

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20220179

天地从容牌肉苁蓉西洋参枸杞子酒

- 【原料】 肉苁蓉、西洋参、枸杞子、酒黄精、红花
- 【辅料】 白酒、纯化水、冰糖
- 【生产工艺】 本品经粉碎、浸渍（10倍量56%vol白酒浸泡48 h）、渗漉、调配（纯化水调至36%vol，加冰糖，加36%vol白酒）、静置、低温陈酿（4℃，14d以上）、过滤、灌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】 晶质料玻璃瓶应符合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	琥珀色
滋味、气味	具特有的馥郁药香和酒香，诸香和谐，酒体醇和，爽口，无异味
性状	酒质透明，允许有少许沉淀
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
酒精度（20℃），%vol	36±1.0	GB 5009.225
总固体，%	≥0.8	《中华人民共和国药典》
总酸（以乙酸计），g/L	≤3.0	GB/T 15038
总糖（以葡萄糖计），g/L	≤150	GB/T 15038
总酯（以乙酸乙酯计），g/L	≥0.35	GB/T 27588
干浸出物，g/L	≥0.30	GB/T 15038
甲醇（按100%酒精度折算），g/L	≤0.6	GB 5009.266

氰化物（以HCN计，按100%酒精度折算），mg/L	≤8.0	GB 5009.36
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5	GB 5009.12
总砷(以As计)，mg/kg	≤0.3	GB 5009.11
六六六，μg/mL	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕，μg/mL	≤0.2	GB/T 5009.19

【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/mL	≤1000	GB 4789.2
大肠菌群，MPN/mL	≤0.43	GB 4789.3 “MPN计数法”
霉菌和酵母，CFU/mL	≤50	GB 4789.15
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4

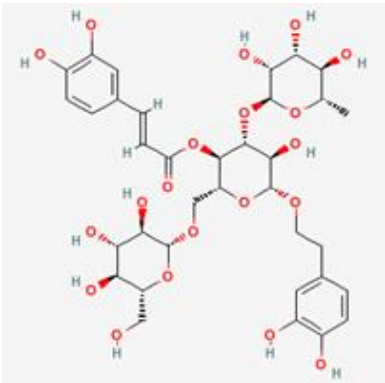
【标志性成分含量测定】 应符合表4的规定。

表4 标志性成分含量测定

项 目	指 标	检测方法
松果菊苷，mg/100mL	≥115	1 松果菊苷的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），mg/100mL	≥60	2 总皂苷的测定

1 松果菊苷的测定

1.1 原理：松果菊苷是肉苁蓉主要生物活性成分之一，是苯乙醇苷类化合物，极性较大，易溶于强极性溶剂。其化学结构式为：



用甲醇+水（50+50）作为溶剂，提取保健食品中的松果菊苷，用高效液相色谱仪紫外检测器在330nm条件下检测，以松果菊苷保留时间定性，峰面积定量。

1.2 试剂

所用试剂除特殊注明外，均为分析纯；实验用水为去离子水或同等纯度的蒸馏水。

- 1.2.1 甲醇（色谱纯）。
- 1.2.2 甲酸（分析纯）。
- 1.2.3 标准品来源纯度：松果菊苷标准品（中国食品药品检定研究院，供含量测定用）。
- 1.2.4 松果菊苷标准溶液：取松果菊苷对照品适量，精密称定，加50%甲醇制成每1mL含0.51 mg的溶液。
- 1.3 仪器
- 1.3.1 高效液相色谱仪（waters，美国）。
- 1.3.2 检测器：二极管阵列。
- 1.3.3 超声波清洗器。
- 1.4 色谱条件：以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇为流动相A，以0.1%甲酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长：330 nm；柱温：35 ℃。理论板数按松果菊苷峰计算应不低于3000。

时间（min）	流动相A(%)	流动相B（%）
0~17	26.5	73.5
17~20	26.5→29.5	73.5→70.5
20~35	29.5	70.5

- 1.5 标准曲线的制备：精密吸取上述松果菊苷标准溶液0.5、1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0、12.0μL，按上述色谱条件测定峰面积，以松果菊苷峰面积为纵坐标，进样量为横坐标绘制标准曲线。
- 1.6 样品处理：精密量取本品5mL，置50mL棕色容量瓶，加入50%甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。
- 1.7 样品测定：以上样品提取液经滤膜（0.45μm）精滤后，取10μL注入高效液相色谱仪中测定，记录组分峰面积，在标准曲线上查出相应的松果菊苷的质量。

标准品色谱图见图1，样品色谱图见图2。

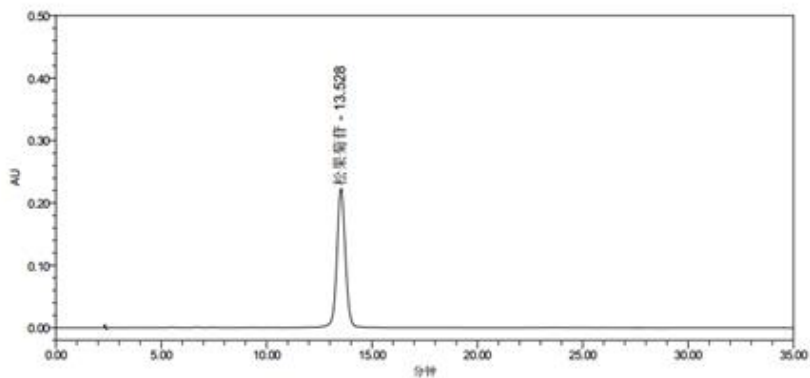


图1 标准品松果菊苷色谱图

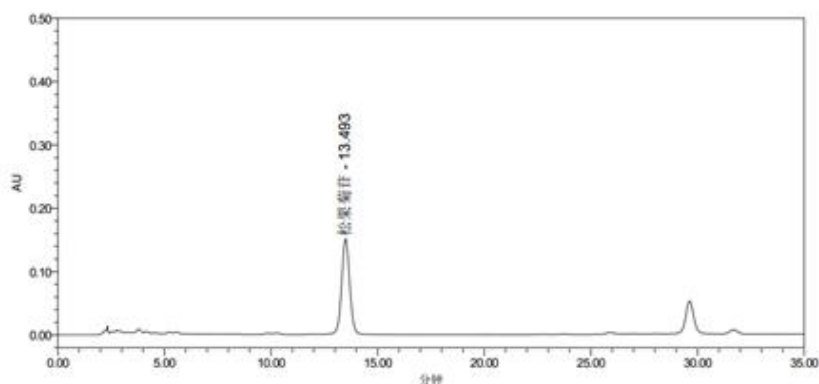


图2 样品中松果菊苷色谱图

1.8 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times n}{V \times 1000} \times 100$$

式中：

C—样品中松果菊苷含量，mg/100mL；

V—样品体积，mL；

m_1 —由标准曲线上查出相应的松果菊苷的质量， μg ；

n—稀释倍数；

1000— μg 换算成mg。

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。

【原辅料质量要求】

1. 肉苁蓉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 西洋参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 3. 枸杞子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 4. 酒黄精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 5. 红花：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 6. 白酒：应符合GB/T 10781.2《清香型白酒》的规定。
 7. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 8. 冰糖：应符合GB/T 35883《冰糖》的规定。
-