

国家市场监督管理总局

保健食品产品技术要求

BJG20141099

高原圣果牌怡康茶

GaoYuanShengGuoPaiTongBianCha

【配方】 沙棘叶、决明子、黄芪、火麻仁、女贞子（酒）、枳壳（炒）、茶叶

【生产工艺】 本品经粉碎、过筛、混合、包装、辐照灭菌等主要工艺加工制成。

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	棕灰色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，味甘微苦
性状	大小较为均一药材粗颗粒
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【鉴别】

1 黄芪甲苷的鉴别试验

1.1 原理：该品中有黄芪。参考《中华人民共和国药典》2010年版一部283页黄芪项下，有关规定黄芪甲苷鉴别方法。用薄层色谱法方法，以黄芪甲苷、黄芪药材为对照品鉴别该品种中的黄芪甲苷的存在。

1.2 试剂

1.2.1 甲醇：分析纯

1.2.2 硫酸：分析纯

1.2.3 三氯甲烷：分析纯

1.2.4 无水乙醇：分析纯

1.2.5 中性氧化铝：分析纯

1.2.6 正丁醇均：分析纯

1.2.7 水：重蒸馏水

1.2.8 黄芪甲苷对照品：购自中国食品药品检定研究院，供含量测定用。

1.2.9 黄芪甲苷对照品溶液：精密称取黄芪甲苷对照品1.0mg，加甲醇2（1:2）溶解在容量瓶中，制成每1mL含0.5mg的溶液。即得。

1.3 仪器

1.3.1 层析柱（柱内径10~15mm）、硅胶G薄层板、层析缸等。

1.3.2 电子天平

1.3.3 喷雾器、分液漏斗等。

1.4 供试品溶液：取样品10g，加甲醇50mL，加热回流2h，滤过，滤液加于中性氯化铝柱（100~120目，10g，柱内径10~15mm）上，用40%甲醇溶液150mL洗脱，收集洗脱液，蒸干。残渣加水30m

L使溶解，用水饱和的正丁醇提取3次，每次30mL，合并正丁醇液，用水洗涤2次，每次20mL，弃水液。正丁醇蒸干，残渣加甲醇1mL使溶解，作为供试品溶液。另取黄芪对照药材3g，加甲醇50mL同法制成对照药材溶液。

1.5 鉴别：照薄层色谱法[《中华人民共和国药典》（2010年版）一部 附录VI B]试验，吸取上述三种溶液各5μL，分别点于同一硅胶G薄层板上，以氯仿-甲醇-水（13:7:2）的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，分别与对照品，对照品药材色谱相应位置上，日光下显相同的颜色的斑点。

1.6 薄层色谱分离条件

1.6.1 展开液：三氯甲烷-甲醇-水（13:7:2）

1.6.2 硅胶G薄层板

1.6.3 点样量：5μL

1.7 薄层色谱结果：供试品薄层色谱中，分别与对照品、对照药材色谱相应位置上，日光下显相同的颜色的斑点。

【理化指标】应符合表2的规定。

表2 理化指标

项 目	指 标	检测方法
总蒽醌（以1,8-二羟基蒽醌计），mg/100g	96~160	1 总蒽醌的测定
水分，%	≤12	GB 5009.3
灰分，%	≤10	GB 5009.4
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5	GB 5009.12
砷（以As计），mg/kg	≤0.3	GB/T 5009.11
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3	GB/T 5009.17
六六六，mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19

1 总蒽醌的测定

1.1 原理：蒽醌类化合物常以葡萄糖苷结合形式存在于植物中，因此测定总蒽醌时必须水解成游离型，采用混酸调节提取液pH值。本法利用蒽醌类化合物遇碱显色反应原理（Borntragers反应），该品为多种中药材组成的配方，显色时有杂色干扰，不经氧化显色不正常，且蒽酚、蒽酮、二蒽酮类化合物需氧化生成蒽醌才能呈与对照品相同的色系，因此用双氧水进行氧化，使样品与对照品有相同的色系。测定波长为525nm，以1,8-二羟基蒽醌为对照品。

1.2 试剂

1.2.1 冰醋酸：分析纯

1.2.2 盐酸：分析纯

1.2.3 乙醚：分析纯

1.2.4 氢氧化钠：分析纯

1.2.5 氢氧化氨：分析纯

1.2.6 双氧水：分析纯

1.2.7 混合酸溶液：25%盐酸溶液2mL加冰乙酸18mL。

1.2.8 混合碱溶液：取等量的10%氢氧化钠溶液和4%的氢氧化氨溶液混合。

1.2.9 1,8-二羟基蒽醌对照品：购自中国食品药品检定研究院，供含量测定用。

1.2.10 对照品溶液：精密称取已干燥的1,8-二羟基蒽醌25.0mg，加冰醋酸溶解并定容至50mL容量瓶中，即得。

1.3 仪器

1.3.1 UV-1601紫外/可见分光光度计：SP-2000UV型紫外可见分光光度计

1.3.2 电子分析天平

1.3.3 恒温水浴锅

1.4 供试品溶液的制备：精密称取0.5g样品，置于100mL圆底烧瓶中，加混合酸溶液10mL，混匀，置沸水浴中回流15min，放冷，用乙醚30mL提取，提取液通过脱脂棉滤入分液漏中，继续用乙醚洗涤残渣二次，每次5mL，药渣再加混合酸溶液10mL，置沸水浴中回流15min，放冷，用乙醚20mL提取，并用乙醚洗涤残渣两次，每次5mL，合并乙醚液，用水30、20mL振摇洗涤二次，弃去水洗液，乙醚液用混合碱溶液50、20、20mL提取三次，合并碱提取液，置于100mL容量瓶中，加混合碱溶液至刻度，混匀，取约50mL，置于100mL锥形瓶中，称重（准确至0.01g），置沸水浴中回流30min，取出，迅速冷却至室温，称重，补加10%氨溶液到原来的重量，混匀。

