

广东省食品药品评审认证技术协会团体标准

《保健食品中总皂苷的测定-分光光度法》

编制说明

一、标准制定的目的和意义

五加科人参属植物人参、西洋参、三七均是我国传统名贵药材，现代研究表明，其主要活性成分大多为人参皂苷。据现代药理学研究表明，皂苷类是人参属植物抗疲劳，抗肿瘤，抗血栓，提高免疫力，调节生理机能等药理活性的重要物质基础。但随着人们对人参属总皂苷分离后的进一步药理活性研究发现，稀有人参皂苷及苷元(如人参皂苷 Rg3, Rh1, Rb3, Rh2 等)具有很强的抗肿瘤，保护神经系统，保肝护肝等药理活性。

人参属植物中皂苷的成分主要是人参皂苷，具有相似的基本结构，都含有由 30 个碳原子排列成四个环的甾烷类固醇核。他们依糖苷基架构的不同而被分为两组：达玛烷型和齐墩果烷型。达玛烷类型包括两类：人参二醇型-A 型，苷元为 20(S)-原人参二醇。包含了最多的人参皂苷，如人参皂苷 Rb1、Rb2、Rb3、Rc、Rd、Rg3、Rh2 及糖苷基 PD；人参三醇型-B 型，苷元为 20(S)-原人参三醇。包含了人参皂苷 Re、Rg1、Rg2、Rh1 及糖苷基 PT。齐墩果烷型：齐墩果酸型-C 型，苷元为齐墩果酸。目前研究表明人参总皂苷中的多种生物活性具有重要的医学用途，例如抗肿瘤作用，人参皂苷 Rh2 对多种肿瘤有一定的抑制作用，并且 Rh2 与紫杉醇或盐酸米托蒽醌联合应用有增效作用；增强机体应激能力，调整内分泌和植物神经功能紊乱，抗疲劳并具有增强心肌收缩力，提高心脏排血量的功能。目前临床上用于肿瘤辅助用药、冠心病、更年期综合征。

近年来，人参类保健品获得了快速的发展，在保健食品行业有了一席之地。总皂苷含量高是低是人参类保健品的重要指标，据有关报道，人参功效成分超过一定限量，可能会产生副作用，对健康造成危害，而功效成分的含量不足，又打不到预期的效果。但目前为止，保健食品中总皂苷的含量检测一直没有统一的国家检测标准，无法判断产品合格与否。

市面上人参类保健品日益增多，其含量测定又缺乏合理统一的方法，因此，急需选出一种准确、简捷、适用广的反应方式，建立保健食品中人参总皂苷测定的国家标准方法，能达到一定衡量标准，为人参类保健品的鉴定提供重要的指标，同时也进一步为保健品标准的制定、维护消费者权益和食品市场监管提供技术依据。

二、标准的任务来源及参与单位

2020 年 5 月，广东省科学院测试分析研究所（中国广州分析测试中心）、完美（中国）有限公司向广东省食品药品评审认证技术协会提出了制定广东省食品药品评审认证技术协会团体标准《保健食品中总皂苷的测定-分光光度法》的项目申请，协会组织评审专家小组，于 2020 年 6 月 5 日召开团体标准立项评审会议，评审小组成员对该项目进行论证并获得通过，并同时开始该标准的研究制定工作，在组织上拟定了相关的措施，确定了本部标准的修订思路。

2020 年 7 月，广东省食品药品评审认证技术协会下达了该项目的制定计划任务，详见《关于《植物提取物中二乙烯苯等 9 种有机残留物含量的测定》等五个团体标准准许立项的通知》（粤食药审评秘[2020]38 号）。

标准起草单位为广东省测试分析研究所（中国广州分析测试中心）、完美（中国）有限公司、华测检测认证集团股份有限公司、广州金至检测技术有限公司、广州汇标检测技术中

心、无限极(中国)有限公司,由广东省食品药品评审认证技术协会归口。

三、标准的编制过程

我单位 2020 年 6 月组织成立了标准起草小组,确定了工作进度时间表,并进行了分工。

(1) 2020 年 6 月-2020 年 8 月,起草小组进行了技术论证和技术规范内容探讨,确定了制定计划、制定原则、标准框架,标准基本内容。

(2) 2020 年 8 月-2020 年 9 月,起草小组对全省保健食品中总皂苷含量测定的方法进行全面调研,收集相关技术资料,对生产企业总皂苷产品类型进行调研汇总。起草小组根据现实需求完成了标准初稿,并对相关企业及技术单位征求意见,对标准初稿意见进行必要的修改。

