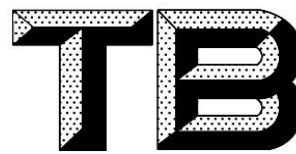


ICS 01.040.67

CCS X 83



中国营养保健食品协会团体标准

T/CNHFA 111.12—2023

保健食品用原料 丹参

Raw Materials for Health Food
Salviae Miltiorrhizae Radix et Rhizoma

2023-04-04 发布

2023-04-10 实施

中国营养保健食品协会

发布

目 次

前 言.....	2
1 范围.....	3
2 规范性引用文件.....	3
3 技术要求.....	3
4 其他.....	5
附录 A.....	6
附录 B.....	10

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。

本文件由中国营养保健食品协会提出并归口。

本文件起草单位：中国食品药品检定研究院中药民族药检定所、北京中医药大学、中国中药协会中药质量与安全专业委员会、深圳市药品检验研究院、中国营养保健食品协会保健食品研发专业委员会。

本文件主要起草人：刘静、刘越、马双成、魏锋、王淑红、康帅、聂黎行、王莹、程显隆、汪祺、王赵、赵剑锋、杨洋、左甜甜、杨建波、陈佳、王亚丹、荆文光、康荣、石佳、杨洋、关潇滢、谢耀轩、李君瑶、曾利娜、邓少伟。

本文件为首次发布。

保健食品用原料 丹参

1 范围

本文件适用于保健食品用原料丹参。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。下列文件中所包含的部分条款通过相关标准的引用而成为本标准的部分内容。凡是注明日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注明日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改版本）适用于本文件。

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 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 5009.15 食品安全国家标准 食品中镉的测定

GB 5009.17 食品安全国家标准 食品中总汞及有机汞的测定

GB 16740 食品安全国家标准 保健食品

《中华人民共和国药典》一部

《中华人民共和国药典》四部

3 技术要求

3.1 来源

丹参为唇形科植物丹参 *Salvia miltiorrhiza* Bge. 的干燥根和根茎。春、秋二季采挖，除去泥沙，干燥。

3.2 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	表面棕红色或暗棕红色。老根外皮多显紫棕色。断面皮部棕红色，木部灰黄色或紫褐色，导管束黄白色 栽培品表面红棕色	在日光下观察颜色；如断面不易观察，可削平后观察
滋味、 气味	气微，味微苦涩	滋味可取少量直接口尝，或加热水浸泡后尝浸出液；气味可直接嗅闻，或在折断、破碎或搓揉时进行
形态	根茎短粗，顶端有时残留茎基。根数条，长圆柱形，略弯曲，有的分枝并具须状细根，长10~20 cm，直径0.3~1 cm。表面粗糙，具纵皱纹。老根外皮疏松，常呈鳞片状剥落。质硬而脆，断面疏松，有裂隙或略平整而致密，导管束呈放射状排列 栽培品较粗壮，直径0.5~1.5 cm，表面具纵皱纹，外皮紧贴不易剥落。质坚实，断面较平整，略呈角质样	在日光下观察；长度、宽度及厚度测量时应用毫米刻度尺；质地是指用手折断时的感官感觉

3.3 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，%	≤ 13.0	《中华人民共和国药典》2020年版四部 通则 0832 第二法
灰分，%	≤ 10.0	《中华人民共和国药典》2020年版四部 通则 2302 方法
酸不溶性灰分，%	≤ 3.0	《中华人民共和国药典》2020年版四部 通则 2302 方法

浸出物(水), %	≥	35.0	《中华人民共和国药典》2020年版四部 通则 2201 冷浸法
浸出物(乙醇), %	≥	15.0	《中华人民共和国药典》2020年版四部 通则 2201 热浸法 (用乙醇作溶剂)
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
镉(以 Cd 计), mg/kg	≤	1.0	GB 5009.15
注: 其他未列污染物限量应符合 GB 2762 相应食品类别(名称)的规定或有关规定; 农药最大残留限量应符合 GB 2763 相应食品类别/名称的规定或国家有关规定。			

3.4 标志性成分指标

应符合表 3 的规定。

表 3 标志性成分指标

项目		指标	检验方法
丹参酮类(以干燥品计), %	≥	0.25	附录 A
丹酚酸 B(以干燥品计), %	≥	3.0	附录 B

3.5 真菌毒素限量

真菌毒素限量应符合 GB 2761 中相应食品类别(名称)的规定或有关规定。

4 其他

保健食品所用原料为本品的炮制加工品, 其炮制加工前的原料应符合本标准。炮制方法为净制、切制的, 除另有规定外, 炮制加工品应符合本标准。炮制方法为其他炮制工艺的, 炮制加工品应符合相应标准的规定。

