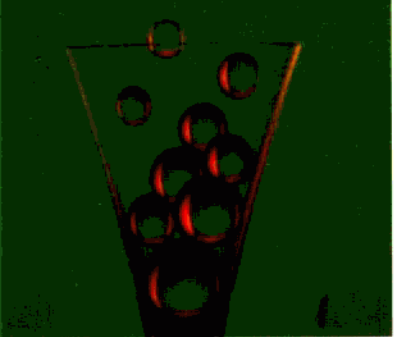
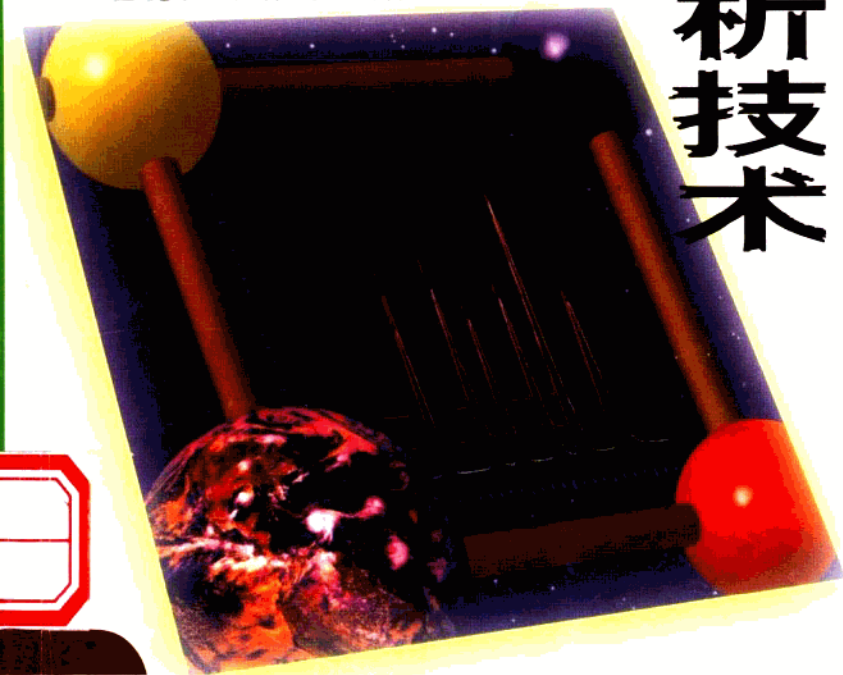




保健食品

# 质量分析技术

宓晓黎 钮伟民 编著



江苏科学技术出版社

## 前 言

随着科学技术的迅速发展,人们可以通过改善饮食条件和食品组成,发挥食品本身的生理调节功能,以达到提高人类健康水平的目的。保健食品有着一般普通食品和药品不可替代的作用,它的问世给食品工业注入了全新的内容。它适应了“以厨房代替药房”的流行趋势,也就是说保健食品除给人们提供营养成分(蛋白质、脂肪、碳水化合物、矿物质、维生素)和感官享受(色、香、味、形)外,还具有调节人体酶的活性、增强免疫能力、预防疾病、促进康复和延缓衰老等重要作用,被誉为“21 世纪的食品”。

自 20 世纪 90 年代以来,保健食品迅猛发展,大批产品涌向市场,为加强生产、流通和消费领域的质量管理,保证生产者和消费者的合法权益,就必须要有权威的质量分析技术,这样才能使产品质量优、适应性强。同时通过对保健食品原料和产品的功效成分检测,可有效地挖掘新的保健食品资源,从而不断完善新产品生产工艺,筛选出高质量保健食品。

为了适应时代要求,促进保健食品迅速、健康发展,我们编写了《保健食品质量分析技术》一书,以献给从事这方面工作的读者。参加本书的编写人员长期从事这方面的分析和研究工作,有较丰富的理论基础和实践经验。本书在编写过程中收集了国内外大量资料,力求所编写的内容反映国内外先进水平和发展趋势。书中绝大部分的分析项目是作者亲自实践过的,按照自己的经验编写的,有些分析项目如低聚糖、活性

