

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190339

康美牌红参酒

【原料】 红参

【辅料】 白酒、白砂糖、纯化水

【生产工艺】 本品经浸渍提取（30天，每隔3天循环一次）、勾兑、配制、过滤、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】 白酒瓶应符合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	红棕色
滋味、气味	醇和，舒顺谐调，酒体完整，具有相应的植物香气和酒香，诸香和谐纯正
性状	液体，澄清透明，无沉淀及悬浮物（12个月以上的瓶装产品酒允许出现少量的沉淀）
杂质	无正常视力可见外来异物

【鉴别】 取本品100mL，水浴蒸干，加甲醇适量使溶解，作为供试品溶液。另取人参对照药材1g，加水煎煮2h，滤过，滤液通过D101型大孔吸附树脂柱（内径为1cm，柱高为15cm），用水洗至无色，弃去水液，再用60%乙醇20mL洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇10mL使溶解，作为对照药材溶液。再取人参皂苷Rb1对照品、人参皂苷Re对照品、人参皂苷Rg1对照品，加甲醇制成每1mL各含2mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中华人民共和国药典》2015年版四部 0502 薄层色谱法）试验，吸取上述三种溶液各2μL，分别点于同一硅胶G薄层板（高效板）上。以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15:40:22:10）10℃以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【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)	37.0±1.0	GB 5009.225
总酸（以乙酸计），g/L	≤1.5	GB/T 10345
总酯（以乙酸乙酯计），g/L	≥0.06	GB/T 10345
总糖（以葡萄糖计），g/100mL	≤12	GB 5009.7
总固体，g/L	≥6.0	《中华人民共和国药典》
甲醇，g/L	≤2	GB 5009.266
氰化物（以氢氰酸计），mg/100mL	≤0.8	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，mg/kg	≤0.05	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤0.05	GB/T 5009.19

甲醇、氰化物指标均按100%酒精度折算。

【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
总皂苷（以人参皂苷Re计），mg/100mL	≥100	1 总皂苷的测定
人参皂苷Rg1、Re和Rb1之和，mg/100mL	≥45	2 人参皂苷Rg1、Re和Rb1的测定

1 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））

1.1 试剂

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

1.1.2 正丁醇：分析纯。

1.1.3 乙醇：分析纯。

1.1.4 中性氧化铝：层析用，100～200目。

1.1.5 人参皂苷Re：购自中国食品药品检定研究院。

1.1.6 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。

1.1.7 高氯酸：分析纯

1.1.8 冰乙酸：分析纯

1.1.9 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。

1.2 仪器

1.2.1 比色计

1.2.2 层析柱

1.3 实验步骤

1.3.1 试样处理

1.3.1.1 固体试样：称取1.000g左右的试样（根据试样含人参量定），置于100mL容量瓶中，加少量水，超声30min，再用水定容至100mL，摇匀，放置，吸取上清液1.0mL进行柱层析。

1.3.1.2 液体试样：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。

非乙醇类的液体试样：吸取1.0mL试样（假如浓度高、或颜色深，需稀释一定体积后再取1.0mL）进行柱层析。

1.3.2 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1.3.1），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。

1.3.3 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。

1.3.4 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“1.3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

1.4 计算：

$$X = (A_1 \times C \times V \times 100 \times 1) / (A_2 \times m \times 1000 \times 1000)$$

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。

2 人参皂苷Rg1、Re和Rb1的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版）中“人参皂苷的测定”）

2.1 适用范围

本方法规定了人参含片、人参冲剂、人参茶、人参胶囊等以人参为主要原料的保健食品中人参皂苷的含量的HPLC的测定方法。

本方法适用于人参含片、人参冲剂、人参茶、人参胶囊等以人参为主要原料的保健食品中人参皂苷的含量的HPLC的测定方法。

本方法的六种皂苷的最低检出量为10mg/kg。

本方法的六种皂苷的最佳线性范围：0.1~1mg/mL。

2.2 原理：将试样中的人参皂苷溶解、提取，经净化处理后，使用梯度洗脱反相高效液相色谱进行分离，紫外检测器（UV）检测，根据色谱峰的保留时间定性，外标法定量，适用于保健食品中人参皂苷Re、Rg1、Rb1、Rc、Rb2、Rd的同时定量分析。

