

## 附2

# 国家市场监督管理总局 保健食品产品技术要求

国食健注G20120663

### 颐正牌颐正粉

【原料】

【辅料】

【生产工艺】 本品经混合、干燥、粉碎、过筛、分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	棕褐色
滋味、气味	具本品固有滋味、气味，味苦，无异味
性状	粉末状
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, %	≤10.0	GB 5009.3-2010
灰分, %	≤9.0	GB 5009.4-2010
铅(以Pb计), mg/kg	≤0.5	GB 5009.12-2010
砷(以As计), mg/kg	≤0.3	GB/T 5009.11-2003
汞(以Hg计), mg/kg	≤0.3	GB/T 5009.17-2003
六六六, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19-2003
滴滴涕, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19-2003

【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 4789.2-2010
大肠菌群, MPN/100g	≤40	GB/T 4789.3-2003
霉菌, cfu/g	≤25	GB 4789.15-2010
酵母, cfu/g	≤25	GB 4789.15-2010
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 4789.4-2010、GB/T 4789.5-2003、GB 4789.10-2010、GB/T 4789.11-2003

【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
粗多糖(以葡聚糖计), g/100g	≥2.0	1 粗多糖的测定
总三萜(以齐墩果酸计), g/100g	≥1.0	2 总三萜的测定

## 1 粗多糖的测定

1.1 原理: 样品中分子量大于10000的高分子物质在80%乙醇溶液中沉淀, 与水溶液中单糖和低聚糖分离, 用碱性二价铜试剂选择性的从其它高分子物质中沉淀具有葡聚糖结构的水溶性多糖, 用苯酚-硫酸反应, 以碳水化合物形式比色测定其含量, 其颜色强度与水溶性粗多糖中葡聚糖的含量成正比, 以葡聚糖为标准参照物, 并以此计算样品中粗多糖含量。

### 1.2 试剂

除特殊注明外, 本方法所用试剂均为分析纯; 所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

1.2.1 乙醇溶液(80%): 20mL水中加入无水乙醇80mL, 混匀。

1.2.2 氢氧化钠溶液(100g/L): 称取100g氢氧化钠, 加水溶液稀释至1L, 加入固体无水硫酸钠至饱和, 备用。

1.2.3 铜试剂储备液: 称取3.0g  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、30.0g柠檬酸钠, 加水溶解并稀释至1L, 混匀, 备用。

1.2.4 铜试剂溶液: 称取铜试剂储备液50mL, 加水50mL, 混匀后加入固体无水硫酸钠12.5g并使其溶解。临用新配。

1.2.5 洗涤剂: 取水50mL, 加入10mL铜试剂溶液、10mL氢氧化钠, 混匀, 临用新配。

1.2.6 硫酸溶液(10%): 取100mL浓硫酸加入到800mL左右水中, 混匀, 冷却后稀释至1L。

1.2.7 苯酚溶液(50g/L): 称取精制苯酚5.0g, 加水溶解并稀释至100mL, 混匀。溶液置冰箱中可保存1个月。

1.2.8 葡聚糖标准储备液: 精密称取相对分子量 $5 \times 10^4$ 已在硫酸干燥器干燥至恒重的葡聚糖标准品0.5000g, 加水溶解并定容至50mL, 混匀, 置冰箱中保存。此溶液每毫升含葡聚糖10.0mg。

1.2.9 葡聚糖标准使用液: 吸取葡聚糖标准储备液1.00mL, 置于100mL容量瓶中。加水至刻度, 混匀, 置冰箱中保存。此溶液每毫升含葡聚糖0.10mg。

### 1.3 仪器

1.3.1 分光光度计

1.3.2 离心机

1.3.3 旋转混匀器

1.4 标准曲线的绘制: 精密吸取葡聚糖标准液0.00、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL(相当于葡聚糖0.00、0.010、0.020、0.040、0.060、0.080、0.100mg), 分别置于25mL比色管中, 准确补充水至

2.0mL, 加入50g/L苯酚溶液1.0mL, 在旋转混匀器上混匀, 小心加入浓硫酸10.0mL, 于旋转混匀器上小心混匀, 置沸水浴中煮沸2min, 冷却后用分光光度计在485nm波长处, 以试剂空白溶液为参比, 1cm比色皿测定吸光度值。以葡聚糖浓度为横坐标, 吸光度值为纵坐标, 绘制标准曲线。

### 1.5 样品处理

1.5.1 样品提取: 称取混合均匀的固体试样2.0g, 置于100mL容量瓶中, 加水80mL左右, 于水浴上加热2h, 冷却至室温后加水至刻度, 混匀, 过滤, 弃去初滤液, 收集续滤液供沉淀粗多糖。