(3) 2020 年 9 月-2021 年 1 月,起草小组完成本方法的研究工作,根据相关参与单位修改意见,完成验证报告。收集相关验证样品,将验证样品分别寄往验证单位,验证单位根据试验报告对标准方法进行验证。

(4) 2021 年 1 月-2021 年 4 月,起草小组完成对验证单位对标准验证报告的收集汇总,对验证数据进行分析。见验证报告数据汇总附件。

四、标准编制原则

制定《保健食品中总皂苷的测定-分光光度法》遵循以下原则:

(1) 规范性

按 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》的要求进行制定。

(2) 一致性

与现行有效的相关总皂苷含量测定的国家法律、法规、标准规范保持一致,对采用分光光度法测定总皂苷含量的方法提要、分析步骤、结果计算和试验报告等要求作出相应的规定。

(3) 适用性

充分考虑全省保健食品中总皂苷的测定方法现状和现实情况,确定测定方法步骤,并把标准制定过程中标准物质因素、样品种类因素、含量高低因素等融入其中,适应性比较广泛。

(4) 可操作性

充分考虑当前保健食品行业中人参制品及其他皂苷制品的现状,采用已有的方法、指导原则等对标准进行规范,具有可操作性和普遍性。

(5) 先进性

在制定本标准时,参考了现有总皂苷分析方法等技术标准、指导原则、团体标准、企业标准等,吸收了国内外几年来先进的分析手段、处理过程、反应条件等,对方法中的处理条件、参数调整、数据准确性等进行优化,体现了标准的技术性、科学性和先进性。

五、标准的整体结构

本标准内容主要 9 个部分:范围、规范性引用文件、术语和定义、方法原理、试剂和材料、仪器设备、分析步骤、分析结果表述、精密度。

六、标准的主要内容及解析

1、范围

对标准的目的和适用范围作了描述,明确本标准适用于保健食品及其原料中总皂苷含量的测定。

2、方法原理

对方法测定引用的原理依据进行了说明。

3、试剂和材料

明确了方法所使用试剂名称及级别、试液和标准溶液配制。

4、仪器设备

标准中涉及仪器设备均为分析实验中仪器，其中，分析天平精密度要求达到 0.0001g，超声提取器超声功率要求为 $\geq 200\text{W}$ 。

5、分析步骤

5.1 对于试样提取过程，标准对两种形态试样提取过程进行了分别处理。

5.1.1 超声提取次数的比较

表 1 方法耐用性试验（超声提取次数）

| 编号 | 超声提取次数（次） | 测得含量(g/100g) | 平均含量(g/100g) | 相对偏差（%） |
|----|-----------|--------------|--------------|---------|
| 1 | 1 | 3.35 | 3.27 | 4.89 |
| 2 | 1 | 3.19 | | |
| 3 | 2 | 3.75 | 3.68 | 3.53 |
| 4 | 2 | 3.62 | | |
| 5 | 3 | 4.04 | 4.00 | 1.00 |
| 6 | 3 | 3.98 | | |
| 7 | 4 | 4.05 | 4.08 | 1.23 |
| 8 | 4 | 4.10 | | |

由表 1 可知，固体样品超声提取次数为 3 次时，可以提取到绝大多数的待测成分，再增加次数，结果变化不明显，因此超声提取次数为 3 次。

5.1.2 萃取次数的比较

表 2 方法耐用性试验（萃取次数）

| 编号 | 超声提取次数（次） | 测得含量 (mg/100mL) | 平均含量 (mg/100mL) | 相对偏差（%） |
|----|-----------|--------------------|--------------------|---------|
| 1 | 1 | 215 | 208 | 6.73 |
| 2 | 1 | 201 | | |
| 3 | 2 | 238 | 234 | 3.42 |
| 4 | 2 | 230 | | |
| 5 | 3 | 246 | 248 | 1.21 |
| 6 | 3 | 249 | | |
| 7 | 4 | 253 | 252 | 1.19 |
| 8 | 4 | 250 | | |