附录 A

(规范性附录)

标志性成分丹参酮类检验方法

A.1 一般规定

本文件所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。实验中所用的溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

A.2 方法提要

本品经甲醇超声提取后,采用反相高效液相色谱法测定,以丹参酮 II_A 相应的峰为 S 峰,计算隐丹参酮、丹参酮 I 的相对保留时间。以丹参酮 II_A 的峰面积为对照,分别乘以校正因子,以外标法测定丹参酮 II_A、隐丹参酮和丹参酮 I 的含量,供试品中丹参酮类的含量以三者总量计。

丹参酮类为丹参中丹参酮 II_A (C₁₉H₁₈O₃)、隐丹参酮 (C₁₉H₂₀O₃) 和丹参酮 I (C₁₈H₁₂O₃) 三个成分的总和。

A.3 仪器

A.3.1 分析天平:感量为 0.01 mg 和 0.0001 g。

A.3.2 超声波清洗仪。

A.3.3 高效液相色谱仪:配有紫外检测器。

A.4 试剂和耗材

A.4.1 甲醇。

A.4.2 乙腈:色谱纯。

A.4.3 磷酸:色谱纯。

A.4.4 水。

A.4.5 0.45 μm 微孔滤膜 (有机相)。

A.4.6 对照品

丹参酮 II_A 对照品、隐丹参酮对照品和丹参酮 I 对照品 (购自中国食品药品检定研究院)

或其他等同对照品，其英文名称、CAS 号、分子式和相对分子量见表 A.1。

表 A.1 化学对照品（标准品）信息

中文名称	英文名称	CAS 号	分子式	相对分子量
丹参酮 II _A	<u>Tanshinone II_A</u>	<u>568-72-9</u>	C ₁₉ H ₁₈ O ₃	294.34
隐丹参酮	Cryptotanshinone	35825-57-1	C ₁₉ H ₂₀ O ₃	296.36
丹参酮 I	<u>Tanshinone I</u>	568-73-0	C ₁₈ H ₁₂ O ₃	276.29

A.5 色谱条件及系统适用性

A.5.1 色谱条件

色谱柱：以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；

流动相：A 相：乙腈；B 相：含 0.02%磷酸水溶液，梯度洗脱，梯度程序见表 A.2；

检测波长：270 nm；

进样量：10 μL；

柱温：20 °C；

流速：1.0 mL/min。

表 A.2 梯度条件

时间/min	A 相/%	B 相/%
0	61	39
6	61	39
20	90	10
20.5	61	39
25	61	39

A.5.2 系统适用性

理论板数按丹参酮 II_A 峰计算应不低于 60000。

A.6 操作方法

A.6.1 对照品溶液的制备

取丹参酮Ⅱ_A对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加甲醇制成每1 mL含丹参酮Ⅱ_A 0.02 mg的溶液，摇匀，备用。

A.6.2 样品溶液的制备

取供试品粉碎，取粉末约0.3 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇50 mL，密塞，称定重量，超声处理（功率140 W，频率42 kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，经0.45 μm滤膜（A.4.5）滤过，取续滤液，备用。

A.6.3 样品溶液的测定

照高效液相色谱法（《中华人民共和国药典》2020年版四部0512）试验，分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10 μL，注入高效液相色谱仪，测定。

以丹参酮Ⅱ_A对照品为参照，以其相应的峰为S峰，计算隐丹参酮、丹参酮I的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±5%范围之内。相对保留时间及校正因子见表A.3；以丹参酮Ⅱ_A的峰面积为对照，分别乘以校正因子，以外标法计算隐丹参酮、丹参酮I、丹参酮Ⅱ_A的含量，供试品中丹参酮类的含量以三者总量计。

