

Q/KSH

昆明华润圣火药业有限公司企业标准

Q/KSH 0001 S—2022

神火牌天欣软胶囊

云南省食品安全企业标准备案章
备案号: 53000030S-2022
备案日期: 2022年06月21日

云南省
备案
备案日

2022-06-21 发布

2022-06-24 实施

昆明华润圣火药业有限公司 发布

前 言

我公司生产的神火牌天欣软胶囊是以荷叶、三七、茶多酚为原料，添加辅料红花籽油、纯化水、明胶、甘油、二氧化钛、可可壳色，经粉碎、提取（三七，6倍量70%乙醇78±2℃提取3次，每次2h；荷叶，10倍水78±2℃提取2次，每次2h）、浓缩、喷雾干燥（进口温度260~275℃，出口温度70~90℃）、混合、均质、压丸、包装等主要工艺加工制成的具有辅助降血脂功能的保健食品（批准文号：国食健注G20080026）。根据《中华人民共和国标准化法》和《中华人民共和国食品安全法》的规定，特制定本标准，作为企业组织生产、检验、贸易、和仲裁的依据。

本标准的安全性指标按照GB 16740-2014《食品安全国家标准 保健食品》制定，其中铅的指标限量严于食品安全国家标准，其余指标根据产品实际制定。

本标准附录A、B、C、D为规范性附录。

本标准由昆明华润圣火药业有限公司提出、起草并解释。

本标准主要起草人：兰玉萍、田绍琼。

神火牌天欣软胶囊

1 范围

本标准规定了神火牌天欣软胶囊的技术要求、检验规则、标志、包装、运输和贮存等。

本标准适用于以荷叶、三七、茶多酚为原料，添加辅料红花籽油、纯化水、明胶、甘油、二氧化钛、可可壳色，经粉碎、提取（三七，6倍量70%乙醇78±2℃提取3次，每次2h；荷叶，10倍水78±2℃提取2次，每次2h）、浓缩、喷雾干燥（进口温度260~275℃，出口温度70~90℃）、混合、均质、压丸、包装制成的具有辅助降血脂功能的神火牌天欣软胶囊。

2 规范性引用文件

本标准所列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

3 技术要求

3.1 原辅料要求

- 3.1.1 荷叶：应符合附录 A 的规定。
- 3.1.2 三七：应符合附录 B 的规定。
- 3.1.3 茶多酚：应符合 GB 1886.211 的规定。
- 3.1.4 红花籽油：应符合 GB/T 22465 的规定。
- 3.1.5 明胶：应符合 GB 6783 的规定。
- 3.1.6 二氧化钛：应符合 GB 1886.341 的规定。
- 3.1.7 可可壳色：应符合 GB 1886.30 的规定。
- 3.1.8 甘油：应符合附录 C 的规定。
- 3.1.9 纯化水：应符合附录 D 的规定。
- 3.1.10 其他原辅料：应符合相应的食品标准和有关规定，不得使用非食品原料和辅料。

3.2 感官要求

应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项 目	指 标	检验方法
色 泽	外观呈棕色，内容物呈棕黄色	取本品内容物适量，置于洁净的白瓷盘中，在自然光下，目视、鼻嗅、口尝。
滋味及气味	具中药特有滋味，无异味	
性 状	软胶囊，完整光洁，无粘结、变形；内容物为油状物	
杂 质	无肉眼可见外来杂质	

3.3 标志性成分指标

应符合表 2 的规定。

表 2 标志性成分指标

项 目	指 标	检验方法
总皂苷（以人参皂苷 Re 计），g/100g	≥ 5.00	按《保健食品及其原料安全性毒理学检验与评价技术指导原则》（2020 年版）中“保健食品中总皂苷的测定”规定的方法执行
总黄酮（以芦丁计），g/100g	≥ 0.20	按《保健食品及其原料安全性毒理学检验与评价技术指导原则》（2020 年版）中“保健食品中总黄酮的测定”规定的方法执行
茶多酚，g/100g	≥ 20.0	按 GB 1886.211 规定的方法执行

3.4 理化指标

应符合表 3 的规定。

表 3 理化指标

项 目	指 标	检验方法
灰分，g/100g	≤ 5.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤ 60	《中华人民共和国药典》
酸价（KOH），mg/g	≤ 5.0	GB 5009.229
过氧化值，meq/kg	≤ 10.0	GB 5009.227
铅（以 Pb 计），mg/kg	≤ 1.5	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
六六六，mg/kg	≤ 0.1	GB 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤ 0.1	GB 5009.19
黄曲霉毒素 B ₁ ，μg/kg	≤ 10.0	GB 5009.22

3.5 微生物指标

应符合 GB 16740 的规定。

3.6 净含量

0.6g/粒，应符合《定量包装商品计量监督管理办法》的规定，并按 JJF 1070 规定方法测定。

3.7 食品添加剂

3.7.1 食品添加剂质量应符合相应的食品安全标准和有关规定。

3.7.2 食品添加剂的使用应符合 GB 2760 的规定。

3.8 生产加工过程的卫生要求

应符合 GB 17405 的规定。

4 检验规则

4.1 组批

以同一品种原料、同一期间投料、同一工艺生产的同一规格产品为一批。

4.2 抽样

从同一批次保质期内的产品中随机抽取样品，抽样基数不得小于10kg，随机抽取200g（不少于30个最小包装），分成两份，一份检验，另一份留样备查。

4.3 出厂检验

每批产品必须经生产质检部门对所抽取样品按本标准进行检验，检验合格并签发合格证后方可出厂。出厂检验项目按相关规定和要求执行。

4.4 型式检验

型式检验每半年检验一次，检验项目为本标准规定的全部项目。有下列情况之一时，亦应进行检验：

- a) 新产品试制或原料、生产工艺、生产设备有重大改变时；
- b) 停产半年以上恢复生产时；
- c) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- d) 国家食品安全监管部门提出型式检验要求时。