由表 2 可知，液体样品萃取次数大于等于 3 次后，结果变化不明显，从操作和试验时间考虑，选择萃取次数为 3 次。

5.2 试验条件选择

5.2.1 显色剂香草醛溶液用量的比较

分别取对照品使用溶液 1.0mL 于 10 个比色管中，按方法操作，改变显色剂香草醛溶液用量为 0.10, 0.20, 0.30, 0.40、0.50mL，测定其吸光度。分析结果填入表 3。

表 3 方法耐用性试验（显色剂香草醛溶液用量）

| 编号 | 香草醛溶液用量 (mL) | 吸光度值 A | 平均值 A _i | 空白吸光度值 A ₀ |
|----|--------------|--------|--------------------|-----------------------|
| 1 | 0.1 | 0.576 | 0.582 | 0.007 |
| 2 | 0.1 | 0.589 | | |
| 3 | 0.2 | 0.730 | 0.731 | 0.012 |
| 4 | 0.2 | 0.732 | | |
| 5 | 0.3 | 0.820 | 0.831 | 0.031 |
| 6 | 0.3 | 0.842 | | |
| 7 | 0.4 | 0.884 | 0.870 | 0.043 |
| 8 | 0.4 | 0.856 | | |
| 9 | 0.5 | 0.897 | 0.903 | 0.055 |
| 10 | 0.5 | 0.913 | | |

由表 3 比较得知，显色剂用量在 0.2mL 时，吸光度较大且平行性好，显色剂用量在 0.2mL 以上时，空白吸光度较大，且平行性差，故选择 0.2mL 为显色剂用量。

5.2.2 高氯酸用量的比较

表 4 方法耐用性试验（高氯酸用量）

| 编号 | 高氯酸用量(mL) | 吸光度值 A | 平均值 A _i | 空白吸光度值 A ₀ |
|----|-----------|--------|--------------------|-----------------------|
| 1 | 0.40 | 0.877 | 0.883 | 0.034 |
| 2 | 0.40 | 0.889 | | |
| 3 | 0.60 | 0.742 | 0.750 | 0.025 |
| 4 | 0.60 | 0.758 | | |
| 5 | 0.80 | 0.737 | 0.736 | 0.014 |
| 6 | 0.80 | 0.734 | | |
| 7 | 1.0 | 0.676 | 0.667 | 0.011 |
| 8 | 1.0 | 0.658 | | |
| 9 | 1.2 | 0.637 | 0.632 | 0.013 |
| 10 | 1.2 | 0.627 | | |

由表 4 比较得知，稳定剂在 0.8mL 时，吸光度较大且平行性好，选择高氯酸用量为 0.8mL 最佳。

5.2.3 显色反应时间的比较

表 5 方法耐用性试验（显色反应时间）

| 编号 | 显色反应时间 (min) | 吸光度 A | 平均值 Ai | 空白吸光度值 A0 |
|----|-----------------|-------|--------|-----------|
| 1 | 0 | 0.476 | 0.474 | 0.010 |
| 2 | 0 | 0.473 | | |
| 3 | 2 | 0.595 | 0.596 | 0.010 |
| 4 | 2 | 0.596 | | |
| 5 | 5 | 0.652 | 0.650 | 0.013 |
| 6 | 5 | 0.648 | | |
| 7 | 10 | 0.735 | 0.736 | 0.021 |
| 8 | 10 | 0.736 | | |
| 9 | 15 | 0.766 | 0.774 | 0.039 |
| 10 | 15 | 0.781 | | |
| 11 | 20 | 0.844 | 0.834 | 0.047 |
| 12 | 20 | 0.824 | | |

由表 5 比较得知，显色反应时间在 10min 时有较高的吸光度，且平行性好，随着时间的增长，空白吸光度过大，平行性变差。因此选择 10min 为显色反应时间。

5.2.4 显色反应温度的比较

表 6 方法耐用性试验（显色反应温度）

| 编号 | 显色反应温度(°C) | 吸光度值 A | 平均值 Ai | 空白吸光度值 A0 |
|----|------------|--------|--------|-----------|
| 1 | 室温（25°C左右） | 0.475 | 0.480 | 0.008 |
| 2 | 室温（25°C左右） | 0.484 | | |
| 3 | 40 | 0.628 | 0.632 | 0.011 |
| 4 | 40 | 0.636 | | |
| 5 | 50 | 0.651 | 0.655 | 0.012 |
| 6 | 50 | 0.659 | | |
| 7 | 60 | 0.755 | 0.756 | 0.014 |
| 8 | 60 | 0.758 | | |
| 9 | 70 | 0.918 | 0.899 | 0.037 |
| 10 | 70 | 0.880 | | |

