ICS 01.040.67
CCS X 83

中国营养保健食品协会
China Nutrition and Health Food Association

中 国 营 养 保 健 食 品 协 会 团 体 标准

T/CNHFA 111.72—2024

保健食品用原料　制何首乌

Raw Materials for Health Food
Polygoni Multiflori Radix Praeparta

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
附录 A 6
附录 B 9

中国营养保健食品协会 China Nutrition and Health Food Association

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：马双成、杨建波、刘越、杨贵雅、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 制何首乌

1 范围

本文件适用于保健食品用原料制何首乌。

中国营养保健食品协会 China Nutrition and Health Food Association

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

制何首乌为生何首乌的炮制加工品。

取何首乌片或块，照炖法（《中华人民共和国药典》2020 年版四部 通则 0213）用黑豆汁拌匀，置非铁质的适宜容器内，炖至汁液吸尽；或照蒸法（《中华人民共和国药典》2020 年版四部 通则 0213），清蒸或用黑豆汁拌匀后蒸，蒸至内外均呈棕褐色，或晒至半干，切片，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	表面黑褐色或棕褐色。断面棕褐色或黑色	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，味微甘而苦涩	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	呈不规则皱缩状的块片，厚约 1 cm。表面凹凸不平。质坚硬，断面角质样	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，%	≤	12.0	《中华人民共和国药典》2020 年版四部 通则 0832 第二法
灰分，%	≤	9.0	《中华人民共和国药典》2020 年版四部 通则 2302 方法
浸出物（乙醇），%	≥	5.0	《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
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；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
2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-*O*-*β*-D-葡萄糖苷（以干燥品计），% ≥	0.70	附录 A
游离蒽醌[a]（以大黄素和大黄素甲醚的总量计），% ≥	0.10	附录 B
[a] 以干燥品计		

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。

附录 A

（规范性附录）

标志性成分 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-*O*-*β*-D-葡萄糖苷检验方法

A.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。

A.2 方法提要

本品经稀乙醇加热回流提取后，采用反相高效液相色谱法测定，以外标法测定二苯乙烯苷的含量。二苯乙烯苷含量以 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-*O*-*β*-D-葡萄糖苷（$C_{20}H_{22}O_9$）含量计。

A.3 仪器

A.3.1 分析天平：感量为 0.01 mg 和 0.0001 g。

A.3.2 恒温水浴锅。

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 乙醇。

A.4.2 乙腈：色谱纯。

A.4.3 水。

A.4.4 0.45 μm 微孔滤膜（有机相）。

A.4.5 对照品

2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-*O*-*β*-D-葡萄糖苷对照品英文名称、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
2,3,5,4′-四羟基二苯乙烯-2-*O*-*β*-D-葡萄糖苷	2,3,5,4′-tetrahydroxystilbene-2-*O*-*β*-D-glucoside	82373-94-2	$C_{20}H_{22}O_9$	406.38

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：乙腈-水（25∶75, v/v），等度洗脱；

检测波长：320 nm；

进样量：10 μL；

流速：1 mL/min。

中国营养保健食品协会 China Nutrition and Health Food Association

A.5.2 系统适用性

理论板数按 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-*O*-*β*-D-葡萄糖苷峰计算应不低于 2000。

A.6 操作方法

A.6.1 对照品溶液的制备

取 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-*O*-*β*-D-葡萄糖苷对照品适量，精密称定，加稀乙醇制成每 1 mL 含 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-*O*-*β*-D-葡萄糖苷 0.2 mg 的溶液，摇匀，备用。

A.6.2 供试品溶液的制备

取供试品粉碎，取粉末约 0.2 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入稀乙醇 25 mL，称定重量，加热回流 30 分钟，放冷，再称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，摇匀，静置，取上清液，经 0.45 μm 滤膜（A.4.4）滤过，取续滤液，备用。

A.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 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-*O*-*β*-D-葡萄糖苷的含量。

A.7 测定结果的计算

A.7.1 计算公式

制何首乌中 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-*O*-*β*-D-葡萄糖苷含量以质量分数计，数值以%表示，按公式（A.1）计算：

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

式中：

W：供试品中 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-*O*-*β*-D-葡萄糖苷的质量分数，%；

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）。

中国营养保健食品协会 China Nutrition and Health Food Association

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）

标志性成分游离蒽醌检验方法

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。游离蒽醌的含量以大黄素（$C_{15}H_{10}O_5$）和大黄素甲醚（$C_{16}H_{12}O_5$）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 恒温水浴锅。

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

大黄素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
大黄素	Emodin	518-82-1	$C_{15}H_{10}O_5$	270.24
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（80：20, v/v），等度洗脱；

检测波长：254 nm；

进样量：10 μL；

流速：1 mL/min。

中国营养保健食品协会 China Nutrition and Health Food Association

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

取大黄素和大黄素甲醚对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含大黄素 80 μg，大黄素甲醚 40 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 1.0 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 50 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大黄素和大黄素甲醚的总量。

B.7 测定结果的计算

B.7.1 计算公式

制何首乌中大黄素和大黄素甲醚的总量以质量分数计，数值以%表示，按公式（B.1）和（B.2）计算：

$$Wi = \frac{A_{Xi} \times C_{Ri} \times Vi}{A_{Ri} \times mi \times 10^3} \times 100\% \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots（B.1）$$

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

式中：

W_i：供试品中各待测成分（大黄素和大黄素甲醚）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：供试品中大黄素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%。