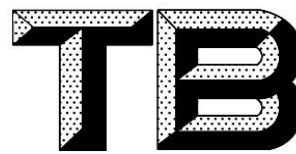


ICS 01.040.67

CCS X 83



# 中国营养保健食品协会团体标准

T/CNHFA 111.9—2023

## 保健食品用原料 金银花

Raw Materials for Health Food

Lonicerae Japonicae Flos

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.....	9

## 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：王亚丹、刘越、马双成、魏锋、王淑红、康帅、聂黎行、王莹、程显隆、汪祺、刘静、杨洋、左甜甜、杨建波、陈佳、荆文光、康荣、石佳、杨洋、关潇滢、谢耀轩、李君瑶、曾利娜、李定发、邓少伟。

本文件为首次发布。

# 保健食品用原料 金银花

## 1 范围

本文件适用于保健食品用原料金银花。

## 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

金银花为忍冬科植物忍冬 *Lonicera japonica* Thunb. 的干燥花蕾或带初开的花。夏初花开放前采收，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	表面黄白色或绿白色（贮久色渐深）。花萼绿色。开放者雄蕊黄色	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	气清香，味淡、微苦	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	本品呈棒状，上粗下细，略弯曲，长 2~3 cm，上部直径约 3 mm，下部直径约 1.5 mm。表面密被短柔毛。偶见叶状苞片。花萼先端 5 裂，裂片有毛，长约 2 mm。开放者花冠筒状，先端二唇形；雄蕊 5，附于筒壁；雌蕊 1，子房无毛	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，%	≤ 12.0	《中华人民共和国药典》2020 年版四部 通则 0832 第四法
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
铅（以铅 Pb），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
阿维菌素，mg/kg	≤	1	GB 2763 规定的方法
吡虫啉，mg/kg	≤	1	
皂苷类成分（灰毡毛忍冬皂苷乙、灰毡毛忍冬皂苷甲、川续断皂苷乙）鉴别		不应显示相同颜色的荧光斑点	附录 A
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；其他未列农药最大残留限量应符合 GB 2763 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
绿原酸（以干燥品计），%	≥ 1.5	附录 B
酚酸类含量（以干燥品计），%	≥ 3.8	

### 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)

## 皂苷类成分检验方法

## 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，采用薄层色谱法对皂苷类成分（灰毡毛忍冬皂苷乙、灰毡毛忍冬皂苷甲和川续断皂苷乙）进行检查。

## 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 鼓风干燥箱。

A.3.4 点样器：玻璃毛细管（直径为 0.5 mm，长度为 100 mm）或微量注射器。

A.3.5 色谱展开缸：密闭玻璃槽（长度、宽度及高度可根据实际使用进行选择）。

A.3.6 玻璃喷雾瓶。

A.3.7 紫外光灯：波长 365 nm。

## A.4 试剂和耗材

A.4.1 甲醇。

A.4.2 正丁醇。

A.4.3 甲酸。

A.4.4 水。

A.4.5 硫酸。

A.4.6 乙醇。

A. 4.7 薄层层析硅胶板：以硅胶 G 为吸附剂，加以适量粘合剂，涂布于玻璃板上，涂层厚度为 0.2~0.3 mm 的薄层层析板，可自行制备或使用市售符合规格的薄层层析硅胶板。使用前置  $(105 \pm 5)$  °C 鼓风干燥箱中活化 1.5~2 小时，置干燥器中备用。

#### A. 4.8 对照品

灰毡毛忍冬皂苷乙对照品、川续断皂苷乙对照品（均购自中国食品药品检定研究院）、灰毡毛忍冬皂苷甲对照品或其他等同对照品，其 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
灰毡毛忍冬皂苷乙	Macranthoidin B	136849-88-2	$C_{65}H_{106}O_{32}$	1399.52
灰毡毛忍冬皂苷甲	Macranthoidin A	140360-29-8	$C_{59}H_{96}O_{27}$	1237.38
川续断皂苷乙	Dipsacoside B	33289-85-9	$C_{53}H_{86}O_{22}$	1075.24