由表 6 比较得知，显色温度在 60°C 时吸光度适中，70°C 时空白吸光度值大，因此水浴温度在 60°C 时为最佳。

5.3 标准方法专属性分析

按上述检测方法分析空白试剂（冰乙酸）、阴性样品（甲醇）和阳性样品（人参粉）、阴性样品加标、阳性样品加标进行测试。分析方法的专属性。

表 7 方法专属性试验

| 编号 | 专属性试验条件 | 吸光度值 A | 平均值 A _i |
|----|---------|--------|--------------------|
| 1 | 空白试剂 | 0.004 | 0.004 |
| 2 | 空白试剂 | 0.004 | |
| 3 | 阴性样 | 0.013 | 0.012 |
| 4 | 阴性样 | 0.012 | |
| 5 | 阳性样 | 0.380 | 0.378 |
| 6 | 阳性样 | 0.375 | |
| 7 | 阳性样加标 | 0.802 | 0.805 |
| 8 | 阳性样加标 | 0.810 | |

5.4 线性范围

以质量 c 为横坐标，吸光度值 A 为纵坐标，进行线性拟合。

表 8 人参皂苷 Re 标准溶液的线性回归方程和线性相关系数

| 编号 | 质量 c (ug) | 吸光度值 A |
|----|-----------|--------|
| 1 | 0 | 0.000 |
| 2 | 18.2 | 0.075 |
| 3 | 36.4 | 0.143 |
| 4 | 72.8 | 0.286 |
| 5 | 109.2 | 0.440 |
| 6 | 145.6 | 0.597 |
| 7 | 182 | 0.747 |
| 8 | 218.4 | 0.897 |

人参皂苷 Re 线性方程和相关系数 $y=0.0041x-0.0073$ $R^2=0.9998$

5.5 方法重复性

用建立的方法对同一批次的人参片剂（6号样品时臻片）和液体样品（7号样品人参植物饮料）进行六次测定。计算六个测定结果的相对标准偏差(RSD)，分析结果填入表9、表10。由表可知，本方法精密度符合 GB/T 32465-2015 要求。

表 9 测定方法的重复性（固体样品）

| 测试序号 | 测得含量(g/100g) | 平均含量(g/100g) | 相对标准偏差 (RSD/%) |
|------|--------------|--------------|----------------|
| 1 | 2.78 | 2.80 | 3.29 |
| 2 | 2.85 | | |
| 3 | 2.69 | | |
| 4 | 2.80 | | |
| 5 | 2.73 | | |
| 6 | 2.95 | | |

表 10 测定方法的重复性（液体样品）

| 测试序号 | 测得含量 (g/L) | 平均含量 (g/L) | 相对标准偏差 (RSD/%) |
|------|------------|------------|----------------|
| 1 | 0.31 | | |
| 2 | 0.37 | | |
| 3 | 0.35 | | |
| 4 | 0.29 | 0.34 | 6.78 |
| 5 | 0.34 | | |
| 6 | 0.39 | | |

5.6 方法精密度

用建立的方法对同一批次的人参胶囊内容物（3号样品健扬胶囊内容物）进行六次测定，分别在不同日期，不同人员，不同仪器的情况下分别测试两次，计算六个测定结果的相对标准偏差(RSD)，分析结果填入表 11。

表 11 测定方法的中间精密度

| 测试序号 | 测得含量 (g/100g) | 平均含量 (g/100g) | 相对标准偏差 (RSD/%) |
|------|---------------|---------------|----------------|
| 日期 1 | 1.02 | | |
| 日期 2 | 1.08 | | |
| 人员 1 | 1.04 | | |
| 人员 2 | 1.01 | 1.03 | 4.25 |
| 仪器 1 | 0.96 | | |
| 仪器 2 | 1.07 | | |