4.5 判定规则

检验结果中全部检验项目合格，判定该产品为合格产品；若有任意一项不符合本标准要求的，可以用留样进行复检，以复检结果为准。

5 标志、包装、运输、贮存

5.1 标志

5.1.1 产品销售包装、标签、标识应符合 GB 7718 和 GB 16740 的规定，并标注保健功能、适宜人群和不适宜人群、食用量及食用方法。

5.1.2 保健功能：具有辅助降血脂的保健功能。

5.1.3 适宜人群：血脂偏高者。

5.1.4 不适宜人群：少年儿童、孕妇、乳母。

5.1.5 食用量及食用方法：每日3次，每次1粒，口服。

5.1.6 外包装储运图示的标志应符合 GB/T 191 的规定。

5.2 包装

包装材料和容器应符合相应的食品安全标准及有关规定，封口严密，包装牢固。

5.3 运输

运输过程中，应防尘，防止高温曝晒、防雨淋，保持清洁卫生，不得与其它有毒，有害、易污染的物品混装混运，装运时轻拿轻放、轻装、轻卸，防止重压。

5.4 贮存

贮存产品的场所应清洁、干燥、通风，严防受热，并有防鼠、防蝇、防虫、防尘设施，堆放应离地、离墙20cm以上，不得与有毒、有害、有异味、易挥发、易腐蚀的物品或其它杂物混存，防止曝晒雨淋。

附录 A (规范性附录)

荷叶的质量标准

荷叶

Heye

NELUMBINIS FOLIUM

本品为睡莲科植物莲 *Nelumbo nucifera* Gaertn. 的干燥叶。夏、秋二季采收，晒至七八成干时，除去叶柄，折成半圆形或折扇形，干燥。

【性状】本品呈半圆形或折扇形，展开后呈类圆形，全缘或稍呈波状，直径20~50cm。上表面深绿色或黄绿色，较粗糙；下表面淡灰棕色，较光滑，有粗脉21~22条，自中心向四周射出；中心有突起的叶柄残基。质脆，易破碎。稍有清香气，味微苦。

【鉴别】(1) 本品粉末灰绿色。上表皮细胞表面观多角形，外壁乳头状或短绒毛状突起，呈双圆圈状；断面观长方形，外壁呈乳头状突起；气孔不定式，副卫细胞5~8个。下表皮细胞表面观垂周壁略波状弯曲，有时可见连珠状增厚。草酸钙簇晶多见，直径约至40 μ m。

(2) 取本品粉末1g，加浓氨试液1ml润湿，加二氯甲烷40ml，超声处理30分钟，滤过，滤液回收溶剂至干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取荷叶对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取荷叶碱对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。吸取上述供试品溶液和对照品药材溶液各15 μ l，对照品溶液5 μ l，分别点于同一硅胶G薄层板上，以二氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水(3:4:2:1)的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以碘化铯钾试液，置日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】水分：不得过15.0%；总灰分：不得过12.0%。

水分测定法：取本品粗粉2.0g，精密称定，开启瓶盖在100~105 $^{\circ}$ C干燥5小时，将瓶盖盖好。移置干燥器中，放冷30分钟，精密称定，再在上述温度干燥1小时，放冷，称重，至连续两次称重的差异不超过5mg为止。根据减失的重量，计算供试品中含水量(%)。

总灰分测定法：取本品粉末(过二号筛)约2.0g，精密称定，置炽灼至恒重的坩埚中，称定重量(准确至0.01g)，缓缓炽热，注意避免燃烧，至完全碳化时，逐渐升高温度至500~600 $^{\circ}$ C，使完全灰化并至恒重。根据残渣重量，计算供试品中总灰分的含量(%)。

【浸出物】以干燥品计算供试品中醇溶性浸出物的含量(%)，不得少于10.0%。

醇溶性浸出物测定法：本品粉末(过二号筛)约2.0g，精密称定，置100~250ml的锥形瓶中，精密加入50~100ml 70%乙醇，密塞，称定重量，静置1小时后，连接回流冷凝管，加热至沸腾，并保持微沸1小时。放冷后，取下锥形瓶，密塞，再称定重量，用水补足减失的重量，摇匀，用干燥滤器滤过，精密量取滤液25ml，置已干燥至恒重的蒸发皿中，在水浴上蒸干后，于105 $^{\circ}$ C干燥3小时，置干燥器中冷却30分钟，迅速精密称定重量，计算。

【含量测定】

色谱柱：以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂。

流动相：乙腈-水-三乙胺-冰醋酸=27:70.6:1.6:0.78；检测波长为270nm；理论板数：按荷叶碱峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备：取荷叶碱对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含16 μ g的溶液，即得。

供试品溶液的制备：取本品粗粉约0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇50ml，称定重量，加热回流2.5小时，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置10ml两瓶中加水至刻度，摇匀，即得。

测定：分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各20 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含荷叶碱（C₁₉H₂₁O₂）不得少于0.10%。

结果计算：

$$\text{含量} = \frac{A_x \times C_R \times V}{A_R \times W \times 1000} \times 100\%$$

式中：A_x—样品指标成分峰面积；A_R—对照品指标成分峰面积；C_R—对照品浓度，mg/ml；V—稀释体积，ml；W—样品重量，g；1000—换算系数。

附 录 B
(规范性附录)
三七的质量标准

三七

Sanqi

NOTOGINSENG RADIX ET RHIZOMA

本品为五加科植物三七Panax notoginseng (Burk.) F. H. Chen的干燥根和根茎。秋季花开前采挖，洗净分开主根、支根及根茎，干燥。支根习称“剪口”。

【性状】主根呈类圆锥形或圆柱形，长1~6cm，直径1~4cm。表面呈灰褐色或灰黄色，有断续的纵皱纹和支根痕。顶端有茎痕，周围有瘤状突起。体重，质坚实，断面灰绿色、黄绿色或灰白色，木部微呈放射状排列。气味，味苦回甘。