1.5 测定：取上述溶液6.0mL，置于15mL具塞试管中，加双氧水约0.4mL，置90℃水浴加热4～5min，加混合碱溶液至10.0mL，放暗处30min后，用紫外分光光度法测定吸光度值。同时精密称取对照品溶液2.0mL，置于100mL容量瓶中，加混合碱溶液稀释至刻度，混匀，于暗处放置30min，以混合碱溶液为空白，于525nm波长处，测定吸光度值，计算含量。

1.6 结果计算

$$X = \frac{E_1 \times c \times 10 \times 100}{W \times E \times 6}$$

式中：

X—样品中总蒽醌的含量（以1,8-二羟基蒽醌计），mg/g；

E_1 —供试品中总蒽醌的吸光度值；

C—对照品溶液的浓度，mg/mL；

E—对照品溶液的吸光度值；

W—样品质量，g。

【微生物指标】 应符合表3的规定。

表3 微生物指标

项 目	指 标	检测方法
菌落总数，cfu/g	≤1000	GB 4789.2
大肠菌群，MPN/100g	≤40	GB/T 4789.3-2003
霉菌，cfu/g	≤25	GB 4789.15
酵母，cfu/g	≤25	GB 4789.15
致病致（指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄菌、溶血性链球菌）	不得检出	GB 4789.4、GB 4789.5、GB 4789.10、GB/T 4789.11

【标志性成分含量测定】 应符合表4的规定。

表4 标志性成分含量测定

项 目	指 标	检测方法
大黄酚，mg/100g	20.7～25.3	1 大黄酚的测定

1 大黄酚的测定

1.1 原理：用定量的甲醇为溶剂，提取复方沙棘决明润通茶中的大黄酚及其苷，用10%的稀盐酸水解，用三氯甲烷提取水解液中的大黄酚，经高效液相色谱仪C18柱分离，用紫外检测器于254nm波长处检测，以大黄酚的保留时间定性，峰面积定量。

1.2 试剂

1.2.1 甲醇：分析纯、色谱纯

1.2.2 盐酸：分析纯

1.2.3 三氯甲烷：分析纯

1.2.4 无水乙醇：分析纯

1.2.5 乙酸乙酯：分析纯

1.2.6 水：重蒸馏水。

1.2.7 大黄酚对照品：购自中国食品药品检定研究院，供含量测定用。

1.2.8 对照品溶液的制备：精密称取已干燥的大黄酚对照品2.0mg，加无水乙醇-乙酸乙酯（2:1）溶解并定容至5mL容量瓶中，制成每1mL含0.08mg的溶液。即得。

1.3 仪器

1.3.1 高效液相色谱仪：紫外检测器、自动进样器，色谱工作站。

1.3.2 电子分析天平

1.3.3 恒温水浴锅

1.4 液相色谱分离条件

1.4.1 色谱柱：C18（十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂）

1.4.2 流动相：甲醇-0.1%磷酸溶液（85:15）

1.4.3 检测波长：254nm

1.4.4 柱温：40℃

1.4.5 流速：1mL/min

1.4.6 进样量：15μL

1.5 供试品溶液的制备：取样品8.0g，精密称定，置于具塞烧瓶中，精密加入甲醇100mL，称定重量，置水浴上加热回流1h，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过。精密量取续滤液50mL，置于具塞烧瓶中，再加10%稀盐酸溶液60mL，置于水浴上加热水解1h，立即冷却，用三氯甲烷振摇提取4次（25、25、20、20mL），每次先用三氯甲烷冲洗水解用的烧瓶，合并三氯甲烷液，回收溶剂至干，残渣用无水乙醇-乙酸乙酯（2:1）溶解，转移至10mL容量瓶中并稀释至刻度，摇匀，滤过，即得。

1.6 测定：取15μL对照品溶液及供试品溶液注入色谱仪中，以保留时间定性，以对照品峰面积与供试品峰面积比较定量。

1.7 结果计算

$$X = \frac{A_1 \times C}{A_2 \times M \times 50}$$

式中：

X—样品中大黄酚的含量，g/g；

A_1 —供试品溶液中大黄酚的峰面积；

C—对照品溶液的浓度，μg/μL；

A_2 —对照品溶液的峰面积；

M—样品质量，g。

【保健功能】 通便

【适宜人群】 便秘者

【不适宜人群】 少年儿童、孕期、哺乳期妇女、慢性腹泻者

【食用方法及食用量】 每日2次，每次1袋，开水泡饮

【规格】 4.5g/袋

【贮藏】 置阴凉、清洁、无异味、干燥处

【保质期】 24个月