#### A. 5 薄层色谱条件及系统适用性

##### A. 5.1 薄层色谱条件

点样量：3  $\mu$ L，斑点宽 6~8 mm；

展开剂：正丁醇-甲酸-水（4：1：5, v/v/v）上层溶液；

展开距离：6~8 cm；

显色剂：10%硫酸乙醇试液。

##### A. 5.2 系统适用性

经 10%硫酸乙醇试液显色后，在紫外灯 365 nm 下，对照品溶液显示 3 个独立的清晰斑点。

#### A. 6 操作方法

##### A. 6.1 对照品溶液的制备

分别取灰毡毛忍冬皂苷乙对照品、灰毡毛忍冬皂苷甲对照品和川续断皂苷乙对照品适量，加甲醇制成每 1 mL 含各成分均为 1 mg 的混合溶液，备用。

##### A. 6.2 供试品溶液的制备



取供试品粉碎，取粉末约 0.5 g，置 50 mL 具塞锥形瓶中，加入甲醇 10 mL，超声处理 10 分钟，滤过，取滤液，备用。

#### A. 6.3 供试品溶液的测定

照薄层色谱法（《中华人民共和国药典》2020 年版四部 0502）试验，分别吸取供试品溶液和对照品溶液 3  $\mu$ L 点于同一硅胶 G 薄层板上，展开缸内采用展开剂预饱和 15~20 分钟后，放入薄层板，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇试液，于 105 $^{\circ}$ C 下加热 5 分钟，置紫外灯 365 nm 下检视。

#### A. 7 结果判别

供试品溶液色谱中，在与对照品溶液色谱灰毡毛忍冬皂苷乙、灰毡毛忍冬皂苷甲以及川续断皂苷乙相应的位置上，不应显示相同颜色的荧光斑点。

## 附录 B

## (规范性附录)

## 标志性成分检验方法

## 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 75% 甲醇超声提取后，采用反相高效液相色谱法测定，以外标法分别计算绿原酸、3,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸和 4,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸的含量，酚酸类含量以上述三种成分的总量计。

## 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。

B.4.4 水。

B.4.5 0.45 μm 微孔滤膜（有机相）。

B.4.6 对照品

绿原酸对照品、3,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸对照品和 4,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸对照品（均购自中国食品药品检定研究院）或其他等同对照品，其 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
绿原酸	Chlorogenic acid	327-97-9	C <sub>16</sub> H <sub>18</sub> O <sub>9</sub>	354.31
3,5- <i>O</i> -二咖啡酰奎宁酸	3,5- <i>O</i> -Dicafeoylquinic acid	89919-62-0	C <sub>25</sub> H <sub>24</sub> O <sub>12</sub>	516.45
3,5- <i>O</i> -二咖啡酰奎宁酸	4,5- <i>O</i> -Dicafeoylquinic acid	57378-72-0	C <sub>25</sub> H <sub>24</sub> O <sub>12</sub>	516.45

## 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：A 相：乙腈；B 相：含 0.1%磷酸水溶液。梯度洗脱，梯度程序见表 B.2；

表 B.2 梯度条件

时间/min	A 相/%	B 相/%
0	14	86
8	19	81
14	19	81
34	31	69
35	90	10
40	90	10

检测波长：327 nm；

进样量：2 μL；

流速：0.7 mL/min。

### B.5.2 系统适用性

理论板数按绿原酸峰计算应不低于 10000。

## B.6 操作方法

### B.6.1 对照品溶液的制备

取绿原酸对照品、3,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸对照品、4,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸对照品适量，

精密称定，置棕色量瓶中，加 75% 甲醇制成每 1 mL 含绿原酸 0.28 mg、3,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸 0.15 mg、4,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸 0.044 mg 的混合溶液，摇匀，备用。

### B. 6. 2 供试品溶液的制备

取供试品粉碎，取粉末约 0.5 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 75% 甲醇 50 mL，称定重量，超声处理（功率 500 W，频率 40 kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 75% 甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，再经 0.45 μm 滤膜（B.4.5）滤过，取续滤液，备用。

### B. 6. 3 供试品溶液的测定

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 2 μL，注入高效液相色谱仪测定，按外标法分别计算供试品中绿原酸、3,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸和 4,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸的含量。

## B. 7 测定结果的计算

### B. 7. 1 计算公式

金银花中绿原酸（C<sub>16</sub>H<sub>18</sub>O<sub>9</sub>）、酚酸类含量以质量分数计，数值以%表示，按公式（B.1）和（B.2）计算：

$$W_i = \frac{A_{Xi} \times C_{Ri} \times V}{A_{Ri} \times m \times 10^3} \times 100\% \dots\dots\dots (B.1)$$

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

式中：

$W_i$ ：供试品中各待测成分（绿原酸、3,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸和 4,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸）的质量分数（%）；

$A_{Xi}$ ：供试品中各待测成分的峰面积；

$A_{Ri}$ ：对照品溶液中各待测成分的峰面积；

$C_{Ri}$ ：对照品溶液中各待测成分的浓度（mg/mL）；

$m$ ：供试品的称样量（g）；

$V$ ：供试品的稀释体积（mL）；

$W$ : 供试品中酚酸类的质量分数 (%)。

#### B.7.2 重复性

每个供试品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%。

---