

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20060578

齐梅牌可平片

【原料】

【辅料】

【生产工艺】 本品经粉碎、过筛、制粒、干燥、混合、压片、包装等主要工艺加工制成。

【直接接触产品包装材料种类、名称及标准】

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	淡黄色，色泽均匀
滋味、气味	微甜无异味
性状	片剂，完整光洁
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【鉴别】 无

【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
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤6.0	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	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19

【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
致病菌（指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌、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
白藜芦醇，mg/100g	≥52.9	1 白藜芦醇的测定
铬（以Cr ³⁺ 计），mg/100g	2.1~3.2	2 铬的测定
锌（以Zn计），mg/100g	54.3~90.3	GB/T 5009.14
维生素E（以α-生育酚计），mg/100g	121~271	GB/T 5009.82

1 白藜芦醇的测定

1.1 试剂

1.1.1 甲醇：色谱纯

1.1.2 水：重蒸水

1.1.3 白藜芦醇标准品：纯度≥99%

1.1.4 白藜芦醇标准溶液：精密称定白藜芦醇标准品2.5mg于25mL容量瓶中，加甲醇至刻度摇匀，即得。

1.2 仪器

1.2.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器

1.2.2 超声波清洗器

1.3 色谱分离条件

1.3.1 色谱柱：C₁₈，200×5.0mm，5μm。

1.3.2 流动相：乙腈-水=25:75

1.3.3 检测波长：303nm

1.3.4 柱温：30℃

1.3.5 流速: 1mL/min

1.4 样品处理: 取样品2g, 精密称定, 置于50mL容量瓶中, 加入甲醇适量, 超声处理1h, 放冷, 加甲醇至刻度, 摇匀, 用微孔滤膜(0.45 μ m)滤过, 取滤液, 即得。

1.5 测定: 分别精密吸取标准溶液5 μ L与样品溶液5~10 μ L, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

1.6 结果计算

$$X = A_1 \times C \times V \times 100 / A_2 \times m$$

式中:

X—样品中白藜芦醇的含量, mg/100g;

A₁—样品中白藜芦醇的峰面积;

A₂—标准溶液中白藜芦醇的峰面积;

C—标准溶液的质量浓度, mg/mL;

V—样品定容体积, mL;

m—样品质量, g;

2 铬的测定

2.1 原理: 本方法采用100g/L四甲基氢氧化铵(TMAH)于60℃超声波振荡水浴中溶解样品, 使铬离子完全溶提出来并不改变其原价态。取一部分样液直接利用石墨炉原子吸收光谱法测定总铬, 取另一部分样液, 加稀硫酸将溶液调至pH值为3左右, 定容, 过滤除去大分子沉淀物, 然后在pH4.8~5.0下, 用EDTA掩蔽三价铬, 用DDTC—MIBK螯合萃取分离浓缩六价铬。用石墨炉原子吸收光谱法测定有机相中的六价铬含量, 从而达到分别测定六价铬及三价铬的目的。

2.2 试剂

2.2.1 100g/L四甲基氢氧化铵(TMAH)溶液: 当试剂纯度不高时, 须按常规再生处理。国产717强碱性阴离子树脂(CI型)先活化处理后, 装入15cm×0.5cm玻璃柱, 高度为10cm, 而后让100g/LTMAH溶液以2mL/min的速度过柱, 收集柱下流出液备用, 当溶液中铬含量高时, 再进行再生处理。

2.2.2 100g/L乙胺硫代甲酸钠(DDTC)水溶液: 称取10gDDTC(分析纯), 溶解并稀释至100mL去离子水中。临用现配, 防止氧化。

2.2.3 水饱和甲基异丁基甲酮(MIBK): 将分析纯(MIBK)溶液倒入分液漏斗中, 加适量去离子水激烈振摇数分钟, 使MIBK被水饱和后分去水层, 贮存备用。

2.2.4 1mol/L pH5.0的乙酸钠缓冲液: 称取无水乙酸钠41g, 溶解在约400mL去离子水中, 用乙酸调节pH值至5.0, 用去离子水定容至500mL, 备用。

2.2.5 0.2mol/L乙二胺四乙酸钠(EDTA)溶液: 称取EDTA二钠盐7.4g, 用去离子水溶解并定容至100mL, 备用。

2.2.6 三价铬标准溶液: 精确称取优级纯硫酸铬[Cr₂(SO₄)₃]0.3769g, 用去离子水溶解并准确定容至100mL, 配成1mg/mL三价铬标准贮备液, 逐级稀释至分析要求。

2.2.7 六价铬标准溶液: 称取优级纯重铬酸钾(110℃, 烘干2h)1.4135g, 溶于去离子水中并稀释至500mL容量瓶中, 此溶液为1.0mg/mL的六价铬贮备液, 临用时逐步稀释至分析要求。

2.3 仪器

2.3.1 石墨炉原子吸收分光光度计: 附平台石墨管

2.3.2 超声波振荡水浴

2.4 石墨管平台预处理: 将石墨管和平台浸泡在10g/L氧氯化锆乙醇溶液中过夜, 取出, 在常温下真空干燥或常压自然干燥后, 再浸泡、干燥, 重复三次, 然后在105℃干燥箱内烘干2.5h, 置干燥器内备用。使用时装在石墨炉中, 按照测定元素的加热程序处理2~3次, 至不产生吸收信号为止。