筋条呈圆柱形或圆锥形，长2~6cm，上端直径约0.8cm，下端直径约0.3cm。

剪口呈不规则的皱缩块状或条状，表面有数个明显的茎痕及环纹，断面中心灰绿色或白色，边缘深绿色或灰色。

【鉴别】(1) 本品粉末灰黄色。淀粉粒甚多，单粒圆形、半圆形或圆多角形，直径4~30 μ m；复粒有2~10余分粒组成。树脂道碎片含黄色分泌物。梯纹导管、网纹导管及螺纹导管直径15~55 μ m。草酸钙簇晶少见，直径约50~80 μ m。

(2) 取本品粉末0.5g，加水5滴，搅匀，再加以水饱和的正丁醇5ml，密塞，振摇10分钟，放置2小时，离心，取上清液，加3倍量以正丁醇饱和的水，摇匀，放置使分层（必要时离心），取正丁醇层，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取人参皂苷Rb1对照品、人参皂苷Re对照品、人参皂苷Rg1对照品及三七皂苷R1对照品，加甲醇制成每1ml各含0.5mg的混合溶液，作为对照品溶液。吸取上述两种溶液各1 μ l，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10) 10 $^{\circ}$ C以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以硫酸溶液(1 \rightarrow 10)，在105 $^{\circ}$ C加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点；置紫外灯光(365nm)下检视，显相同的荧光斑点。

【检查】水分：不得过14.0%；总灰分：不得过6.0%；酸不溶性灰分：不得过3.0%；重金属及有害元素(铅、镉、砷、汞、铜测定法)：铅不得过5mg/kg；镉不得过1mg/kg；砷不得过2mg/kg；汞不得过0.2mg/kg；铜不得过20mg/kg。

水分测定法：取本品粉末(过一号筛)2.0g，精密称定，开启瓶盖在100~105 $^{\circ}$ C干燥5小时，将瓶盖盖好。移置干燥器中，放冷30分钟，精密称定，再在上述温度干燥1小时，放冷，称重，至连续两次称重的差异不超过5mg为止。根据减失的重量，计算供试品中含水量(%)。

总灰分测定法：本品粉末(过二号筛)约3.0g，精密称定，置炽灼至恒重的坩埚中，称定重量(准确至0.01g)，缓缓炽热，注意避免燃烧，至完全碳化时，逐渐升高温度至500~600 $^{\circ}$ C，使完全灰化并至恒重。根据残渣重量，计算供试品中总灰分的含量(%)。

酸不溶性灰分测定法：取上述所得灰分，在坩埚中小心加入稀盐酸约10ml，用表面皿覆盖坩埚，置水浴上加热10分钟，表面皿用热水5ml冲洗，洗液并入坩埚中，用无灰滤纸滤过，坩埚内的残渣用水洗于滤纸上，并洗涤至洗液不显氯化物为止。滤渣连同滤纸移置同一坩埚中，干燥，炽灼至恒重。根据残渣重量，计算供试品中酸不溶性灰分的含量(%)。

铅的测定

测定条件: 波长283.3nm, 干燥温度110℃, 持续20秒; 灰化温度700℃, 持续20秒; 原子化温度2100℃, 持续4秒, 狭缝0.4nm, D2灯背景校正。

铅标准贮备液的制备: 精密量取铅单元标准溶液适量, 用2%硝酸溶液稀释, 制成每1ml含铅(Pb) 1μg的溶液, 即得(0~5℃贮存)。

标准曲线的制备: 分别精密量取铅标准贮备液适量, 用2%硝酸溶液稀释, 制成每1ml分别含铅0ng、5ng、20ng、40ng、60ng、80ng的溶液。分别精密量取1ml, 精密加入含1%磷酸二氢铵和0.2%硝酸镁的溶液0.5ml, 混匀, 精密吸取20μl, 注入石墨炉原子化器, 测定吸光度, 以吸光度为纵坐标, 浓度为横坐标, 绘制标准曲线。

供试品溶液的制备: 取供试品粗粉0.5g, 精密称定, 置聚四氟乙烯消解罐内, 加硝酸3~5ml, 混匀, 浸泡过夜, 盖好内盖, 旋紧外套, 置适宜的微波消解炉内, 进行消解。消解完全后, 取消解罐置电热板上缓缓加热至红棕色蒸气挥尽, 并继续缓缓浓缩至2~3ml, 放冷, 用水转入25ml量瓶中, 并稀释至刻度, 摇匀, 即得。同法同时制备试剂空白溶液。

测定法: 精密量取空白溶液与供试品溶液各1ml, 精密加含1%磷酸二氢铵和0.2%硝酸镁的溶液0.5ml, 混匀, 精密吸取10~20μL, 照标准曲线的制备项下方法测定吸光度, 从标准曲线上读出供试品溶液中的铅(Pb)的含量, 计算, 即得。

镉的测定

测定条件: 波长228.8nm, 干燥温度105℃, 持续20秒; 灰化温度300℃, 持续20秒; 原子化温度1900℃, 持续5秒, 狭缝宽度0.4nm, D2灯背景校正。

镉标准贮备液的制备: 精密量取镉单元标准溶液适量, 用2%硝酸溶液稀释, 制成每1ml含镉(Cd) 1μg的溶液, 即得(0~5℃贮存)。

标准曲线的制备: 分别精密量取镉标准贮备液适量, 用2%硝酸溶液制成每1ml分别含镉0ng、0.8ng、2.0ng、4.0ng、6.0ng、8.0ng的溶液。分别精密吸取10μL, 注入石墨炉原子化器, 测定吸光度, 以吸光度为纵坐标, 浓度为横坐标, 绘制标准曲线。