2.3 试剂

实验用水为去离子水。

2.3.1 乙腈：色谱纯，200nm吸光度值为0.021。

2.3.2 甲醇：分析纯。

2.3.3 101大孔吸附树脂。

2.3.4 高效液相色谱流动相：梯度淋洗A液为乙腈，B液为水。

2.3.5 人参皂苷Re、Rg1、Rb1、Rc、Rb2、Rd标准品：含量大于98%（HPLC）。

2.3.6 人参皂苷Re、Rg1、Rb1、Rc、Rb2、Rd标准溶液的配制：配制人参皂苷Re、Rg1、Rb1、Rc、Rb2、Rd标准储备液，浓度分别为10mg/mL；再以此储备液配制成混合标准系列溶液，浓度范围为0.1~1mg/mL；所有标准溶液均用甲醇配制。

2.4 仪器设备

2.4.1 高效液相色谱仪：双高压输液泵，附紫外检测器。

2.4.2 超声波清洗器。

2.4.3 离心机。

2.4.4 水浴锅。

2.5 分析步骤

2.5.1 固体试样处理：取片剂或胶囊内容物研成粉末，并过20目筛；精确称取该粉末样适量于50mL具塞试管中，加水50mL于超声波清洗器中超声提取30分钟，取出，待溶液恢复常温后，准确取出10mL，通过D—101大孔吸附树脂净化柱（大孔吸附树脂使用前先经甲醇浸泡，水洗，装成10cm长小柱），小柱先用10mL水冲洗，弃去水液之后，用70%甲醇25mL洗脱皂苷，收集甲醇溶液，水浴上蒸干，残渣以甲醇溶解并定容至5mL，该样液离心后过0.5μm膜，滤液进行色谱分析。

液体试样处理：取一定量的试样于水浴上蒸干，残渣以50mL水超声提取30分钟，余下步骤与2.5.1相同。

2.5.2 测定：

2.5.2.1 液相色谱参考条件

2.5.2.1.1 色谱柱：反相C₁₈柱，4.6×250mm，5μm。

2.5.2.1.2 紫外检测器：检测波长203nm。

2.5.2.1.3 梯度淋洗条件：

时间（分钟）	乙腈（%）	水（%）	流速（ML/min）	梯度曲线
0	16	84	1.0	1
20	18	82	1.0	6
55	40	60	1.0	6
65	40	60	1.0	6
75	100	0	1.0	1
80	16	84	1.0	1

2.5.2.1.4 柱温：35℃。

2.5.2.2 色谱分析 2.5.2.2.1 标准曲线的制备：将混合标准系列溶液均取5μL进HPLC分析，用峰面积对浓度作各皂苷的标准回归曲线。

2.5.2.2.2 试样测定：取5μL试样净化液进高效液相色谱分析，以绝对保留时间定性，用峰面积通过各皂苷的标准曲线定量计算试样中人参皂苷Re、Rg

1、Rb1、Rc、Rb2、Rd的含量。

2.6 分析结果表述

2.6.1 计算

试样中各人参皂苷的含量（g/100g）=（C×5×5×100）/（m×1000）

式中：

C—试样溶液中各人参皂苷的含量，mg/mL；

m—试样质量，g。

试样中总人参皂苷的含量（g/100g）=C_{Re}+C_{Rg1}+C_{Rb1}+C_{Rc}+C_{Rb2}+C_{Rd}

式中：

C_{Re}—试样中Re的含量，g/100g；

C_{Rg1}—试样中Rg1的含量，g/100g；

C_{Rb1}—试样中Rb1的含量，g/100g；

C_{Rc}—试样中Rc的含量，g/100g；

C_{Rb2}—试样中Rb2的含量，g/100g；

C_{Rd}—试样中Rd的含量，g/100g。

2.6.2 结果表示：计算结果保留三位有效数字

【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. 红参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 白酒：应符合GB/T 10781.3《米香型白酒》的规定。
 3. 白砂糖：应符合GB/T 317《白砂糖》的规定。
 4. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-