2.5 样品处理: 准确称取预先打碎混匀的样品0.5~2.0g, 置于25mL三角烧瓶中, 加入5.0mL经除铬提纯的100g/L甲基氢氧化铵溶液, 用盖将瓶口盖好(不用玻璃磨口塞), 并置于超声波振荡水浴中, 保持水温60±2℃, 振荡至样品充分溶解(为了加快溶解, 可提前称样加入四甲基氢氧化铵, 在室温下放置过夜), 同时做空白试验。

2.6 总铬的测定：在2.5项下样品处理液中加入1.0mL (1+9) 稀硫酸（使溶液pH值调整在11左右），用去离子水将其定容至25mL。准确吸取此溶液5.0mL两份于两支干燥试管中，用微量移液管分别准确加入25μL去离子水和25μL2.0μg/mL标准铬溶液（三价和六价铬标准都可以用，加入量由样品中铬含量而定），混匀，以去离子水为空白，在仪器中输入加标液中的标准浓度（由 $S = (2.0 \times 25 / 1000) / 5.0$ 计算而得），采用自动进样器自动进样，石墨炉原子吸收测定，试剂空白同样操作。

2.7 结果计算

从仪器上读取直接给出的浓度值，或根据仪器给出的吸收值按下式计算所测样液和试剂空白的铬浓度。

$$C = (A - B) \times S / (A_1 - A)$$

式中：

C—待测样品溶液和试剂空白液中铬浓度，μg/mL；

A₁—加标样品溶液和加标试剂空白液的吸光度值；

A—样品溶液和试剂空白液的吸光度值；

B—去离子水的吸光度值；

S—样品溶液和试剂空白液中加铬标准后的标准浓度，μg/mL。

样品中总铬含量的计算

$$X = (C_{\text{样}} - C_{\text{空}}) \times 25 / W$$

式中：

X—样品中总铬含量，μg/g；

C_样—样品溶液中铬的浓度，μg/mL；

C_空—试剂空白液中铬的浓度，μg/mL；

W—样品质量，g。

2.8 六价铬的分离与测定：在1.5项下处理的样品液中，逐滴加入稀硫酸（1+9）直至出现的沉淀不消失为止（此时样品溶液的pH值约为3），用去离子水定容至25mL后，离心或过滤除去沉淀，清液备用。准确吸取清液10mL两份于两只小烧杯中，然后各加入1.0mol/L pH3.0的乙酸钠缓冲液5.0mL，用稀硫酸或稀氨水调pH值至4.8~5.0，定量转移至两只100mL容量瓶中，其中一份加入标准六价铬，各加入10mL0.2mol/L EDTA溶液，再加入去离子水至约60mL，而后依次加入5.0mL100g/L DDTc溶液和5.0mL MIBK（MIBK体积可减少，以增加浓缩倍数，但要准确），激烈振摇2min，静置分层，慢慢滴加5.0mL无水乙醇至有机层中，使产生的乳状混浊清澄，随即用去离子水将有机层顶至颈部。以MIBK为空白，采用同总铬测定同样的仪器操作与条件测定有机相中六价铬的浓度，同时做试剂空白测定，读取仪器直接给出的六价铬浓度（μg/g）。或以MIBK为空白，读取样品溶液和加标样品溶液的吸光度值计算其浓度，然后按下式计算样品中的六价铬含量。

2.9 结果计算

$$X = \frac{(C_{\text{样}} - C_{\text{空}}) \times 5 \times 25 \times 10}{W}$$

式中：

X—样品中六价铬的含量，μg/g；

C_空—试剂空白中六价铬的浓度，μg/mL；

C_样—样品溶液萃取液中六价铬的浓度，μg/mL；

W—样品称取量，g。

2.10 测定总铬及六价铬的仪器条件

2.10.1 主机工作条件

2.10.1.1 波长：357.9nm

2.10.1.2 灯电流：25A

- 2.10.1.3 狭缝：0.7nm
- 2.10.1.4 能量：62%
- 2.10.1.5 信号方式：pA
- 2.10.1.6 积分时间：7.0s
- 2.10.1.7 滞后时间：0.0s氙灯扣背景
- 2.10.2 石墨炉工作条件

见下表

原子化条件	总 铬	六价铬	原子化条件	总铬	六价铬
石墨管类型	涂铑热解石墨 管加平台	涂铑热解石墨 管加平台	原子化温度，℃	2650	2650
干燥温度，℃	100/160	80/120	升温时间，s	1	1
升温时间，s	5 10	2 10	保持时间，s	7	7
保持时间，s	15 25	15 20	净化温度，℃	2700/20	2700/20
灰化温度，℃	600/1600	1600	升温时间，s	1 1	1 1
升温时间，s	5 10	15	保持时间，s	4 10	4 10
保持时间，s	15 5	15	进样量，μL	20	30

2.11 三价铬的测定

样品中三价铬的含量（μg/g）=总铬含量-六价铬含量

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】

【原辅料质量要求】