5.7 方法回收率

称取固体样品 1g(精确到 0.0001g)，共称取 12 个，每四个为一组一共三组，每组保留一个不加标，另外三个进行加标回收实验。样品称取后，分别加入样品对应含量的 50%、100%、150%人参皂苷 Re 对照品量。按试验方法处理进行测定，具体分析数据填入表 12。由表可知，本方法回收率满足 GB/T 32465-2015 要求。

表 12 回收率实验结果

| 测试序号 | 称样量 (g) | 加标量 (mg) | 测得量 (mg) | 加标回收率 (%) | 平均回收率 (%) |
|------|---------|----------|----------|-----------|-----------|
| 1 | 1.0452 | 0 | 28.881 | / | / |
| 2 | 1.0025 | 13.14 | 40.411 | 87.7 | |
| 3 | 1.0275 | 13.53 | 41.314 | 91.9 | 90.8 |
| 4 | 1.0371 | 14.20 | 42.061 | 92.8 | |

| | | | | | |
|----|--------|-------|--------|------|------|
| 5 | 1.0226 | 0 | 27.557 | / | / |
| 6 | 1.0301 | 28.41 | 53.146 | 90.1 | |
| 7 | 1.0362 | 26.30 | 51.129 | 89.6 | 89.0 |
| 8 | 1.0074 | 26.92 | 51.032 | 87.2 | |
| 9 | 1.0108 | 0 | 28.145 | / | / |
| 10 | 1.0002 | 41.55 | 66.344 | 91.9 | |
| 11 | 1.0399 | 40.20 | 65.787 | 93.6 | 92.2 |
| 12 | 1.0234 | 42.67 | 67.045 | 91.2 | |

5.8 盲样的测定

对实际样品（各种基质）进行测定，测定结果列于表 13。

表 13 盲样测定结果

| 序号 | 样品名称 | 测试次数（次） | 结果均值（g/100g） | 结果范围（g/100g） |
|----|---------|---------|--------------|--------------|
| 1 | 奕华胶囊 | 3 | 3.98 | 3.77~4.04 |
| 2 | 西洋参灵芝胶囊 | 3 | 3.07 | 2.81~3.15 |
| 3 | 健杨胶囊内容物 | 6 | 1.03 | 0.96~1.08 |
| 4 | 三七提取物 | 3 | 33.55 | 32.10~35.29 |
| 5 | 西洋参提取物 | 3 | 22.67 | 22.46~23.11 |
| 6 | 时臻片 | 6 | 2.80 | 2.69~2.95 |
| 序号 | 样品名称 | 测试次数（次） | 结果均值（g/L） | 结果范围（g/L） |
| 7 | 人参植物饮料 | 6 | 0.34 | 0.29~0.39 |

6 结论

通过对标准中试验条件、试验内容、试验材料进行分析，讨论对照品的选择性、提取方式的确定、耐用性等条件，线性范围、精密度、准确度都符合 GB/T 32465-2015 的标准要求，确定能满足保健食品及其原料中总皂苷的测定。

七、验证单位试验结果

表 14 参与验证单位

| 编号 | 验证单位 |
|----|----------------|
| 1 | 华测检测认证集团股份有限公司 |
| 2 | 广州金至检测技术有限公司 |

| | |
|---|------------|
| 3 | 广州汇标检测技术中心 |
| 4 | 完美（中国）有限公司 |

7.1 方法线性范围

验证单位对方法做线性关系结果如表 15，各验证单位线性相关系数均>0.995。满足线性要求。

表 15 验证单位标准曲线及线性关系结果

| 单位名称 | 线性方程 | 相关系数 |
|----------------|--------------------|--------------|
| 华测检测认证集团股份有限公司 | $y=0.0038x+0.0008$ | $R^2=0.9987$ |
| 广州金至检测技术有限公司 | $y=0.0043x+0.0021$ | $R^2=0.9995$ |
| 广州汇标检测技术中心 | $y=0.0043x-0.0072$ | $R^2=0.9993$ |

7.2 方法专属性

验证单位对方法专属性结果如表 16，专属性良好。

表 16 验证单位方法专属性结果

| 单位名称 | 空白试剂 | 阴性样 | 阳性样 | 阳性样加标 |
|----------------|--------|-------|-------|-------|
| 华测检测认证集团股份有限公司 | -0.012 | 0.007 | 0.512 | 0.917 |
| 广州金至检测技术有限公司 | / | / | / | / |
| 广州汇标检测技术中心 | -0.008 | 0.002 | 0.452 | 0.852 |

