



410457S-2021



河南中大恒源生物科技股份有限公司企业标准

Q/HZD 0036S-2021

桔梗提取物

2021-02-27 发布

2021-02-27 实施

河南中大恒源生物科技股份有限公司 发布

前 言

附录 A 为规范性附录。

本标准由河南中大恒源生物科技股份有限公司提出。

本标准起草单位：河南中大恒源生物科技股份有限公司。

本标准主要起草人：潘天义、谷素静、杨伟强、李轩、宋亚旭、黄小丽。

H N
Q B

桔梗提取物

1 范围

本标准规定了桔梗提取物的要求、检验方法、检验规则等。

本标准适用于以桔梗为原料，经粉碎、水煮提取、过滤、浓缩、添加或不添加麦芽糊精调配、喷雾干燥、包装等工艺加工而成的桔梗提取物。用于普通食品加工用配料，不直接食用。

2 要求

2.1 原辅料要求

2.1.1 桔梗应符合《中华人民共和国药典》2020 年版一部的规定。

2.1.2 麦芽糊精应符合 GB/T 20884 和 GB 15203 的规定。

2.1.3 生产用水应符合 GB 5749 的规定。

2.2 感官要求

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
性状	粉末状	从样品中取出适量样品，倒入一洁净烧杯中，自然光下用肉眼观察性状、色泽、杂质，嗅其气味，然后以温开水漱口，品其滋味。
色泽	淡黄色至棕褐色	
气味	具有其特殊的气味	
滋味	具有其特殊的滋味	
杂质	无肉眼可见外来杂质	

2.3 理化指标

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，%	≤ 7.0	GB 5009.3
总皂苷（以人参皂苷Re计），%	≥ 3.0	附录A
灰分，%	≤ 15.0	GB 5009.4
总砷（以As计），mg/kg	≤ 0.5	GB 5009.11
铅*（以Pb计），mg/kg	≤ 0.8	GB 5009.12
六六六，mg/kg	≤ 0.05	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤ 0.05	GB/T 5009.19
狄氏剂，mg/kg	≤ 0.05	GB/T 5009.19
艾氏剂，mg/kg	≤ 0.05	GB/T 5009.19

* 该指标严于食品安全国家标准GB 2762的规定。

2.4 微生物限量

微生物限量应符合表 3 的规定。

表3 微生物限量

项 目	采样方案 ^a 及限量				检验方法
	n	c	m	M	
菌落总数, CFU/g	5	2	1000	30000	GB 4789.2
大肠菌群, CFU/g	5	2	10	100	GB 4789.3
沙门氏菌, /25g	5	0	0	—	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌, CFU/g	5	1	100	1000	GB 4789.10
霉菌和酵母, CFU/g ≤	50				GB 4789.15
a采样方案按GB 4789.1的规定执行。					

2.5 净含量及允许短缺量

净含量及允许短缺量应符合 JJF 1070 的规定。

2.6 生产加工过程的卫生要求

应符合 GB 14881 的规定。

2.7 其它要求

污染物限量应符合 GB 2762 的规定；农药残留限量应符合 GB 2763 的规定。

3 检验

出厂检验项目包括感官要求、净含量及允许短缺量、水分、总皂苷、菌落总数、大肠菌群、霉菌和酵母。型式检验按国家相关规定执行。

附录 A

（规范性附录）

总皂苷（以人参皂苷Re计）含量的测定

A.1 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。

A.2 试剂

甲醇（ CH_3OH ）、石油醚：沸程（60~90℃）、正丁醇（ $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{CH}_2\text{OH}$ ）、无水乙醇（ $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ ）、氨水（ $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ）、高氯酸（ HClO_4 ）、冰乙酸（ CH_3COOH ）、香草醛（ $\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3$ ）。

A.3 标准品：人参皂苷Re标准样品

A.4 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。

A.5 试剂配制

A.5.1 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL，混匀。

A.5.2 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。

A.5.3 氨试液：取氨水40mL，加水使成100mL，混匀。

A.6 仪器和设备

紫外/可见分光光度计、天平：感量为0.01mg和0.001g、超声波清洗器、离心机：转速 $\geq$ 4000r/min、恒温水浴锅。

A.7 分析步骤

A.7.1 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，再精密加入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。

A.7.2 试样制备

称取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。

取上述滤液25.0mL置分液漏斗中。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，加甲醇定容至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，备用。

A.7.3 试样溶液的测定

取试样溶液1.0mL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，再精密加入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。

A.7.4 背景校正（如样品不存在背景干扰，无需校正）

取试样溶液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，再精密加入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。

A.8 结果计算

试样中总皂苷含量（以人参皂苷Re计）按下式计算：

$$X = \frac{C \times V \times 100}{V_0 \times m}$$

式中：

X—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）；

C—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）；

V₀—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）；

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。

A.9 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%。

方法来源：该方法来源于《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）》中第二部分功效成分/标志性成分检验方法——保健食品中总皂苷的测定。

编制说明

桔梗提取物是以桔梗为原料，经粉碎、水煮提取、过滤、浓缩、添加或不添加麦芽糊精调配、喷雾干燥、包装等工艺加工而成的。用于普通食品加工用配料，不直接食用。

根据《中华人民共和国食品安全法》和《中华人民共和国标准化法》的有关规定，参照 GB 7101《食品安全国家标准 饮料》制订本企业标准，作为组织生产、质量控制和监督检查依据。

本标准中铅指标严于食品安全国家标准 GB 2762 的规定。

河南中大恒源生物科技股份有限公司