15

## 3.3 标准溶液配制

人参皂苷Re标准储备液(0.2mg/mL)：准确称取人参皂苷Re标准样品10mg(精确至0.01mg)于50mL容量瓶中，用甲醇溶解并定容至刻度，摇匀。

## 3.4 试剂配制

3.4.1 70%乙醇：取无水乙醇70mL，加水使成100mL，混匀。

3.4.2 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL，混匀。



## 4 仪器和设备

- 4.1 紫外/可见分光光度计。
- 4.2 天平：感量分别为0.01mg和0.001g。
- 4.3 超声波清洗器。
- 4.4 恒温水浴锅。

## 5 分析步骤

### 5.1 试样制备

#### 5.1.1 试样处理

##### 5.1.1.1 固体试样

称取已粉碎混合均匀的待测试样1g（精确至0.001g）（或根据试样含总皂苷量而定），置于具塞锥形瓶中，加入水100.0mL，称重，超声30min，放冷，再用水补足减失重量，摇匀，放置，滤过，续滤液备用。

##### 5.1.1.2 液体试样

含乙醇的液体试样，吸取混合均匀的待测试样10.0mL（或根据试样含总皂苷量而定）置水浴上挥尽乙醇后，用水转移至10mL容量瓶中，并用水稀释至刻度，备用；非乙醇类的液体试样，直接取样。

#### 5.1.2 柱层析法

在内径为1.5cm的玻璃层析柱内装3cm已活化的大孔树脂，上加1cm中性氧化铝。先用25mL70%乙醇洗柱，弃去洗脱液，再用约25mL水洗脱至无醇味，弃去洗脱液，加入1.0mL已处理好的试样溶液，用25mL水洗脱，弃去洗脱液，再用25mL70%乙醇以不超过3mL/min的速度洗脱人参皂苷至洗脱液无色，收集洗脱液于蒸发皿中，置于60℃水浴挥干，残渣用少量甲醇溶解并转移至10mL具塞比色管中，备用。

### 5.2 标准曲线的制作

吸取人参皂苷Re标准溶液0.0mL、0.4mL、0.6mL、0.8mL、1.0mL、1.2mL于10mL具塞比色管中，置水浴中挥干溶剂，加入0.2mL香草醛溶液，再加入0.8mL高氯酸，混匀，使残渣全部溶解，置60℃水浴中加热10min，取出，冰浴冷却后，加入5.0mL冰乙酸，摇匀后，以相应试剂为空白，立即于560nm波长处测定吸光度。

### 5.3 试样溶液的测定

取5.1.2项下备用溶液，从5.2置水浴中挥干溶剂 … …”起，与标准溶液同法测定吸光度。

## 6 结果计算

试样中总皂苷含量（以人参皂苷Re计）按下式计算：

$$X_j = \frac{C_i \times V \times 100}{V_0 \times m}$$

式中:

$X_i$ —试样中总皂苷的含量(以人参皂苷Re计), 单位为毫克每百克(mg/100g)或毫克每百毫升(mg/100mL);

$C_i$ —由标准曲线算得被测液中人参皂苷Re质量, 单位为毫克(mg);

$V$ —被测样品的稀释体积, 单位为毫升(mL);

$V_0$ —用于柱层析的样液体积, 单位为毫升(mL);

$m$ —试样取样量, 单位为克(g)或毫升(mL);

100—单位转换。

计算结果以重复条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示, 保留三位有效数字。

## 7 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

## 第二法

## 8 原理

试样用水提取总皂苷类成分, 经水饱和正丁醇萃取除杂后, 试样中的皂苷类成分在高氯酸的作用下与香草醛反应, 产生特征的紫红色, 采用分光光度法测定560nm波长处的吸光度, 进行定量。

## 9 试剂和材料

注: 除非另有说明, 本方法所用试剂均为分析纯, 水为 GB/T 6682 规定的一级水。

### 9.1 试剂

- 9.1.1 甲醇。
- 9.1.2 石油醚: (60~90℃)。
- 9.1.3 正丁醇。
- 9.1.4 无水乙醇。
- 9.1.5 氨水。
- 9.1.6 高氯酸。
- 9.1.7 冰乙酸。
- 9.1.8 香草醛。