7.3 方法精密性

验证单位对方法三种处理试样进行 6 平行测试，测试结果见表 17，RSD 均<5%，精密性良好。

表 17 精密度验证结果

| 单位名称 | 西洋参灵芝胶囊 相对标准偏差 (RSD/%) | 时臻片相对标准 偏差 (RSD/%) | 口服液相对标准 偏差 (RSD/%) |
|----------------|------------------------------|-----------------------|-----------------------|
| 华测检测认证集团股份有限公司 | 2.3 | 2.2 | 2.7 |
| 广州金至检测技术有限公司 | / | / | / |
| 广州汇标检测技术中心 | 1.35 | 2.56 | 2.41 |

7.4 方法准确度

验证单位对方法进行加标回收，三种试样分别添加高、中、低浓度对照品，加入量为所取供试品中待测定成分量 50%，100%，150%。测试回收率结果见表 18，加标回收率均为 80% 以上。

表 18 准确度验证结果

| 单位名称 | 西洋参灵芝胶囊回收率 (%) | | | 时臻片回收率 (%) | | | 口服液回收率 (%) | | |
|----------------|----------------|---------|---------|------------|---------|---------|------------|---------|---------|
| | 加标 16mg | 加标 32mg | 加标 48mg | 加标 15mg | 加标 30mg | 加标 45mg | 加标 8mg | 加标 10mg | 加标 12mg |
| 华测检测认证集团股份有限公司 | 85.6 | 91.1 | 89.0 | / | / | / | / | / | / |
| 广州金至检测技术有限公司 | / | / | / | / | / | / | 98.5 | 97.2 | 98.8 |
| 广州汇标检测技术中心 | / | / | / | 93.15 | 84.74 | 83.67 | / | / | / |

7.5 方法可靠性

验证单位对派发盲样按标准方法进行测试，结果见表 19，7 个试样测试结果 RSD 均 < 10%。

表 19 盲样验证结果

| 单位名称 | 盲样测试结果 (g/100g) | | | | | | 盲样测试结果 (g/L) |
|----------------|-----------------|---------|---------|-------|--------|------|--------------|
| | 奕华胶囊 | 西洋参灵芝胶囊 | 健杨胶囊内容物 | 三七提取物 | 西洋参提取物 | 时臻片 | |
| 华测检测认证集团股份有限公司 | 4.06 | 3.28 | 1.12 | 32.10 | 21.45 | 2.67 | 0.37 |
| 广州金至检测技术有限公司 | 3.86 | 2.93 | 1.06 | 33.55 | 22.60 | 2.75 | 0.31 |
| 广州汇标检测技术中心 | 3.92 | 3.14 | 1.05 | 31.83 | 22.49 | 2.81 | 0.36 |

7.6 结论

通过方法验证与验证单位数据分析，结果表明：广东省测试分析研究所（中国广州分析测试中心）负责修订的《保健食品中总皂苷的测定-分光光度法》，适用于保健食品中总皂苷含量的测定，本方法操作简单、快速，精密性、重复性、准确度符合 GB/T 32465-2015 标准要求，适合推荐作为行业团体标准分析方法。

八、标准水平分析

人参中总皂苷的检测方法有多种,比如可以使用高效液相色谱法,《GB/T 22996-2008 人参中多种人参皂甙含量的测定 液相色谱-紫外检测法》和《NY/T 1842-2010 人参皂苷的测定》都是用这个方法,此法不仅能检测人参总皂苷,还能对其中单一成分进行定量分析,但因受人参单体皂苷的多样性(目前已发现 40 多种),需要的标准品多且昂贵,这使其应用受限。目前保健食品中人参总皂苷的测定,最常使用的是《保健食品检验与评价技术规范(2003 年版)》中方法,通过大孔树脂净化,酸性条件下,人参皂苷与香草醛显色。在实际应用中,主要存在以下问题:1、固定的树脂柱载样量与不确定的样品总皂苷含量之间的矛盾,部分样品存在柱容量超载的情况,测定结果偏差严重。2、部分样品经过大孔树脂柱除杂后,仍存在干扰比色测定的杂质。3、操作步骤欠规范,导致测定结果重现性差。GB/T 19506-2009 地理标志产品 吉林长白山人参》采用甲醇加热回流提取,水饱和正丁醇超声萃取纯化皂苷。此法相对简单易操作,但显色阶段使用的是硫酸-香草醛作为显色剂,相比高氯酸-香草醛显色剂,缺乏稳定性。