1.5.2 沉淀粗多糖: 精密取1.5.1项续滤液5.0mL, 置于50mL离心管中, 加入无水乙醇20mL, 混匀5min, 以3000r/min离心5min, 弃去上清液, 残渣用80%的乙醇溶液数毫升洗涤, 离心后弃去上清液, 反复操作3~4次。残渣用水溶解并定容至5.0mL容量瓶中, 混匀, 供沉淀葡聚糖。

1.5.3 沉淀葡聚糖: 精密取1.5.2项终溶液2mL, 置于20mL离心管中, 加入100g/L氢氧化钠溶液2.0mL、铜试剂溶液2.0mL, 置沸水浴中煮沸2min, 冷却后以3000r/min离心5min, 弃去上清液, 残渣用洗涤剂数毫升洗涤, 离心, 弃去上清液, 反复3次操作。残渣用100mL/L硫酸溶液2.0mL溶解并转移定容至50mL容量瓶中, 加水稀释至刻度, 混匀。此溶液为样品测定液。

1.6 样品测定: 精密吸取样品测定液2.0mL, 置于25mL比色管中, 加入50g/L苯酚溶液1.0mL, 在旋转混匀器上混匀后, 小心加入浓硫酸10.0mL后于旋转混匀器上小心混匀, 置沸水浴中煮沸2min, 冷却至室温, 用分光光度计在485nm波长处, 以试剂空白溶液为参比, 1cm比色皿测定吸光度值。从标准曲线上查出葡聚糖含量, 计算样品中粗多糖含量。同时做样品空白试验。

### 1.7 结果计算

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times V_1 \times V_3 \times V_5}{m \times V_2 \times V_4 \times V_6}$$

式中:

X—样品中粗多糖含量(以葡聚糖计), mg/g;

$m_1$ —样品测定液中葡聚糖的质量, mg;

$m_2$ —样品空白液中葡聚糖的质量, mg;

m—样品质量, g;

$V_1$ —样品提取液总体积, mL;

$V_2$ —沉淀粗多糖所用样品提取液体积, mL;

$V_3$ —粗多糖溶液体积, mL;

$V_4$ —沉淀葡聚糖多用粗多糖溶液体积, mL;

$V_5$ —样品测定液总体积, mL;

$V_6$ —测定用样品测定液体积, mL。

## 2 总三萜的测定

2.1 原理: 齐墩果酸与香草醛-高氯酸试剂、香草醛-硫酸试剂发生显色反应呈现紫色。齐墩果酸的浓度与吸光度存在一定的线性关系, 符合朗伯-比尔定律, 因此可以进行比色测定。

### 2.2 仪器

2.2.1 紫外分光光度计

2.2.2 电热恒温水浴锅

2.2.3 电热鼓风干燥箱

2.2.4 离心机

2.2.5 分析天平

### 2.3 试剂

2.3.1 齐墩果酸标准液的制备: 精密称取10mg齐墩果酸, 以无水乙醇为溶剂, 配制成50mL浓度为0.2mg/mL的齐墩果酸乙醇溶液。

2.3.2 香草醛冰醋酸溶液的制备: 精密快速称取香草醛0.552g, 迅速用适量冰醋酸溶解并马上倒入10mL容量瓶, 迅速用冰醋酸稀释至刻度, 以备当日之用。

2.4 标准曲线的绘制: 精密吸取齐墩果酸标准液0.1、0.2、0.4、0.6、0.8mL, 分别置于具塞试管中, 加热挥去溶剂, 再加入0.4mL新制的5%香草醛-冰醋酸液、1.6mL高氯酸, 在70℃恒温水浴中加热15min, 流水冷却至室温, 再加入4mL醋酸乙酯稀释, 摇匀, 在560nm波长处测定。

2.5 样品处理: 取本品2.0g, 第一次加入75%乙醇溶液30mL(1:15, W/V), 在80℃恒温水浴中回流2h, 过滤。第二次加入75%乙醇溶液20mL(1:10, W/V), 在80℃恒温水浴中回流1.5h, 过滤, 收集两次滤液。

准确取上述0.5mL滤液，用3mL无水乙醇稀释，配制成待测样。

2.6 样品测定：准确取2.5项待测样液0.3mL，加热挥去溶液，再加入0.4mL新制的5%香草醛-冰醋酸液、1.6mL高氯酸，在70℃恒温水浴中加热15min，流水冷却至室温，再加入醋酸乙酯稀释，摇匀，在560nm波长处测定。其中试剂空白以蒸馏水为参比液，根据标准曲线计算含量。

**【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】**

---