供试品溶液的制备: 取供试品粗粉0.5g, 精密称定, 置聚四氟乙烯消解罐内, 加硝酸 3~5ml, 混匀, 浸泡过夜, 盖好内盖, 旋紧外套, 置Anton Paar Multiwave3000微波消解仪内, 进行消解。消解这些工作实际是完善了, 是保护你们的权利这些工作实际是完善了, 是保护你们的权利容量瓶中, 并稀释至刻度, 摇匀, 即得。同法同时制备试剂空白溶液。

测定法: 精密量取空白溶液、标准溶液和供试品溶液各1ml, 精密加含1%磷酸二氢铵和0.2%硝酸镁的溶液0.5ml, 混匀, 精密吸取10~20μL, 照标准曲线的制备项下方法测定吸光度, 从标准曲线上读出供试品溶液中的镉(Cd)的含量, 计算, 即得。

砷的测定

测定条件: 负高压: 290V; 原子化器高度8mm; 灯电流: 50mA; 载气流量300ml/min; 屏蔽气900 ml/min。

砷标准贮备液的制备: 精密量取1ml砷单元标准溶液于100 ml容量瓶中, 用5%盐酸溶液稀释定容至刻度, 制成10μg/mL的砷标准贮备溶液(0~5℃贮存)。

精密量取1mL的上述砷标准贮备溶液于100mL容量瓶中, 用5%盐酸溶液稀释定容至刻度, 制成0.1μg/mL的砷标准溶液。

标准曲线的制备: 分别精密量取0mL、1mL、2mL、4mL、8mL、10mL的砷标准溶液(0.1μg/mL)于100mL容量瓶中, 再各瓶加入20mL 5%抗坏血酸-硫脲溶液, 用5%盐酸溶液稀释定容至刻度, 分别配成0ng/mL、1ng/mL、2ng/mL、4ng/mL、8ng/mL、10ng/mL的标准溶液。室温下放置30min后测定荧光强度, 以荧光强度为纵坐标, 浓度为横坐标, 绘制标准曲线。

供试品溶液的制备: 取供试品粗粉0.5g, 精密称定, 置聚四氟乙烯消解罐内, 加硝酸 3~5ml, 混匀, 浸泡过夜, 盖好内盖, 旋紧外套, 置Anton Paar Multiwave3000微波消解仪内, 进行消解。消解完全后, 取消解内罐置电热板上缓缓加热至红棕色蒸气挥尽, 并继续缓缓浓缩至2~3mL, 用水转移至25mL

容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，精密量取上述溶液4mL加入1mL 5%抗坏血酸-硫脲溶液，摇匀，即得。同法同时制备试剂空白溶液。

测定法：精密量取空白溶液与供试品溶液适量，照标准曲线的制备项下方法测定，从标准曲线上读出供试品溶液中砷（As）的含量，计算，即得。

汞的测定

测定条件：负高压：280V；原子化器高度10mm；灯电流：25 mA；载气流量300mL/min；屏蔽气900 mL/min。

汞标准贮备液的制备：精密量取汞单元素标准溶液1mL于100mL容量瓶中，加入0.05g重铬酸钾（K₂Cr₂O₇），用5%盐酸溶液稀释定容至刻度，制成10μg/mL的汞标准储备溶液（0~5℃贮存）。

精密量取1mL汞标准贮备溶液于100mL容量瓶中，用5%盐酸溶液稀释定容至刻度，制成0.1μg/mL的汞标准溶液。

标准曲线的制备：分别精密量取0mL、0.4mL、0.8mL、1.2mL、1.6mL、2mL的汞标准溶液（0.1μg/mL）于100mL容量瓶中，用5%盐酸溶液稀释定容至刻度，分别配成0ng/mL、0.4ng/mL、0.8ng/mL、1.2ng/mL、1.6ng/mL、2ng/mL的标准溶液。测定荧光强度，以荧光强度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

供试品溶液的制备：取供试品粗粉0.5g，精密称定，置聚四氟乙烯消解罐内，加硝酸3~5mL，混匀，浸泡过夜，盖好内盖，旋紧外套，置Anton Paar Multiwave3000微波消解仪内，进行消解。消解完全后，取消解内罐置电热板上缓缓加热至红棕色蒸气挥尽，并继续缓缓浓缩至2~3mL，用水转移至25mL容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，即得。同法同时制备试剂空白溶液。

测定法：精密量取空白溶液与供试品溶液适量，照标准曲线的制备项下方法测定，从标准曲线上读出供试品溶液中汞（Hg）的含量，计算，即得。

铜的测定

测定条件：波长324.7nm，燃烧头高度6.0mm，采用空气—乙炔火焰，乙炔流量0.9L/min，狭缝宽度0.4nm，D2灯背景校正。

铜标准贮备液的制备：精密量取铜单元素标准溶液适量，用2%硝酸溶液稀释，制成每1mL含铜（Cu）10μg的溶液，即得（0~5℃贮存）。

标准曲线的制备：分别精密量取铜标准贮备液适量，用2%硝酸溶液制成每1mL分别含铜0μg、0.05μg、0.2μg、0.4μg、0.6μg、0.8μg的溶液。依次喷入火焰，测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

供试品溶液的制备：取供试品粗粉0.5g，精密称定，置聚四氟乙烯消解罐内，加硝酸3~5mL，混匀，浸泡过夜，盖好内盖，旋紧外套，置Anton Paar Multiwave3000微波消解仪内，进行消解。消解完全后，取消解内罐置电热板上缓缓加热至红棕色蒸气挥尽，并继续缓缓浓缩至2~3mL，放冷，用水转移至25mL容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，即得。同法同时制备试剂空白溶液。