表 A.3 相对保留时间及校正因子

待测成分（峰）	相对保留时间	校正因子
隐丹参酮	0.75	1.18
丹参酮 I	0.79	1.31
丹参酮Ⅱ _A	1.00	1.00

A.7 测定结果的计算

A.7.1 计算公式

丹参中丹参酮类的含量以质量分数计，数值以%表示，按公式（A.1）和（A.2）计算：

$$W_i = \frac{A_{Xi} \times C_R \times V}{A_R \times m \times 10^3} \times f \times 100\% \dots \dots \dots (A.1)$$

$$W = \sum W_i \dots \dots \dots (A.2)$$

式中：

W_i : 供试品中各待测成分(丹参酮II_A、隐丹参酮和丹参酮I)的质量分数(%)；

A_{Xi} : 供试品各待测成分的峰面积；

A_R : 对照品的峰面积；

C_R : 对照品溶液的浓度(mg/mL)；

m : 供试品的称样量(g)；

V : 供试品溶液的稀释体积(mL)。

f : 供试品中各待测成分的校正因子。

W : 供试品中丹参酮类的质量分数(%)。

A.7.2 重复性

每个试样取两个平行样进行测定，以算数平均值为测定结果，小数点后保留2位。在重复条件下两次独立测定的结果绝对差值不得超过算数平均值的10%。

附录 B

(规范性附录)

标志性成分丹酚酸 B 检验方法

B.1 一般规定

本文件所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。实验中所用的溶液在未注明用何种溶剂配制时，均指水溶液。

B.2 方法提要

本品经甲醇-水（8：2, v/v）超声提取后，采用反相高效液相色谱法测定，以外标法测定丹酚酸 B 的含量。

B.3 仪器

B.3.1 分析天平：感量为 0.01 mg 和 0.0001 g。

B.3.2 超声波清洗仪。

B.3.3 高效液相色谱仪：配有紫外检测器。

B.4 试剂和耗材

B.4.1 甲醇。

B.4.2 乙腈：色谱纯。

B.4.3 磷酸：色谱纯。

B.4.4 水。

B.4.5 0.45 μm 微孔滤膜（有机相）。

B.4.6 对照品

丹酚酸 B 对照品（购自中国食品药品检定研究院）或其他等同对照品，其英文名称、CAS 号、分子式和相对分子量见表 B.1。

表 B.1 化学对照品（标准品）信息

中文名称	英文名称	CAS 号	分子式	相对分子量
------	------	-------	-----	-------

丹酚酸 B	Salvianolic acid B	121521-90-2	C ₃₆ H ₃₀ O ₁₆	718.61
-------	--------------------	-------------	---	--------

B.5 色谱条件及系统适用性

B.5.1 色谱条件

色谱柱：以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；

流动相：乙腈-0.1%磷酸水溶液（22：78, v/v），等度洗脱；

检测波长：286 nm；

进样量：10 μL；

柱温：20 °C；

流速：1.2 mL/min。

B.5.2 系统适用性

理论板数按丹酚酸 B 峰计算应不低于 6000。

B.6 操作方法

B.6.1 对照品溶液的制备

取丹酚酸 B 对照品适量，精密称定，加甲醇-水（8：2, v/v）混合溶液，制成每 1 mL 含丹酚酸 B 0.10 mg 的溶液，摇匀，备用。

B.6.2 样品溶液的制备

取供试品粉碎，取粉末约 0.15 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇-水（8：2, v/v）混合溶液 50 mL，密塞，称定重量，超声处理（功率 140 W，频率 42 kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇-水（8：2, v/v）混合溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 5 mL，移至 10 mL 量瓶中，加甲醇-水（8：2, v/v）混合溶液稀释至刻度，摇匀，经 0.45 μm 滤膜（B.4.5）滤过，取续滤液，备用。

B.6.3 样品溶液的测定

照高效液相色谱法（《中华人民共和国药典》2020 年版四部 0512）试验，分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μL，注入高效液相色谱仪，测定，按外标法计算试样中丹酚酸 B 的含量。

B.7 测定结果的计算

B.7.1 计算公式

丹参中丹酚酸 B ($C_{36}H_{30}O_{16}$) 含量以质量分数计, 数值以%表示, 按公式 (B.1) 计算:

$$W = \frac{A_X \times C_R \times V}{A_R \times m \times 10^3} \times 100\% \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

W : 供试品中丹酚酸 B 的质量分数 (%);

A_X : 供试品的峰面积;

A_R : 对照品的峰面积;

C_R : 对照品溶液的浓度 (mg/mL);

m : 供试品的称样量 (g);

V : 供试品溶液的稀释体积 (mL)。

B.7.2 重复性

每个试样取两个平行样进行测定, 以算数平均值为测定结果, 小数点后保留 2 位。在重复条件下两次独立测定的结果绝对差值不得超过算数平均值的 10%。