酶、皂甙、黄酮、生物碱、益生菌及黄曲霉毒素等的分析是作者的研究成果,故本书具有先进性、科学性、实用性。

本书比较系统地介绍了保健食品分析技术,可供高等院校、科研单位参考,是商检、产品质量监督、卫生防疫等部门及从事保健食品生产、化验部门必备的工具书。该书的出版将对提高我国的保健食品质量产生积极作用。

本书在编写过程中得到陆茂林、赵晓联、孙冬梅、陆正清等同行的支持和帮助,在此我们谨表示衷心的感谢。

保健食品发展日新月异,分析理论和测试手段不断提高,由于编者水平所限,所遴选的分析法可能不尽合理,甚至难免有错误,恳请专家、同行和读者批评指正。

编著者

2000年1月

# 目 录

|                          |      |
|--------------------------|------|
| 第一章 绪论 .....             | (1)  |
| 第一节 保健食品的概念 .....        | (1)  |
| 一、保健食品的定义 .....          | (1)  |
| 二、保健食品的具体要求 .....        | (2)  |
| 三、保健食品的功效成分 .....        | (2)  |
| 四、保健食品的分类 .....          | (3)  |
| 五、保健食品与一般食品的同异 .....     | (3)  |
| 六、保健食品与药品的区别 .....       | (3)  |
| 第二节 保健食品质量控制的现状及措施 ..... | (4)  |
| 一、保健食品质量控制的现状 .....      | (4)  |
| 二、保健食品质量控制的措施 .....      | (5)  |
| 第三节 保健食品质量标准制订 .....     | (6)  |
| 第二章 功能性成分的分析 .....       | (9)  |
| 第一节 碳水化合物 .....          | (9)  |
| 一、单糖的测定 .....            | (10) |
| 二、低聚糖的测定 .....           | (15) |
| 三、蔗糖的测定 .....            | (19) |
| 四、多糖的测定 .....            | (20) |
| 五、纤维素的测定 .....           | (26) |
| 第二节 蛋白质、酶及氨基酸 .....      | (29) |
| 一、蛋白质的测定 .....           | (29) |
| 二、酶的测定 .....             | (34) |
| 三、氨基酸的测定 .....           | (38) |
| 第三节 脂肪和脂肪酸 .....         | (47) |

|                               |       |
|-------------------------------|-------|
| 一、脂肪的测定 .....                 | (48)  |
| 二、脂肪酸的测定 .....                | (52)  |
| 第四节 维生素 .....                 | (59)  |
| 一、维生素 A 的测定 .....             | (60)  |
| 二、维生素 D 的测定 .....             | (66)  |
| 三、维生素 E 的测定 .....             | (73)  |
| 四、维生素 A、维生素 D、维生素 E 的测定 ..... | (79)  |
| 五、B 族维生素的测定 .....             | (81)  |
| 六、维生素 C 的测定 .....             | (99)  |
| 七、肉碱的测定 .....                 | (104) |
| 第五节 皂苷类 .....                 | (105) |
| 一、皂苷的显色鉴别 .....               | (105) |
| 二、比色法测定总皂苷 .....              | (106) |
| 三、HPLC 法测定皂苷 .....            | (108) |
| 四、TLC 法测定皂苷 .....             | (110) |
| 第六节 黄酮类 .....                 | (113) |
| 一、鉴别 .....                    | (113) |
| 二、含量测定 .....                  | (114) |
| 第七节 微量元素 .....                | (122) |
| 一、钙的测定 .....                  | (123) |
| 二、铁的测定 .....                  | (126) |
| 三、锌的测定 .....                  | (129) |
| 四、硒的测定 .....                  | (131) |
| 五、磷的测定 .....                  | (137) |
| 第八节 其他 .....                  | (139) |
| 一、松果体素的测定 .....               | (139) |
| 二、冬虫夏草中腺苷的测定 .....            | (142) |
| 三、大蒜辣素的测定 .....               | (144) |
| 四、血红素铁的测定 .....               | (146) |

