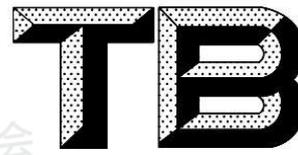


ICS 01.040.67

CCS X 83



中国营养保健食品协会团体标准

T/CNHFA 111.71—2024

保健食品用原料 制大黄

Raw Materials for Health Food

Rhei Radix Et Rhizoma

2024-07-31 发布

2024-08-01 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.....	8
附录 C.....	11

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：杨建波、刘越、马双成、魏锋、王淑红、康帅、聂黎行、王莹、程显隆、汪祺、刘静、左甜甜、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 制大黄

1 范围

本文件适用于保健食品用原料制大黄。

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 5009.17 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

制大黄为生大黄（蓼科植物掌叶大黄 *Rheum palmatum* L.、唐古特大黄 *Rheum tanguticum* Maxim.ex Balf.或药用大黄 *Rheum officinale* Baill.）的干燥根和根茎，按照相应的炮制方法（通则 0213）炮制成熟大黄或酒大黄。

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	表面深棕黄色，有的可见焦斑	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	微有酒香气	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	形如大黄片。呈类圆柱形、圆锥形、卵圆形或不规则块状，长 3~17 cm，直径 3~10 cm	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
浸出物(水), %	≥ 25.0	《中华人民共和国药典》2020 年版四部 通则 2201 热浸法(用水作溶剂)
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

硝磺草酮, (mg/kg)	≤	0.01	GB 2763 规定的方法
土大黄苷		供试品色谱中, 在与土大黄苷对照品色谱相应的位置上, 不得显相同的亮蓝色荧光斑点	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 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
游离蒽醌 (以芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚和大黄素甲醚的总量计) (以干燥品计), %	≥ 0.50	附录 B
总蒽醌 (以芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚和大黄素甲醚的总量计) (以干燥品计), %	≥ 1.5	附录 C

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

孕妇及月经期、哺乳期慎用。

附录 A

(规范性附录)

土大黄苷检验方法

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，以土大黄苷对照品为对照对样品进行鉴别分析。

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 紫外光灯：波长 365 nm。

A.4 试剂和耗材

A.4.1 甲醇。

A.4.2 甲苯。

A.4.3 甲酸乙酯。

A.4.4 丙酮。

A.4.5 甲酸。

A.4.6 聚酰胺薄膜。

A.4.7 对照品

土大黄苷对照品英文名称、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
土大黄苷	Rhaponticin	155-58-8	C ₂₁ H ₂₄ O ₉	420.41

A.5 薄层色谱条件

薄层板：聚酰胺薄膜；

点样量：对照品溶液和供试品溶液各 5 μL ；

展开剂：甲苯-甲酸乙酯-丙酮-甲醇-甲酸（30：5：5：20：0.1）；

展开距离：6~8 cm；

A.6 操作方法

A.6.1 对照品溶液的制备

取土大黄苷对照品，加甲醇制成每 1 mL 含 10 μg 的溶液，摇匀，作为对照品溶液，备用。

A.6.2 供试品溶液的制备

取供试品粉碎，取粉末约 0.1 g，加甲醇 10 mL，超声处理 20 分钟，滤过，取滤液 1 mL，加甲醇至 10 mL，作为供试品溶液，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药材溶液各 5 μL 点于同一聚酰胺薄膜上（A.4.6），以甲苯-甲酸乙酯-丙酮-甲醇-甲酸（30：5：5：20：0.1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外灯（365 nm）下检视。

A.7 结果判别

供试品色谱中，在与土大黄苷对照品色谱相应的位置上，不得显相同的亮蓝色荧光斑点。

附录 B

(规范性附录)

标志性成分游离检验方法

B.1 一般规定

本标准所用试剂和水，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

本品经甲醇加热回流提取后，采用反相高效液相色谱法测定，以外标法测定游离蒽醌的含量。游离蒽醌的含量以芦荟大黄素 ($C_{15}H_{10}O_5$)、大黄酸 ($C_{15}H_8O_6$)、大黄素 ($C_{15}H_{10}O_5$)、大黄酚 ($C_{15}H_{10}O_4$) 和大黄素甲醚的 ($C_{16}H_{12}O_5$) 总量计算。

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 甲醇：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

芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚和大黄素甲醚对照品英文名称、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
芦荟大黄素	Aloe-emodin	481-72-1	$C_{15}H_{10}O_5$	270.24
大黄酸	Rhein	478-43-3	$C_{15}H_8O_6$	284.21
大黄素	Emodin	518-82-1	$C_{15}H_{10}O_5$	270.24

大黄酚	Chrysophanol	481-74-3	C ₁₅ H ₁₀ O ₄	254.24
大黄素甲醚	Physcion	521-61-9	C ₁₆ H ₁₂ O ₅	284.26