相对于最新发布的《保健食品理化及卫生指标检验与评价技术指导原则(2020 年版)》中总皂苷的测定,本标准与其中第二法原理和试验过程类似,而且通过大量试验,两个方法检测不同样品,数据相差都在 10%以内,详细结果见表 20。当然具体试验也存在一些区别,主要有以下两点:

1、固体试样提取试剂不同,本标准使用水饱和正丁醇直接提取,分次提取后合并提取液,然后除杂;而“《保健食品理化及卫生指标检验与评价技术指导原则(2020 年版)》十四、保健食品中总皂苷的测定 第二法”使用一级水溶解样品,然后再使用水饱和正丁醇从水溶液中萃取出皂苷。试验证明,本标准直接使用水饱和正丁醇提取,提取效率更高,而且减少了中间过程待测成分损失。

2、试验过程中样液除杂后,两个方法处理不同。本标准直接把除杂后的正丁醇液转移到 100mL 容量瓶中,使用正丁醇定容,然后根据皂苷含量的高低,分取适量样液到 10mL 比色管中,氮吹干后比色。“《保健食品理化及卫生指标检验与评价技术指导原则(2020 年版)》十四、保健食品中总皂苷的测定 第二法”是把除杂后的正丁醇液(大约 60mL)先蒸发至干,然后使用甲醇溶解残渣,转移定容,再分取适量水浴挥干比色。相比较而言,本标准试验过程简化,节省大量试验时间(60mL 水饱和正丁醇液蒸发干需要大约 3 小时),减少一个样液转移过程,降低系统误差。

表 20 两种方法测定不同样品结果比较

| 序号 | 样品名称 | 本团体标准 | 《保健食品理化及卫生指标 检验与评价技术指导原则 (2020 年版)》十四、保健 食品中总皂苷的测定 第二法 | 相对相差 (%) |
|----|-----------|-------------|---|----------|
| 1 | 倍知优牌红参粉 | 1.46 g/100g | 1.35 g/100g | 7.8 |
| 2 | 人参复合肽粉 | 0.25 g/100g | 0.24 g/100g | 4.1 |
| 3 | 灵芝黄精巴戟天胶囊 | 3.17 g/100g | 3.06g/100g | 3.5 |
| 4 | 铁皮石斛颗粒 | 1.55 g/100g | 1.70 g/100g | 9.2 |

| | | | | |
|----|------------|---------------|---------------|-----|
| 5 | 环西牌阿胶归芪颗粒 | 0.31 g/100g | 0.29 g/100g | 6.7 |
| 6 | 人参大豆异黄酮胶囊 | 4.69 g/100g | 4.95 g/100g | 5.4 |
| 7 | 康富来牌灵芝洋参胶囊 | 5.50 g/100g | 5.31 g/100g | 3.5 |
| 8 | 人参压片糖果 | 6.34 g/100g | 6.13 g/100g | 3.4 |
| 9 | 倩儿清畅口服液 | 59.1 mg/100mL | 54.4 mg/100mL | 8.3 |
| 10 | 余甘子桔梗糖浆 | 125 mg/100mL | 117 mg/100mL | 6.6 |
| 11 | 西洋参皂甙 | 71.6 g/100g | 69.5 g/100g | 3.0 |

九、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性

本标准不涉及与任何国家法律、法规、规章及强制性标准冲突问题，标准的制定符合国家相关法律、法规、规章的要求。

十、专利及涉及的知识产权

本标准不涉及任何专利或知识产权

十一、重大分歧意见的处理经过和依据

无

十二、标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议

建议该标准作为行业团体标准发布实施。

十三、产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效果

本标准与目前我省保健品行业科技、生产、工艺及管理水平的适应性强，标准化程度高，便于被该类保健品企业所引用。同时，该方法的确定可以有效的监控我省保健品市场中以总皂苷作为标志性成分的产品，也可作为中小企业生产中质量监控，为我省保健品市场总皂苷含量测定公正性带来可靠性数据，保证我省保健品市场平稳顺利发展。

《保健食品中总皂苷的测定-分光光度法》标准编制组
2021年8月