|                       |       |
|-----------------------|-------|
| <b>第三章 卫生质量分析</b>     | (149) |
| <b>第一节 微生物的检验</b>     | (149) |
| 一、菌落总数的测定             | (150) |
| 二、霉菌和酵母总数的测定          | (152) |
| 三、大肠菌群检验              | (153) |
| 四、溶血性链球菌检验            | (157) |
| 五、金黄色葡萄球菌检验           | (159) |
| 六、沙门氏菌检验              | (161) |
| 七、志贺氏菌检验              | (164) |
| <b>第二节 重金属的检测</b>     | (166) |
| 一、砷的检测                | (166) |
| 二、镉的检测                | (171) |
| 三、铜的检测                | (176) |
| 四、汞的检测                | (182) |
| 五、铅的检测                | (184) |
| 六、锡的检测                | (189) |
| <b>第三节 农药残留和毒素的测定</b> | (192) |
| 一、有机磷的测定              | (193) |
| 二、有机氯的测定              | (200) |
| 三、毒素的测定               | (204) |
| <b>第四节 食品添加剂的测定</b>   | (212) |
| 一、山梨酸、苯甲酸的测定          | (212) |
| 二、糖精钠的测定              | (216) |
| 三、抗氧化剂的测定             | (220) |
| <b>第四章 剂型质量检验</b>     | (226) |
| <b>第一节 一般质量检验</b>     | (226) |
| 一、水分的测定               | (226) |
| 二、灰分的测定               | (229) |
| 三、pH 的测定              | (232) |

|                                      |       |
|--------------------------------------|-------|
| 四、固形物含量的测定 .....                     | (234) |
| 五、相对密度的测定 .....                      | (234) |
| 六、乙醇的测定 .....                        | (235) |
| 第二节 剂型质量检验 .....                     | (237) |
| 一、液体剂型的质量检验 .....                    | (237) |
| 二、酒剂的质量检验 .....                      | (237) |
| 三、固体剂型的质量检验 .....                    | (238) |
| 四、半固体剂型的质量检验 .....                   | (242) |
| 第五章 热点保健食品质量分析 .....                 | (244) |
| 第一节 人参类 .....                        | (244) |
| 一、样品制备 .....                         | (244) |
| 二、鉴别 .....                           | (245) |
| 三、含量测定 .....                         | (247) |
| 第二节 螺旋藻类 .....                       | (252) |
| 一、鉴别 .....                           | (254) |
| 二、GC 法测定 $\gamma$ -亚油酸含量 .....       | (254) |
| 三、类胡萝卜素的测定 .....                     | (254) |
| 第三节 鱼油类 .....                        | (257) |
| 一、GC 法测定鱼油中的廿碳五烯酸和廿二碳六烯酸<br>含量 ..... | (258) |
| 二、油脂酸值的测定 .....                      | (258) |
| 三、油脂过氧化值的测定 .....                    | (260) |
| 四、油脂碘值的测定 .....                      | (261) |
| 第四节 活菌制剂 .....                       | (263) |
| 一、设备与培养基 .....                       | (264) |
| 二、总体检验程序 and 操作方法 .....              | (266) |
| 三、常见活菌制剂的鉴别 .....                    | (267) |
| 第五节 蜂制品类 .....                       | (270) |
| 一、10-羟基-2-癸烯酸的测定 .....               | (272) |

|                              |              |
|------------------------------|--------------|
| 二、淀粉酶值的测定 .....              | (274)        |
| 三、过氧化氢酶的测定 .....             | (277)        |
| 四、四环素族抗生素的测定 .....           | (278)        |
| 五、羟甲基糠醛的测定 .....             | (279)        |
| 六、还原糖的测定 .....               | (283)        |
| 七、蔗糖的测定 .....                | (283)        |
| <b>第六章 常见原料药材的薄层色谱 .....</b> | <b>(284)</b> |
| <b>第一节 操作方法 .....</b>        | <b>(284)</b> |
| 一、薄层板的制备 .....               | (284)        |
| 二、点样 .....                   | (285)        |
| 三、展开 .....                   | (285)        |
| 四、检测 .....                   | (286)        |
| <b>第二节 原料的薄层层析 .....</b>     | <b>(287)</b> |
| 一、大黄 .....                   | (287)        |
| 二、山楂 .....                   | (288)        |
| 三、丹参 .....                   | (289)        |
| 四、五味子 .....                  | (290)        |
| 五、甘草 .....                   | (291)        |
| 六、白芍 .....                   | (292)        |
| 七、石斛 .....                   | (293)        |
| 八、冬虫夏草 .....                 | (294)        |
| 九、当归 .....                   | (295)        |
| 十、决明子 .....                  | (296)        |
| 十一、何首乌 .....                 | (297)        |
| 十二、芦荟 .....                  | (298)        |
| 十三、补骨脂 .....                 | (299)        |
| 十四、淫羊藿 .....                 | (300)        |
| 十五、黄芪 .....                  | (301)        |
| 十六、猴头菇 .....                 | (302)        |