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：甲醇-0.1%磷酸（85：15，v/v），等度洗脱；

检测波长：254 nm；

进样量：10 μL；

流速：1 mL/min。

B.5.2 系统适用性

理论板数按大黄素峰计算应不低于 3000。

B.6 操作方法

B.6.1 对照品溶液的制备

取芦荟大黄素对照品、大黄酸对照品、大黄素对照品、大黄酚对照品和大黄素甲醚对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚各 16 μg，含大黄素甲醚 8 μg 的溶液，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，精密加入甲醇 25 mL，称定重量，加热回流 1 小时，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（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 10 μL，注入高效液相色谱仪，测定，按外标法计算试样中芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚和大黄素甲醚的含量。

B.7 测定结果的计算

B.7.1 计算公式

制大黄中芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚和大黄素甲醚含量以质量分数计，数值

以%表示，按公式（B.1）计算：

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

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

式中：

W_i ：供试品中各待测成分（芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚和大黄素甲醚）的质量分数，%；

A_X ：供试品中各待测成分的峰面积；

A_R ：对照品中各待测成分的峰面积；

C_R ：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 ：供试品溶液的稀释体积（mL）。

W ：供试品中芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚和大黄素甲醚的总质量分数（%）。

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%。

附录 C

(规范性附录)

标志性成分总蒽醌检验方法

C.1 一般规定

本标准所用试剂和水,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。

C.2 方法提要

本品经甲醇加热回流提取后,采用反相高效液相色谱法测定,以外标法测定总蒽醌含量。总蒽醌含量以芦荟大黄素 ($C_{15}H_{10}O_5$)、大黄酸 ($C_{15}H_8O_6$)、大黄素 ($C_{15}H_{10}O_5$)、大黄酚 ($C_{15}H_{10}O_4$) 和大黄素甲醚 ($C_{16}H_{12}O_5$) 的总量计。

C.3 仪器

C.3.1 分析天平:感量为 0.01 mg 和 0.0001 g。

C.3.2 超声波清洗仪。

C.3.3 高效液相色谱仪:配有紫外检测器。

C.4 试剂和耗材

C.4.1 甲醇。

C.4.2 甲醇:色谱纯。

C.4.3 磷酸。

C.4.4 三氯甲烷。

C.4.5 盐酸。

C.4.6 水。

C.4.7 0.45 μm 微孔滤膜(有机相)。

C.4.8 对照品

芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚和大黄素甲醚对照品英文名称、CAS 号、分子式和相对分子量见表 C.1。

表 C.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
------	------	-------	-----	-------

芦荟大黄素	Aloe-emodin	481-72-1	C ₁₅ H ₁₀ O ₅	270.24
大黄酸	Rhein	478-43-3	C ₁₅ H ₈ O ₆	284.21
大黄素	Emodin	518-82-1	C ₁₅ H ₁₀ O ₅	270.24
大黄酚	Chrysophanol	481-74-3	C ₁₅ H ₁₀ O ₄	254.24
大黄素甲醚	Physcion	521-61-9	C ₁₆ H ₁₂ O ₅	284.26

C.5 色谱条件及系统适用性

C.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：甲醇-0.1%磷酸（85：15, v/v），等度洗脱；

检测波长：254 nm；

进样量：10 μL；

流速：1 mL/min。

C.5.2 系统适用性

理论板数按大黄素峰计算应不低于 3000。

C.6 操作方法

C.6.1 对照品溶液的制备

取芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚和大黄素甲醚对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚各 16 μg，含大黄素甲醚 8 μg 的溶液，摇匀，备用。

C.6.2 供试品溶液的制备

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 25 mL，称定重量，加热回流 1 小时，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过。精密称取续滤液 5 mL，置烧瓶中，挥去溶剂，加 8% 盐酸溶液 10 mL，超声处理 2 分钟，再加三氯甲烷 10 mL，加热回流 1 小时，放冷，置分液漏斗中，用少量三氯甲烷洗涤容器，并入分液漏斗中，分取三氯甲烷层，酸液再用三氯甲烷提取 3 次，每次 10 mL，合并三氯甲烷液，减压回收溶剂至干，残渣加甲醇使溶解，转移至 10 mL 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，经 0.45 μm 滤膜（C.4.7）滤过，取续滤液，备用。

C.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 10 μL，注入高效液相色谱仪，测定，按外标法计算试样中芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚和大黄素甲醚的含量。

C.7 测定结果的计算

C.7.1 计算公式

制大黄中芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚和大黄素甲醚含量以质量分数计，数值以%表示，按公式 (C.1) 和 (C.2) 计算：

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

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

式中：

W_i ：供试品中各待测成分（芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚和大黄素甲醚）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 ：供试品溶液的稀释体积（mL）。

W ：供试品中芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚和大黄素甲醚的总质量分数（%）。

C.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%。