

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20220081

中悦牌人参黄精黄芪酒

- 【原料】 罗汉果、黄芪、黄精、枸杞子、大枣、人参
- 【辅料】 米酒、纯化水
- 【生产工艺】 本品经浸泡（罗汉果、黄芪、黄精、枸杞子、大枣、人参，6倍量50° 米酒浸泡30d）、过滤、配制、灌装、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】 玻璃瓶应符合GB/T 24694的规定。
- 【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	具本品特有的滋味、气味
性状	棕褐色液体，放置过程偶见少许絮状沉淀，摇匀即散
杂质	无正常视力可见外来杂质

【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
酒精度（V/V），°	35±1	GB 5009.225
总固形物，g/100mL	≥1.5	GB/T 10345
甲醇（以酒精度100%计），g/L	≤0.6	GB 5009.266
铅（以Pb计），mg/L	≤0.5	GB 5009.12
总砷(以As计)，mg/L	≤0.3	GB 5009.11
六六六，mg/L	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/L	≤0.2	GB/T 5009.19

氰化物（以HCN计，酒精度10%），mg/L	≤8.0	GB 5009.36
------------------------	------	------------

【标志性成分含量测定】 应符合表3的规定。

表3 标志性成分含量测定

项 目	指 标	检测方法
黄芪甲苷，mg/100mL	≥1.6	1 黄芪甲苷的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），mg/100mL	≥153	2 总皂苷的测定

1 黄芪甲苷的测定

1.1 原理：目前，《中华人民共和国药典》中黄芪甲苷的质量标准是以黄芪甲苷作为对照品，采用薄层色谱扫描法进行含量测定，该方法在含有其他皂苷类成分的中药共存时，常因薄层色谱灵敏度不足而使分离度下降，而难以应用。本法对复方制品中的黄芪甲苷采用固相萃取预处理，用高效液相色谱紫外检测，外标法定量。

1.2 仪器

1.2.1 高效液相色谱仪。

1.2.2 紫外检测器。

1.3 水浴锅。

1.3.1 带冷凝管的提取回流装置（150mL）。

1.3.2 C₁₈预处理小柱。

1.4 试剂

1.4.1 黄芪甲苷对照品（含量测定用）：中国食品药品检定研究院。准确称取黄芪甲苷对照品8.0mg，用甲醇溶解并定容于20mL量瓶中，再用甲醇稀释成80、160、240、320、400μg/mL溶液。

1.4.2 甲醇：分析纯、色谱纯。

1.4.3 乙腈：色谱纯。

1.4.4 乙醚：分析纯。

1.4.5 正丁醇：分析纯。

1.4.6 氨水：分析纯。按《中华人民共和国药典》配制氨试液：浓氨水400mL加水至1000mL。

1.4.7 水：双蒸水。

1.5 测定步骤

1.5.1 样品提取：取液体试样30~50mL减压浓缩至近干，加水20mL使溶解，置于分液漏斗中，用等量的乙醚溶液提取2次，弃醚液，再用水饱和的正丁醇每次20mL振摇提取4次，合并正丁醇液，用氨试液洗涤2次，每次20mL，弃氨液，将正丁醇液回收至干，残渣加水5mL使溶解，通过预处理好的C₁₈小柱（先用5mL甲醇、5mL水预洗），以水3mL洗脱，弃去水液，再用80%甲醇10mL洗脱，收集洗脱液蒸干，用甲醇溶解，并转移至2~5mL量瓶中（根据含量而定），用甲醇稀释至刻度，摇匀，此为供试品溶液。

1.5.2 色谱条件

1.5.2.1 色谱柱：Kromasil C₁₈，5μm，250mm×4.6mm。

1.5.2.2 流动相：乙腈+水（1+2，V/V）。

1.5.2.3 检测波长：200nm。

1.5.2.4 流速：1.0mL/min。

1.5.2.5 进样量：5~10μL。

1.5.3 标准及样品测定：分别取样品液和各标准液10μL，注入高效液相色谱仪中，记录相应的峰面积，以标准液的浓度和峰面积值作图，并由样品液的峰面积计算出样品中被测物的含量。

1.6 结果计算

$$X = \frac{c \times V}{m \times 1000} \times 100$$

式中：

X—样品中黄芪甲苷的含量，mg/100mL；
c—从标准曲线查得样液中黄芪甲苷的质量，μg；

m—样品质量，mL；
V—样品定容体积，mL；
1000—μg换算成mg的换算系数。

1.7 注释

1.7.1 本方法线性范围为80~400μg/ml，r=0.9997。

1.7.2 本方法平均回收率为98.3%（n=3）。

1.7.3 精密度：RSD=2.5%（n=5）。

2 总皂苷的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

2.1 试剂

2.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂，Sigma化学公司、U.S.A.。

2.1.2 正丁醇：分析纯。

2.1.3 乙醇：分析纯。

2.1.4 中性氧化铝：层析用，100~200目。

2.1.5 人参皂苷Re：购自中国食品药品检定研究院。

2.1.6 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。

2.1.7 高氯酸：分析纯。

2.1.8 冰乙酸：分析纯。

2.1.9 人参皂苷Re标准溶液：精确称取人参皂苷Re标准品0.020g，用甲醇溶解并定容至10.0mL，即每毫升含人参皂苷Re2.0mg。

2.2 仪器

2.2.1 比色计。

2.2.2 层析柱。

2.3 实验步骤

2.3.1 试样处理：含乙醇的补酒类保健食品，吸取1.0mL试样放水浴挥干，用水浴溶解残渣，用此液进行柱层析。

2.3.2 柱层析：用10mL注射器作层析管，内装3cmAmberlite-XAD-2大孔树脂，上加1cm中性氧化铝。先用25mL70%乙醇洗柱，弃去洗脱液，再用25mL水洗柱，弃去洗脱液，精确加入1.0mL已处理好的试样溶液（见2.3.1），用25mL水洗柱，弃去洗脱液，用25mL70%乙醇洗脱人参皂苷，收集洗脱液于蒸发皿中，置于60℃水浴挥干。以此作显色用。

2.3.3 显色：在上述已挥干的蒸发皿中准确加入0.2mL5%香草醛冰乙酸溶液，转动蒸发皿，使残渣都溶解，再加0.8mL高氯酸，混匀后移入5mL带塞刻度离心管中，60℃水浴上加热10min，取出，冰浴冷却后，准确加入冰乙酸5.0mL，摇匀后，以1cm比色池于560nm波长处与标准管一起进行比色测定。

2.3.4 标准管：吸取人参皂苷Re标准溶液（2.0mg/mL）100μL放蒸发皿中，放在水浴挥干（低于60℃），或热风吹干（勿使过热），以下操作从“2.3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

2.4 计算

$$X = \frac{A_1}{A_2} \times C \times \frac{V}{m} \times \frac{100}{1000} \times \frac{1}{1000}$$

式中：

X—试样中总皂苷含量（以人参皂苷Re计），g/100g；

A₁—被测液的吸光度值；

A₂—标准液的吸光度值；

C—标准管人参皂苷Re的量，μg；

V—试样稀释体积，mL；

m—试样质量，g。

计算结果保留二位有效数字。

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】

应符合《中华人民共和国药典》中“制剂通则”项下“酒剂”的规定。

【原料科质量要求】

1. 罗汉果：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 黄芪：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 3. 黄精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 4. 枸杞子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 5. 大枣：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 6. 人参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 7. 米酒：应符合GB 2757《食品安全国家标准 蒸馏酒及其配制酒》的规定。
 8. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-