|                               |              |
|-------------------------------|--------------|
| 十七、熊胆 .....                   | (303)        |
| <b>附录 有关保健食品厂家及产品简介 .....</b> | <b>(305)</b> |
| 一、康富来国际企业有限公司 .....           | (305)        |
| 二、珠海康奇有限公司 .....              | (306)        |
| 三、上海交大昂立股份有限公司 .....          | (307)        |

# 第一章 绪 论

## 第一节 保健食品的概念

### 一、保健食品的定义

保健食品又称为功能食品,系指具有特定保健功能的食品。我国卫生部 1996 年 3 月公布的“保健食品管理办法”对保健食品的定义是:保健食品系指具有特定保健功能的食品,即适宜于特定人群食用,具有调节机体功能,不以治疗为目的的食品。国家质量技术监督局 1997 年发布的保健(功能)食品通用标准(GB16740—97)对保健食品的定义是:保健(功能)食品是食品的一个种类,具有一般食品的共性,能调节人体的机能,适于特定人群食用,不以治疗疾病为目的。

保健食品需经中华人民共和国卫生部审批,卫生部对审查合格的保健食品发给批准证书和批准文号,并在外包装上印上天蓝色标志图案(图 1-1)。



图 1-1 保健食品标志图案

## 二、保健食品的具体要求

(1) 经必要的动物或人群功能试验,证明其具有明确、稳定的保健作用。

(2) 各种原料及其产品必须符合食品卫生要求,对人体不产生任何急性、亚急性或慢性毒性危害。

(3) 配方组成及用量必须具有科学依据,具有明确的功效成分。如在现有的技术条件下不能明确功效成分,应确定与保健功能有关的主要原料名称。

(4) 标签、说明书及广告不得宣传治疗效果和作用。

## 三、保健食品的功效成分

凡能激活人体酶的活性或经其他途径调节人体机能的物质,可视其为对人体有益的功效成分。主要包括:

(1) 多糖类:如膳食纤维、香菇多糖等。

(2) 功能性甜味料(剂)类:如单糖、低聚糖、多元糖醇等。

(3) 功能性油脂(脂肪酸)类:如不饱和脂肪酸、磷脂、胆碱等。

(4) 自由基清除剂类:如超氧化物歧化酶(SOD)、谷胱甘肽过氧化物酶等。

(5) 维生素类:如维生素 A、维生素 E、维生素 C、维生素 B 等。

(6) 肽与蛋白质类:如谷胱甘肽、免疫球蛋白等。

(7) 活菌剂类:如乳酸菌、双歧杆菌等。

(8) 微量元素类:如硒、锌等。

(9) 其他:如二十八烷醇、植物甾醇、皂甙(苷)等。

## 四、保健食品的分类

我国保健食品的分类方式有多种,按对人体保健功能划分为免疫调节、延缓衰老、改善记忆、改善睡眠、改善骨质、改善微循环、改善性功能、改善视力、改善胃肠道功能、促进生长发育、促进排铅、促进泌乳、减肥、抗疲劳、耐缺氧、抗辐射、抗突变、抗氧化、抑制肿瘤、调节血脂、调节血压、调节血糖、美容、护发、清嗓润喉等保健食品。

## 五、保健食品与一般食品的同异

### 1. 相同点

保健食品与一般食品的相同点是:它们都具有营养功能和感官功能。营养功能是指为人体提供蛋白质、脂肪、碳水化合物、维生素、微量元素等营养物质;感官功能是指为增进食欲和健康,所提供的食品要色、香、味俱全,使人喜食和欢心。