### 9.2 标准品

人参皂苷Re标准样品: 同3.2。

### 9.3 标准溶液配制

人参皂苷Re标准储备液(0.2mg/mL): 同3.3。

### 9.4 试剂配制

- 9.4.1 香草醛溶液: 同3.4.2。
- 9.4.2 水饱和正丁醇溶液: 取正丁醇适量, 加入适量水, 充分振摇, 静置使分层, 上层液体即为水饱和正丁醇。
- 9.4.3 氨试液: 取氨水40mL, 加水使成100mL, 混匀。

## 10 仪器和设备

- 10.1 紫外/可见分光光度计。
- 10.2 天平：感量为0.01mg和0.001g。
- 10.3 超声波清洗器。
- 10.4 离心机：转速  $\geq 4000\text{r}/\text{min}$ 。
- 10.5 恒温水浴锅。

## 11 分析步骤

### 11.1 试样制备

#### 11.1.1 试样处理

##### 11.1.1.1 固体试样

称取已粉碎混合均匀的待测试样1g（精确至0.001g）（或根据试样含总皂苷量定），置于具塞锥形瓶中，加入水100.0mL，称重，超声30min，放冷，再用水补足减失重量，摇匀，放置，滤过，续滤液备用。

##### 11.1.1.2 液体试样

含乙醇的液体试样，吸取混合均匀的待测试样10.0mL（或根据试样含总皂苷量而定）置水浴上挥尽乙醇后，用水转移至10mL容量瓶中，并用水稀释至刻度，备用；非乙醇类的液体试样，直接取样。

##### 11.1.1.3 含油基质试样

称取已混合均匀的待测试样0.5g（或根据试样含总皂苷量而定）置于100mL离心管中，加入20mL石油醚，涡旋混合1min，4000r/min离心5min，弃去上清液，残渣挥干石油醚后，加入水50.0mL，称重，超声30min，放冷，再用水补足减失重量，摇匀，放置，滤过，续滤液备用。

#### 11.1.2 萃取除杂

取11.1.1.1、11.1.1.3项下备用溶液25.0mL置分液漏斗中；或将11.1.1.2项下备用溶液用水全部转移至分液漏斗中（非乙醇类液体试样直接取10.0mL）并加水至约25mL。加入20mL水饱和正丁醇振摇萃取，分取正丁醇液（必要时可离心），重复操作3次，合并正丁醇液用20mL氨试液洗涤，重复操作2次，弃去氨试液，以适宜方式（水浴、减压或氮吹）除去正丁醇液后，残渣用甲醇溶解并转移至25mL量瓶中（液体样品则转移至10mL量瓶中），加甲醇定容至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，备用。

### 11.2 标准曲线的制作

吸取人参皂苷Re标准溶液0.0mL、0.4mL、0.6mL、0.8mL、1.0mL、1.2mL于10mL具塞比色管中，置水浴中挥干溶剂，加入0.2mL香草醛溶液，再加入0.8mL高氯酸，混匀，使残渣全部溶解，置60℃水浴中加热10min，取出，冰浴冷却后，加入5.0mL冰乙酸，摇匀后，以相应试剂为空白，立即于560nm波长处测定吸光度。

### 11.3 试样溶液的测定

取11.1.2项下备用溶液1.0mL于10mL具塞比色管中，从11.2“置水浴中挥干溶剂 … …”起，与标准溶液同法测定吸光度。

#### 11.4 背景校正（如样品不存在背景干扰，无需校正）

吸取11.1.2项下备用溶液1.0mL于10mL具塞比色管中，置水浴中挥干溶剂，加入0.2mL冰乙酸，从11.2“再精密加入0.8mL高氯酸 … …”起，与试样同法测定吸光度，做试样背景校正。