测定法：精密吸取空白溶液与供试品溶液适量，照标准曲线的制备项下方法测定，从标准曲线上读出供试品溶液中的铜（Cu）的含量，计算，即得。

【浸出物】以干燥品计算供试品中醇溶性浸出物的含量（%），不得少于16.0%。

醇溶性浸出物测定法：取本品粉末（过二号筛）约2.0g，精密称定，置100~250mL的锥形瓶中，精密加入50~100mL甲醇，密塞，称定重量，静置1小时后，连接回流冷凝管，加热至沸腾，并保持微沸1小时。放冷后，取下锥形瓶，密塞，再称定重量，用水补足减失的重量，摇匀，用干燥滤器滤过，精密量取滤液25mL，置于干燥至恒重的蒸发皿中，在水浴上蒸干后，于105℃干燥3小时，置干燥器中冷却30分钟，迅速精密称定重量，计算。

【含量测定】

色谱柱：以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂。

流动相A：乙腈；流动相B：水。按下表中规定进行梯度洗脱。

检测波长为203nm。

理论板数：按三七皂苷R₁计算应不低于4000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~12	19	81
12~60	19→36	81→64

对照品溶液的制备：精密称定人参皂苷R_{G₁}对照品、人参皂苷R_{b₁}对照品及三七皂苷R₁对照品适量，加甲醇制成每1ml含人参皂苷R_{G₁} 0.4mg、人参皂苷R_{b₁} 0.4mg、三七皂苷R₁ 0.1mg的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备：取本品粉末（过四号筛）约0.6g，精密称定，精密加入甲醇50ml，称定重量，放置过夜，置80℃水浴上保持微沸2小时，放冷，再称定重量，用甲醇补足缺失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定：分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含人参皂苷R_{G₁}（C₄₂H₇₂O₁₄）0.4mg、人参皂苷R_{b₁}（C₅₄H₉₂O₂₃）0.4mg及三七皂苷R₁（C₄₇H₈₀O₁₈）0.1mg的总量不得少于5.0%。

结果计算：

$$\text{含量} = \frac{A_x \times C_R \times V}{A_R \times W \times 1000} \times 100\%$$

式中：A_x—样品指标成分峰面积；

A_R—对照品指标成分峰面积；

C_R—对照品浓度，mg/ml；

V—稀释体积，ml；

W—样品重量，g；

1000—换算系数。

附 录 C
(规范性附录)
纯化水的质量标准

纯化水
Chunhuashui
Purified Water

本品为饮用水经蒸馏法、离子交换法、反渗透法或其他适宜的方法制得的水，不含任何添加剂。

【性状】本品为无色的澄清液体；无臭。

【检查】

酸碱度：取本品10mL，加甲基红指示液2滴，不得显红色；另取10mL，加溴麝香草酚蓝指示液5滴，不得显蓝色。

硝酸盐：取本品5mL置试管中，于冰浴中冷却，加10%氯化钾溶液0.4mL与0.1%二苯胺硫酸溶液0.1mL，摇匀，缓缓滴加硫酸5mL，摇匀，将试管于50℃水浴中放置15分钟，溶液产生的蓝色与标准硝酸盐溶液[取硝酸钾0.163g，加水溶解并稀释至100mL，摇匀，精密量取1mL，加水稀释成100mL，再精密量取10mL，加水稀释成100mL，摇匀，即得（每1mL相当于1μgNO₃）]0.3mL，加无硝酸盐的水4.7mL，用同一方法处理后的颜色比较，不得更深（0.000006%）。

亚硝酸盐：取本品10mL，置纳氏管中，加对氨基苯磺酰胺的稀盐酸溶液(1→100)1mL与盐酸萘乙二胺溶液(0.1→100)1mL，产生的粉红色，与标准亚硝酸盐溶液[取亚硝酸钠0.750g(按干燥品计算)，加水溶解，稀释至100mL，摇匀，精密量取1mL，加水稀释成100mL，摇匀，再精密量取1mL，加水稀释成50mL，摇匀，即得(每1mL相当于1μgNO₂)]0.2mL，加无亚硝酸盐的水9.8mL，用同一方法处理后的颜色比较，不得更深（0.000002%）。

氨：取本品50mL，加碱性碘化汞钾试液2mL，放置15分钟；如显色，与氯化铵溶液（取氯化铵31.5mg，加无氨水适量使溶解并稀释成1000mL）1.5mL，加无氨水48mL与碱性碘化汞钾试液2mL制成的对照液比较，不得更深（0.00003%）。

电导率

仪器和操作参数：测定水的电导率必须使用精密的并经校正的电导率仪，根据仪器设计功能和使用程度，应对电导率仪定期进行校正，电导池常数必须在仪器规定数值的±2%范围内。仪器的最小分辨率应达到0.1μS·cm⁻¹，仪器精度应达到±0.1μS·cm⁻¹。采用非温度补偿模式，温度测量的精度应在±2℃内。

测定法：取本品，测定，按下表进行判定，测定温度对应的电导率值为为限度值。如温度未在下表中列出，则应采用线性内插法计算得到限度值。如测定的电导率值不大于限度值，则判为符合规定；如测定的电导率值大于限度值，则判为不符合规定。

温度和电导率的限度（纯化水）

温度/℃	电导率/μS·cm ⁻¹	温度/℃	电导率/μS·cm ⁻¹
0	2.4	60	8.1
10	3.6	70	9.1
20	4.3	75	9.7
25	5.1	80	9.7

30	5.4	90	9.7
40	6.5	100	10.2
50	7.1		

内插法的计算公式为：

$$k = \frac{T - T_0}{T_1 - T_0} \times (k_1 - k_0) + k_0$$

式中：

k为测定温度下的电导率限度值；K₁为上表中高于测定温度的最接近温度对应的电导率限度值；K₀为上表中低于测定温度的最接近温度对应的电导率限度值；T为测定温度；T₁为上表中高于测定温度的最接近温度；T₀为上表中低于测定温度的最接近温度。