### 2. 不同点

保健食品中应含有某些生理活性物质,具有预防人体疾病和恢复、调节人体机能的保健功能。适于特定人群食用,特定生理活性物质只能适用于有此需要的人群,具体说,补钙补铁只能对缺钙缺铁的人有效,防止衰老只能对已有衰老征象的人有效,即保健食品有明确功效和特定的食用范围,一般食品无此要求。

## 六、保健食品与药品的区别

保健食品不以治疗疾病为目的,不追求短期疗效,不需要医生处方。药品有明确的服用剂量限制,用于治疗某种疾病,大多数药品有药理作用和副作用,需要医生处方。

## 第二节 保健食品质量控制的现状及措施

### 一、保健食品质量控制的现状

由于保健食品有着广阔的市场,利润较高,因此投资该行业者日益增多,已成为我国发展较快的新兴产业。

1996年3月卫生部发布了“保健食品管理办法”,对保健食品的审批、生产条件的审查、广告及市场管理等方面作了规范,产品质量逐年提高,但目前仍存在以下几个问题:

#### 1. 产品标签与批准证书不符

国家规定对保健食品的标签、说明书和广告宣传必须与批准证书相一致,不得含有“最新科学”、“最新技术”、“最先进加工工艺”等绝对化语言,不得出现与药品相混淆的用语,不得直接或者间接地宣传治疗作用,不得借助宣传某成分的作用明示或暗示该保健食品的治疗作用。目前市场上有不少保健食品没有按此规定执行,为了提高产品的身价,在广告和产品说明书上经常出现一些绝对化语言。有的产品只批准一两项功效,但被说成有多种功效,更有甚者将自己的产品吹得天花乱坠,说成包治百病的灵丹妙药,欺骗消费者。

#### 2. 假冒名牌,混淆视听

主要是市场上哪个产品好销,它的冒牌货就多。如“康富来”洋参系列产品好销,于是市场上就有“康利来”、“康福来”;三株口服液好销,于是你有三株我有“五株”、“六株”等;“脑白金”好销,于是把不是脑白金的产品也贴上脑白金蒙骗消费者。

### 3. 产品质量与质量标准不符

主要是偷工减料,以假充好,有效成分或主原料量不足。有的西洋参产品不含西洋参,鳖精产品不含鳖,燕窝产品无燕窝,活菌制剂无活菌;有的产品短斤缺两,如钙制品钙含量不足,奶制品蛋白质含量不足,维生素产品维生素含量少,酶产品酶活性低等,欺骗消费者。

卫生指标、杂质含量超过国家限定范围。有的婴儿及孕妇保健产品重金属铅、汞和砷超过国家限量标准 3~10 倍;有些 AD 钙奶饮品菌落总数超过 20 万个/ml,大肠菌群严重超标后产气,使罐装瓶爆炸;有的抗疲劳产品加入兴奋剂;有的减肥产品加入激素;有的西洋参产品和螺旋藻产品灰分达 10%~20%,严重影响食用者的身心健康。

### 4. 质量标准制订得不科学

质量标准是衡量产品质量的依据,若质量标准制订得不严密、不科学,控制质量就成了一句空话。主要表现为:质量标准中的指标测定方法无特异性,不能专一性地表示产品的主成分,又无补偿手段,尤其是以动、植物为主要原料的保健食品;同一种类的保健食品测定方法不统一,加之方法间原理相差甚远,可比性差,质量难以评定比较。

## 二、保健食品质量控制的措施

提高保健食品的质量要进行综合治理,质量监督部门、生产企业和消费者都要提高认识,齐抓共管。

要保证保健食品的质量,首先要有一套完整的质量检测体系,以控制其内在质量。具体来说,质量监督部门要加强执法力度,定期检查,发现不合格产品要公开曝光、查封、销毁,并按照国家有关规定进行处罚。生产企业要有严格的质量责