#### 12 结果计算

试样中总皂苷含量(以人参皂苷Re计)按下式计算：

$$X_i = \frac{C_i \times V \times 100}{V_0 \times m}$$

式中：

$X_i$ —试样中总皂苷的含量(以人参皂苷Re计)，单位为毫克每百克(mg/100g)或毫克每百毫升(mg/100mL)；

$C_i$ —经试样背景校正后，由标准曲线算得被测液中人参皂苷Re质量，单位为毫克(mg)；

$V$ —被测样品的稀释体积，单位为毫升(mL)；

$V_0$ —用于显色的样液体积，单位为毫升(mL)；

$m$ —试样取样量，单位为克(g)或毫升(mL)；

100—单位转换。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，保留三位有效数字。

#### 13 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

### A2 标志性成分总黄酮检测方法

#### 1 范围

本方法规定了保健食品中总黄酮的分光光度测定方法。

本方法适用于以含黄酮类成分为主要原料的保健食品中总黄酮含量的测定。

#### 第一法

#### 2 原理

试样中的总黄酮经乙醇提取、聚酰胺粉吸附、甲苯和甲醇洗脱净化后，以芦丁为对照样品，采用分光光度法在360nm波长下测定总黄酮的吸光度，标准曲线法进行定量。

#### 3 试剂和材料

注：除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的二级水或三级水。

##### 3.1 试剂

3.1.1 乙醇。

3.1.2 聚酰胺粉。

3.1.3 甲苯。

3.1.4 甲醇。

### 3.2 标准品

芦丁标准样品的分子式、相对分子量、CAS登录号见表1，纯度 $\geq 90\%$ ，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

表 1 芦丁标准样品的中文名称、英文名称、CAS 登录号、分子式、相对分子量

中文名称	英文名称	CAS 登录号	分子式	相对分子量
芦丁	Rutoside	153-18-4	C <sub>27</sub> H <sub>30</sub> O <sub>16</sub>	610.52

### 3.3 标准溶液配制

3.3.1 芦丁标准储备液：称取在102℃ 烘箱中恒重后的芦丁标准样品5.0mg(精确至0.01mg)，加甲醇溶解，并转移至100mL 容量瓶中定容至刻度，此溶液浓度为 50 μ g/mL。

3.3.2 芦丁标准系列工作液：精密吸取0.0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL的标准储备液，分别置于10mL容量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，制成芦丁浓度分别为0.0 μ g/mL、5.0 μ g/mL、10 μ g/mL、15 μ g/mL、20 μ g/mL、25 μ g/mL的标准系列工作液。

## 4 仪器和设备

- 4.1 紫外/可见分光光度计。
- 4.2 超声波清洗器。
- 4.3 层析柱。
- 4.4 分析天平：感量分别为0.01mg、0.0001g和0.001g。

## 5 分析步骤

### 5.1 试样制备

称取一定量的试样，加乙醇定容至25mL，摇匀，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，水浴挥去乙醇，然后转入层析柱(层析柱内径可根据每个产品具体情况确定)。先用20mL甲苯洗脱，弃去甲苯液；然后用甲醇洗脱，合并洗脱液并定容至25mL，即得。

### 5.2 标准曲线的制作

取标准系列工作液，于波长360nm测定吸光度，以芦丁标准工作液的浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

### 5.3 试样溶液的测定

取试样溶液，于波长360nm测定吸光度，根据标准曲线得到试样溶液中总黄酮的浓度，平行测定次数不少于两次。

## 6 结果计算

试样中总黄酮含量按下式计算：

$$X = \frac{C \times V_1 \times V_3 \times 100}{V_2 \times M \times 1000}$$

式中：

X—试样中总黄酮的含量，以芦丁计，单位为克每一百克或克每一百毫升(g/100g或g/100mL)；

C—试样溶液中总黄酮的浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V<sub>1</sub>—试样定容体积，单位为毫升(mL)；

V<sub>2</sub>—吸取试样溶液体积，单位为毫升(mL)；

V<sub>3</sub>—过柱后定容体积，单位为毫升(mL)；

M—试样取样量，单位为克或毫升(g或mL)。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，保留三位有效数字。

## 7 精密度：

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

## 第二法

## 8 原理

试样经预处理除杂后，以甲醇或60%乙醇溶液提取黄酮类成分。试样中的黄酮类成分可被亚硝酸钠还原，与硝酸铝生成络合物，在氢氧化钠溶液碱性条件下开环，生成2-羟基查尔酮而使溶液显特征的橙红色，采用分光光度法在510nm波长处测定吸光度，以芦丁为对照品，采用标准曲线法计算样品中总黄酮的含量。

## 9 试剂和材料

注：除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的二级水或三级水。

### 9.1 试剂

- 9.1.1 亚硝酸钠。
- 9.1.2 硝酸铝。
- 9.1.3 氢氧化钠。
- 9.1.4 石油醚 60~90℃。
- 9.1.5 无水乙醇。
- 9.1.6 甲醇。