易氧化物：取本品100mL，加稀硫酸10mL，煮沸后，加高锰酸钾滴定液（0.02mol/L）0.10mL，再煮沸10分钟，粉红色不得完全消失。

不挥发物：遗留残渣不得过1mg。

取本品100mL，置105℃恒重的蒸发皿中，在水浴上蒸干，并在105℃干燥至恒重，计算，即得。

重金属：取本品100mL，加水19mL，蒸发至20mL，放冷，加醋酸盐缓冲液（PH3.5）2mL与水适量使成25mL，加硫代乙酰胺试液2mL，摇匀，放置2分钟，与标准铅溶液1.0mL，加水19mL，用同一方法处理后的颜色比较，不得更深（0.00001%）。

微生物限度

平板的制备：将熔化并冷却于45℃水浴中的R2A琼脂培养基用75%酒精棉球擦拭消毒后，摇匀后注入平皿，每个平皿约15~20mL，将平皿置操作台上待培养基凝固后，翻转平皿备用。

量取10mL充分混匀的水样，以无菌操作加入安装好的薄膜过滤器内，过滤。并用pH7.0的无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液冲洗滤膜，每张滤膜每次冲洗量为100mL，共冲洗1次。过滤后，取出滤膜，菌面朝上贴于R2A琼脂平板上，置30℃~35℃生化培养箱中倒置培养。共制备2张滤膜。

阴性对照的制备：吸取pH7.0氯化钠-蛋白胨缓冲液同法操作。

计数：需氧菌培养3~5天。观察菌落生长情况，点计平板上生长的所有菌落数，计数按比例折算为1mL纯化水中的微生物数量后报告。

菌数报告规则：每张滤膜上的菌落数应不超过100cfu,以相当于1g、1ml或10cm²供试品的菌落数报告菌数；若滤膜上无菌落生长，以<1报告菌数（每张滤膜过滤1g、1ml或10cm²供试品），或<1乘以最低稀释剂倍数的值报告菌落数”。

附录 D
(规范性附录)
甘油的质量标准

甘油
Ganyou
Glyeerol

本品为1, 2, 3-丙三醇。按无水物计算, 含 $C_3H_8O_3$ 不得少于98. 0%。

【性状】本品为无色、澄清的黏稠液体。

本品与水或乙醇能任意混溶, 在丙酮中微溶, 在三氯甲烷或乙醚中均不溶。

相对密度: 本品相对密度为1. 258~1. 268。

取洁净、干燥并精密称定重量的比重瓶, 装满供试品后(温度应低于25℃)后, 插入中心有毛细孔的瓶塞, 用滤纸将从塞孔溢出的液体擦干, 置25℃的水浴中放置若干分钟, 随着供试液温度的上升, 过多的液体将不断从塞孔溢出, 随时用滤纸将瓶塞顶端擦干, 待液体不再由塞孔溢出, 迅速将比重瓶自水浴中取出, 用滤纸将比重瓶的外面擦干, 精密称定, 减去比重瓶的重量, 求得供试品的重量后, 将供试品倾去, 洗净比重瓶, 装满新沸过的冷水, 再照上法测得同一温度时水的重量, 按下式计算, 即得。

折光率: 本品相折光率应为1. 470~1. 475。

测定温度为20℃±0. 5℃, 测定时先将仪器置于有充足光线的平台上, 但不可受日光直射, 并装上温度计, 置20℃恒温室中至少1h, 或连接20℃恒温水浴至少0. 5h, 以保持稳定温度, 然后使折射棱镜上透光处朝向光源, 将镜筒拉向观察者, 使成一适当倾斜度, 对准反射镜, 使视野内光线最明亮为止。用20℃的水将阿培折光仪进行校正(20℃水的折光率为1. 3330)。将上下折射棱镜拉开, 用玻棒或吸管蘸取供试品约1~2滴, 滴于下棱镜面上, 然后将上下棱镜关合并拉紧扳手。转动刻度尺调节钮, 使读数在供试品折光率附近, 旋转补偿按钮, 使视野内虹彩消失, 并有清晰的明暗分界线。再转动刻度尺调节钮, 使视野的明暗分界线恰位于视野内十字交叉处, 记下刻度尺上的读数。测量再重复读数2次, 用三次读数取平均值即得。

【鉴别】本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集1268图)一致。

【检查】

酸碱度: 取本品25. 0g, 加水稀释成50mL, 混匀, 加酚酞指示液0. 5mL, 溶液应无色, 加0. 1mol/L氢氧化钠溶液0. 2mL, 溶液应显粉红色。

颜色: 取本品50mL, 置50mL纳氏比色管中, 即得供试液。与对照液(取比色用重铬酸钾液0. 2mL, 加水稀释至50mL制成), 比较, 供试液不得更深。

氯化物: 取本品5. 0g, 加水溶解使成25mL(溶液如显碱性, 可滴加硝酸使成中性), 再加稀硝酸10mL, 溶液如不澄清, 应滤过; 置50mL纳氏比色管中, 加水使成约40mL, 摇匀, 即得供试溶液。另取标准氯化钠溶液5. 0mL, 置50mL纳氏比色管中, 加稀硝酸10mL, 加水使成40mL, 摇匀, 即得对照溶液, 于供试品液与对照品液中, 分别加入硝酸银试液1. 0mL, 用水稀释成50mL, 摇匀, 在暗处放置5分钟, 同置黑色背景上, 从比色管上方向下观察, 供试液与对照液比较, 不得更浓(0. 001%)。

硫酸盐: 取本品10. 0g, 加水溶解使成约40mL(溶液如显碱性, 可滴加盐酸使成中性); 溶液如不澄清, 应滤过; 置50mL纳氏比色管中, 加稀盐酸2mL, 摇匀, 即得供试溶液, 另取标准硫酸钾溶液2. 0mL, 置50mL纳氏比色管中, 加水使成约40mL, 加稀盐酸2mL, 摇匀, 即得对照溶液。于供试溶液与对照溶液中, 分别加入25%氯化钡溶液5mL, 用水稀释至50mL, 充分振摇, 放置10分钟, 同置黑色背景上, 从比色管上方向下观察, 供试液与对照液比较, 不得更浓(0. 002%)。