任制,生产必须实程序化、标准化、规范化,对于产品原料、生产工艺、设备、包装、仓储及销售等一系列环节实行全面质量管理,不合格产品不得出厂销售。消费者要学习保健食品有关法规和知识,提高选择和鉴别保健食品真伪的能力,切勿上当受骗。其次要健全保健食品宣传广告的审查制度,各生产单位产品广告要有专门机构审查审批,避免虚假广告,贻误消费者。

### 第三节 保健食品质量标准制订

目前保健食品除有害物质等卫生指标国家有强制性限量要求,部分功效成分的测定方法有统一规定外,其余则无统一的标准及测定方法。每一个产品都要制订相应的质量标准,满足企业组织生产和经营管理的需要,同时作为质量监督管理部门执行监督检验时判断该产品质量优劣的依据,所制订的产品质量标准需得到当地技术质量监督部门的审查,审查合格后给予登记编号,即成为该产品的质量标准。

科学合理地制订质量标准,要掌握以下原则:

(1) 对功效成分清楚的产品,建立其定性、定量的方法,方法特异性强的可直接定量,无特异性的定量方法,应有特异的定性方法,起到鉴别真伪、确定有效成分的作用。

(2) 对功效成分不清楚的产品,建立其主原料的定性、定量方法,以确定产品中药材的存在及含量。

(3) 对无特异性测定方法的产品,应加强方法研究力度,早日建立可行的方法,用共性成分的测定方法为过渡方法,除了有功效成分的定性定量指标外,应有营养成分的指标,标准中所使用的方法应引用国标中的方法或经典方法,应充分运

用现代科学的测试手段,使 TLC 法(薄层层析法)、GC 法(气相色谱法)、HPLC 法(高效液相色谱法)等成为分析的重要方法。

保健食品质量标准主要内容如下:

(1) 原料要求:主要为原料的名称和验收方法。

(2) 感官要求:主要有色泽、滋味、气味、性状等内容。

色泽:根据观察产品的颜色而定。

滋味、气味:用口尝和鼻嗅的方法确定,不得有令人厌恶的气味和滋味。

性状:主要指是固体还是液体。

(3) 功效成分及测定方法:功效成分在本章第一节中已全部列出,保健食品应含有与功能相对应的功效成分及功效成分最低有效含量,有的有效成分还要控制最高含量。测定方法本书将作详细介绍。

(4) 有害金属及有害物质的限量:应符合类属产品的国家卫生标准的规定,如无对应的类属产品应符合表 1-1 的规定。

表 1-1 铅、砷、汞的限量

| 项 目       | 限 量  |                                      |
|-----------|------|--------------------------------------|
|           | 一般产品 | 个 别 产 品                              |
| 铅,mg/kg,≤ | 0.5  | 一般胶囊产品为 1.5;以藻类和茶类为原料的固体饮料和胶囊产品为 2.0 |
| 砷,mg/kg,≤ | 0.3  | 以藻类和茶类为原料的固体饮料和所有胶囊产品为 1.0           |
| 汞,mg/kg,≤ | —    | 以藻类和茶类为原料的固体饮料和所有胶囊产品为 0.3           |

(5) 微生物限量:微生物限量应按其产品形态符合表 1-2 的规定。

表 1-2 微生物的限量

| 项 目                               | 限 量                |                 |                    |                 |
|-----------------------------------|--------------------|-----------------|--------------------|-----------------|
|                                   | 液 态 产 品            |                 | 固 态 或 半 固 态 产 品    |                 |
|                                   | 蛋白质 $\geq$<br>1.0% | 蛋白质 $<$<br>1.0% | 蛋白质 $\geq$<br>4.0% | 蛋白质 $<$<br>4.0% |
| 细菌总数,cfu/g 或 cfu/ml, $\leq$       | 1 000              | 100             | 30 000             | 1 000           |
| 大肠菌群,MPN/100g 或 MPN/100ml, $\leq$ | 40                 | 6               | 90                 | 40              |
| 霉菌,cfu/g 或 cfu/ml, $\leq$         | 10                 | 10              | 25                 | 25              |
| 酵母,cfu/g 或 cfu/ml, $\leq$         | 10                 | 10              | 25                 | 25              |
| 致病菌(指肠道致病菌和致病性球菌)                 | 不 得 检 出            |                 |                    |                 |