### 9.2 试剂配制

- 9.2.1 5%亚硝酸钠溶液：称取5.0g亚硝酸钠，加水溶解成100mL。
- 9.2.2 10%硝酸铝溶液：称取硝酸铝17.6g，加水溶解成100mL。
- 9.2.3 氢氧化钠试液：称取氢氧化钠4.3g，加水溶解成100mL。
- 9.2.4 60%乙醇：量取无水乙醇60mL，加水至100mL。

### 9.3 标准品

芦丁标准样品：同3.2。

### 9.4 标准溶液配制

9.4.1 芦丁标准储备液：准确称取在102℃烘箱中恒重后的芦丁标准样品20mg(精确至0.01mg)，加甲醇溶解，并转移至100mL容量瓶中，定容至刻度，此溶液浓度为0.2mg/mL。

## 10 仪器和设备

- 10.1 紫外/可见分光光度计。

- 10.2 超声波清洗器。  
 10.3 离心机。  
 10.4 索氏提取器。  
 10.5 分析天平：感量分别为0.01mg、0.0001g和0.001g。

## 11 分析步骤

### 11.1 试样制备

注：试样取样量、供试液取样体积可根据试样中总黄酮的含量适当调整，以保证测定的吸光度值在 0.3~0.7 范围内。

11.1.1 含油脂类固体样品与软胶囊：精密称取含油脂类固体样品或软胶囊内容物 0.4g，置索氏提取器中，加石油醚加热回流提取至提取液无色，弃去石油醚液，样渣挥去石油醚，转移至具塞锥形瓶中，精密加甲醇25mL，密塞，称定重量，超声处理30min，放冷至室温，称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，离心，取上清液作为供试品溶液。

11.1.2 不含油脂类固体样品：精密称取适量，置于具塞锥形瓶中，精密加甲醇25mL，密塞，称定重量，超声处理 30min，放冷至室温，称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，离心，取上清液作为供试品溶液。

11.1.3 液体试样：精密吸取供试品2mL，置于25mL容量瓶中，加60%乙醇溶解并稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。

### 11.2 标准曲线的制作

精密吸取0.0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0mL的芦丁标准储备液，分别置于25mL容量瓶中，加水至6mL，加入5%亚硝酸钠溶液1mL，摇匀，放置 6min，加10%硝酸铝溶液1mL，摇匀，放置 6min，加氢氧化钠试液10mL，摇匀，再加水至刻度，摇匀，放置15min，制成芦丁浓度分别为0.0 μg/mL、8.0 μg/mL、16 μg/mL、24 μg/mL、32 μg/mL、40 μg/mL、48 μg/mL 的标准系列工作液。以0.0mL标准储备液制得的溶剂为空白，在波长510nm处分别测定吸光度值。以吸光度为纵坐标，对照品浓度为横坐标，绘制标准曲线。

### 11.3 试样溶液的测定

精密吸取供试品溶液2mL，至25mL容量瓶中；照11.2，自加水至6mL起，……，至在510nm波长处测定吸光度，同法操作。从标准曲线上读出供试品溶液中含总黄酮的浓度，计算样品中总黄酮的含量。

## 12 结果计算

试样中总黄酮含量按下式计算：

$$X = \frac{C \times V_1 \times V_3 \times 100}{V_2 \times M \times 1000}$$

式中：

X—试样中总黄酮的含量，以芦丁计，单位为克每一百克或克每一百毫升(g/100g或g/100mL)；

C—试样溶液中总黄酮的浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V<sub>1</sub>—试样定容体积，单位为毫升(mL)；

V<sub>2</sub>—吸取试样溶液体积，单位为毫升(mL)；

V<sub>3</sub>—过柱后定容体积，单位为毫升(mL)；

M—试样取样量，单位为克或毫升(g或mL)。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留三位有效数字。

### 13 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的：15%（固体样品）、10%（液体样品）。

注：样品有颜色时，可采用样品标准添加法，以 0 号管调零，绘制标准曲线，以消除样品颜色干扰。

## 附录 B

### （规范性附录）

#### 标志性成分总蒽醌检测方法

附录 B 编写依据：保健食品及其原料安全性毒理学检验与评价技术指导原则（2020 年版）

### 1 范围

本方法规定了保健食品中总蒽醌的分光光度测定方法。

本方法适用于保健食品中总蒽醌的测定。

### 2 原理

试样经酸水解后，以有机溶剂提取总蒽醌，利用羟基蒽醌衍生物在碱性溶液中显红-紫红色反应（Borntrager 反应），采用分光光度法，以标准曲线定量检测。

### 3 试剂和材料

注：除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的三级水。

#### 3.1 试剂

- 3.1.1 盐酸：含量：36%~38%。
- 3.1.2 氨水。
- 3.1.3 二氯甲烷。
- 3.1.4 氢氧化钠。
- 3.1.5 甲醇。

#### 3.2 标准品

1,8-二羟基蒽醌标准样品的分子式、相对分子量、CAS 登录号见表 1，纯度  $\geq 99.0\%$ ，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