醛与还原性物质：取本品约1.0g，置50mL量瓶中，加水25mL溶解，加入新配制的10%盐酸甲基苯并噻唑酮腈溶液(用0.02mol/L的氢氧化钠溶液调节pH值至4.0. 临用新制)2mL静置30分钟，加新配制的0.5%三氯化铁溶液5mL，摇匀，静置5分钟，加甲醇稀释至刻度，摇匀。用紫外-可见分光光度计，在655nm的波长处测定吸光度，供试品溶液的吸光度不得大于对照品溶液[每1mL含甲醛(CH₂O) 5.0 μg]2.0mL同法处理后的吸光度。

糖：取本品5.0g，加水5mL，混匀，加稀硫酸1mL，置水浴上加热5分钟，加不含碳酸盐的2mol/L氢氧化钠溶液(取氢氧化钠适量，加水振摇使溶解成饱和溶液，冷却后，置聚乙烯塑料瓶中，密闭静置数日后，取上清液5.6mL，加新沸放冷的水使成50mL，摇匀，即得)3mL，滴加硫酸铜试液1mL，混匀，应为蓝色澄清溶液，继续在水浴上加热5分钟，溶液应仍为蓝色，无沉淀产生。

脂肪酸与脂类：取本品40.0g，加新沸过的冷水40mL，再精密加氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)10mL，摇匀后，煮沸5分钟，放冷，加酚酞指示液数滴，用盐酸滴定液(0.1mol/L)滴定至红色消失，并将滴定的结果用空白试验校正。消耗的氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)体积不得过4.0mL。

易炭化物：取本品4.0g，置25mL具塞比色管中，在振摇下逐滴加入硫酸5mL，此时温度不得超过20℃，静置1小时后，如显色，与对照液(取比色用氯化钴溶液0.2mL，比色用重铬酸钾液1.6mL与水8.2mL制成)比较，不得更深。

氯化物：取本品5.0g，加水10mL和2mol/L氢氧化钠溶液1mL，混匀，加镍铝合金50mg，置水浴上加热10分钟，冷却至室温后，滤过，用水20mL分次洗涤容器和滤渣，将滤液和洗液收集至50mL纳氏比色管中，加硝酸0.5mL，混匀，再加入硝酸银试液0.5mL，加水至刻度，摇匀。与标准氯化钠溶液15mL制成的对照液比较，不得更深(0.003%)。

有关物质：取本品约10g，精密称定，置25mL量瓶中，精密加入内标溶液(每1mL中含0.5mg正己醇的甲醇溶液)5mL，用甲醇溶解并稀释至刻度，作为供试品溶液。取二甘醇、乙二醇与1,2-丙二醇适量，精密称定，用甲醇溶解并稀释制成每1mL中含二甘醇、乙二醇与1,2-丙二醇各0.5mg的溶液，精密量取5mL，置25mL量瓶中，精密加入内标溶液5mL，用甲醇稀释至刻度，作为对照品溶液。另取二甘醇、乙二醇、1,2-丙二醇、正己醇与甘油适量，精密称定，用甲醇溶解并稀释制成每1mL中含甘油400mg，二甘醇、乙二醇、1,2-丙二醇与正己醇各0.1mg的溶液，作为系统适用性溶液。气相色谱法，用6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱，程序升温，起始温度为100℃，维持4分钟，以每分钟50℃的速率升温至120℃，维持10分钟，再以每分钟50℃的速率升温至220℃，维持20分钟；进样口温度为200℃，检测器温度为250℃，色谱图记录时间至少为主峰保留时间的两倍。取系统适用性试验溶液1 μL，注入气相色谱仪，记录色谱图，各组分色谱峰的分度应符合要求。取对照品溶液重复进样，二甘醇、乙二醇和1,2-丙二醇峰面积与内标峰面积比值的相对标准偏差均不得大于5%。精密量取供试品溶液和对照品溶液各1 μL，注入气相色谱仪，记录色谱图，按内标法以峰面积计算，供试品中含二甘醇、乙二醇均不得过0.025%；含1,2-丙二醇不得过0.1%；如有其他杂质峰，扣除内标峰按面积归一化法计算，单个未知杂质不得过0.1%；杂质总量(包含二甘醇、乙二醇和1,2-丙二醇)不得过1.0%。

$$\text{校正因子}(f) = \frac{A_x/C_x}{A_R/C_R}$$

式中：

A_s 为内标物质的峰面积或峰高； A_R 为对照品的峰面积或峰高； C_s 为内标物质的浓度； C_R 为对照品的浓度。

$$\text{含量}(C_x) = f \times \frac{A_x}{A'_s/C'_s}$$

式中：

A_x 为供试品的峰面积或峰高； C_x 为供试品的浓度； A/S 为内标物质的峰面积或峰高； C/S 为内标物质的浓度； f 为内标法的校正因子。

水分：含水量不得过2.0%。

滴定液标定：精密称取纯化水10~30mg（视费休氏试液滴定度和滴定液体积而定），置干燥的具塞锥形瓶中，加无水甲醇适量，在避免空气中水分侵入的条件下，用费休氏试液滴定至溶液由浅黄色变为红棕色，另作空白试验，按下式计算：

$$F = \frac{W}{A - B}$$

式中：

A为滴定所消耗费休氏试液的容积，mL；B为空白所消耗费休氏试液的容积，mL；F为每1mL费休氏试液相当于水的重量，mg；W为纯化水的重量，mg。

测定：精密称取供试品适量（约消耗费休氏试液1~5mL），置干燥的具塞锥形瓶中，加无水甲醇适量，在不断振摇（搅拌）下用费休氏试液滴定至溶液由浅黄色变为红棕色。另做空白试验，照下式计算供试品中水分含量。

$$\text{供试品中水分含量} = \frac{(A - B) \times F}{W} \times 100\%$$

式中：

A为供试品所消耗费休氏试液的体积，mL；B为空白所消耗费休氏试液的体积，mL；F为每1mL费休氏试液相当于水的重量，mg；W为供试品的重量，mg。

炽灼残渣：遗留残渣不得过2mg。

取供试品20.0g，精密称定，置已炽灼至恒重的坩埚中，加热至自燃，停止加热，待燃烧完毕，放冷，加硫酸1.0mL使湿润，低温加热至硫酸蒸气除尽后，在700~800℃炽灼至完全炭化，移置干燥器内，放冷至室温，精密称定后，再在700~800℃炽灼至恒重，即得。

铁盐：取本品10.0g，加水溶解使成25mL，移置50mL纳氏比色管中，加稀盐酸4mL与过硫酸铵50mg，用水稀释使成35mL后，加30%硫氰酸铵溶液3mL，再加水适量稀释成50mL，摇匀，如显色，立即取标准铁溶液1.0mL，置50mL纳氏比色管中，加水使成25mL，加稀盐酸4mL与过硫酸铵50mg，用水稀释使成35mL，加30%硫氰酸铵溶液3mL，再加水适量稀释成50mL，摇匀。供试液与对照液比较，不得更深（0.0001%）。

铵盐：取本品4.0g，加10%氢氧化钾溶液5mL，混匀，在60℃放置5分钟，不得发生氨臭。

钙盐：取本品2.5g，加水8mL，摇匀，加入草酸铵试液5~6滴，放置15分钟，溶液应澄清。

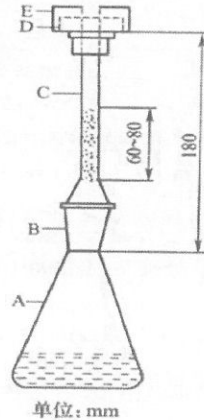
重金属：取25mL纳氏比色管三支，甲管中精密加入10 μg/mL标准铅溶液1.0mL与醋酸盐缓冲液（pH3.5）2mL后，加水稀释成25mL，作为对照品溶液。取本品5.0g加入乙管中，加水23mL溶解后，加醋酸盐缓冲液（pH3.5）2mL作为供试溶液；丙管中加入本品5.0g，加水22mL与醋酸盐缓冲液（pH3.5）2mL后，再精密加入0.00010 μg/mL标准铅溶液1.0mL，加水稀释成25mL。若供试液带颜色，可在甲管中滴加少量的稀焦糖溶液或其他无干扰的有色溶液，使之与乙管、丙管一致；再在甲、乙、丙三管中分别加硫代乙酰胺试液各2mL，摇匀，放置2分钟，同置白纸上，自上向下透视，当丙管中显出的颜色不浅于甲管时，乙管中显出颜色与甲管比较，不得更深（百万分之二）。

砷盐（古蔡氏法）

装置的准备 如下图。A为100mL标准磨口锥形瓶；B为中空的标准磨口塞，上连导气管C（外径8.0mm，内径6.0mm），全长约180mm；D为具孔的有机玻璃旋塞，其上部位圆形平面，中央有一圆孔，孔径与导气管C的内径一致，其下部孔径与导气管C的外径相适应，将导气管C的顶端套入旋塞下部孔内，并使管壁与旋塞的圆孔相吻合，黏合固定；E为中央具有圆孔（孔径6.0mm）的有机玻璃旋塞盖，与D紧密吻合。

测试时，取醋酸铅棉花适量60mg撕成疏松状，每次少量，用细玻璃棒均匀地装入导气管C中，松紧要适度，装管高度为60~80mm。夹取溴化汞试纸1片（其大小能覆盖D顶端口径而不露出平面外为宜），置旋塞D顶端平面上，盖住孔径，盖上旋盖E并旋紧。即得。

标准砷斑的制备：精密量取 $1\mu\text{g/mL}$ 标准砷溶液2.0mL，置A瓶中，加盐酸5mL与水21mL，再加碘化钾试液5mL与酸性氯化亚锡试液5滴，在室温放置10分钟后，加锌粒2g，立即将准备好的导气管C密塞于A瓶中，并将A瓶置 $25\sim 40^\circ\text{C}$ 水浴中反应45分钟，取出溴化汞试纸，即得。



古蔡氏法仪器装置图

取本品6.65g，加水23mL使溶解，加盐酸5mL，摇匀，置A瓶中，照标准砷斑的制备，自“再加碘化钾试液5mL”起依法操作。将生成的砷斑与标准砷斑比较，不得更深。（0.00003%）

【含量测定】

取本品0.20g，精密称定，加水90mL，混匀，精密加入2.14% (W/V) 高碘酸钠溶液50mL，摇匀，暗处放置15分钟后，加50% (g/mL) 乙二醇溶液10mL，摇匀，暗处放置20分钟，加酚酞指示液0.5mL，用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定至红色，30秒内不褪色，并将滴定的结果用空白试验校正。每1mL氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于9.21mg的 $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$ 。

备案单位承诺书

本食品安全企业标准备案单位承诺：

一、本备案登记表中所填写的内容、所附的资料（包括研究和检验数据）均为真实，并符合《食品安全法》。如有不实之处，本单位愿承担全部法律责任。

二、本备案单位生产的产品不含含有未经许可按照本备案标准生产的食品不含含有未经许可的食品（包括法律、法规禁止使用的原料）、食品添加剂和法律、法规禁止使用的食品（包括原料）、食品添加剂。

三、本备案单位将按照备案标准组织生产，并保证所生产的食品符合《食品安全法》。

备案单位主备案单位（盖章）



年 月 日

备案单位主要负责人（签字）



年 月 日