表 1 1,8-二羟基蒽醌标准样品的中文名称、英文名称、CAS 登录号、分子式、相对分子量

中文名称	英文名称	CAS 登录号	分子式	相对分子量
1,8-二羟基蒽醌	1,8-Dihydroxyanthraquinone	117-10-2	C <sub>14</sub> H <sub>8</sub> O <sub>4</sub>	240.21

#### 3.3 标准溶液配制

1,8-二羟基蒽醌标准溶液：精密称取 1,8-二羟基蒽醌标准样品 10mg（精确至 0.01mg），置 25mL 容量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，制成 0.4mg/mL 的溶液。



### 3.4 试剂配制

- 3.4.1 4%氨溶液：取氨水16mL，加水稀释至100mL。
- 3.4.2 10%氢氧化钠溶液：称取氢氧化钠10g，加水溶解并定容至100mL。
- 3.4.3 混合碱溶液：等体积10%氢氧化钠溶液和4%氨溶液混合。
- 3.4.4 甲醇-盐酸（10:1）混合溶液：取甲醇100mL，加盐酸10mL，混合均匀。

### 4 仪器和设备

- 4.1 分光光度计。
- 4.2 分析天平：感量分别为0.01mg和0.0001g。
- 4.3 恒温水浴锅。
- 4.4 旋转蒸发仪。

### 5 分析步骤

#### 5.1 标准曲线的制作

分别精密吸取1,8-二羟基蒽醌标准溶液0.00mL、0.10mL、0.20mL、0.40mL、0.60mL、0.80mL、1.00mL于25mL容量瓶中，加混合碱溶液至刻度，混匀，于暗处放置30分钟。以混合碱溶液为空白，在525nm波长处，分别测定吸光度。以浓度（mg/mL）为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

#### 5.2 试样溶液的测定

精密取混合均匀的待测试样适量（相当于含总蒽醌2mg~17mg），置100mL圆底烧瓶中，精密加入甲醇-盐酸（10:1）混合溶液25mL，称重，在80℃水浴中加热回流30分钟，放冷，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，弃去初滤液，精密量取续滤液15mL至分液漏斗中，加水25mL，用二氯甲烷萃取3次（50mL、40mL、30mL），合并提取液，并用水洗涤3次，每次40mL，洗涤至中性，弃去水洗液，二氯甲烷层转移至蒸发皿中水浴蒸干，或转移至圆底烧瓶于40℃水浴中减压蒸馏至干，残渣加甲醇使溶解并转移至10mL容量瓶中，用甲醇定容至刻度，摇匀。精密量取2mL，置25mL容量瓶中，加混合碱溶液至刻度，混匀，作为待测液。该溶液于暗处放置30分钟，以混合碱溶液为空白，在525nm波长处，测定吸光度（如果待测液浑浊，可过滤或离心后测定吸光度）。根据回归方程计算试样中总蒽醌的含量。

### 6 结果计算

试样中总蒽醌含量按下式计算：

$$X = C \times \frac{V_1 \times V_3 \times V_5 \times 100}{V_2 \times V_4 \times m}$$

式中：

- X——试样中总蒽醌的含量，单位为毫克每百克（mg/100g）；
- C——由标准曲线查得测定试样中总蒽醌的浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；
- V<sub>1</sub>——试样酸解时的稀释体积（mL）；
- V<sub>2</sub>——用二氯甲烷萃取时吸取的酸解液体积（mL）；
- V<sub>3</sub>——残渣溶解后的体积（mL）；
- V<sub>4</sub>——混合碱显色时吸取的甲醇溶液的体积（mL）；
- V<sub>5</sub>——混合碱显色的定容体积（mL）；
- m——试样的称样质量，单位为克（g）；
- 100——单位转换。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留两位有效数字。

## 7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

---