

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20060151

宗根雄鼎牌补骨脂淫羊藿酒

- 【原料】 补骨脂、石决明、淫羊藿
- 【辅料】 白酒、白砂糖
- 【生产工艺】 本品经冷浸、过滤、溶解、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QB/T 3562和GB 4806.5的规定，瓶盖及垫片应符合GB 4806.7和GB 4806.9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	浅棕色
滋味、气味	具本品独特风格，具相应的植物香和酒香，诸香和谐纯正，无异臭，醇和，舒顺谐调，酒体完整，无异味
性状	澄清透明液体，无沉淀及悬浮物
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，20℃，%vol	33±1.0	GB 5009.225
总糖（以葡萄糖计），g/100mL	4.55～5.45	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

总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.02	GB 5009.17
六六六, mg/L	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/L	≤0.2	GB/T 5009.19
总固体, g/100mL	≥3.0	GB/T 10345

【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
淫羊藿苷, mg/100mL	≥2.8	1 淫羊藿苷的测定
补骨脂素, mg/100mL	≥13.0	2 补骨脂素、异补骨脂素的测定
异补骨脂素, mg/100mL	≥10.0	2 补骨脂素、异补骨脂素的测定

1 淫羊藿苷的测定

1.1 原理：将酒液50mL在水浴上蒸至10mL，加醋酸乙酯提取，置于已处理好的聚酰胺柱内，加乙醇洗脱，再用醋酸乙酯洗脱，收集醋酸乙酯洗脱液于蒸发器中，置水浴上蒸干，残渣加甲醇适量使溶解，转移到5mL容量瓶中，加甲醇至刻度、摇匀，即得。注入SP-8800高效液相色谱仪中测定峰面积，按外标法计算含量。

1.2 试剂

1.2.1 淫羊藿苷对照品：供含量测定用，中国食品药品检定研究院。

1.2.2 淫羊藿苷标准溶液：精密称取淫羊藿苷对照品适量，加甲醇溶解成每1mL含0.025mg的溶液作为对照品溶液。

1.2.3 蒸馏水。

1.2.4 醋酸乙酯。

1.2.5 聚酰胺。

1.2.6 20%乙醇。

1.2.7 甲醇。

1.2.8 0.1mol/L磷酸二氢钠水溶液。

1.3 仪器

1.3.1 水浴蒸发锅。

1.3.2 聚酰胺柱。

1.3.3 SP-8800高效液相色谱仪。

1.3.4 数据处理机SP-4270。

1.4 色谱条件

1.4.1 4mm×250 C₁₈-ODS柱。

1.4.2 数据处理机SP-4270。

1.4.3 流速：0.8mL/min。

1.4.4 柱温：室温。

1.4.5 检测波长：270nm。

1.4.6 流动相：甲醇-0.1mol/L磷酸二氢钠水溶液（6:5）。

1.4.7 进样量：10μL。

1.5 供试品溶液：精密量取样品50mL，置水浴上蒸至10mL。移至分液漏斗中，用水40mL分次洗涤蒸发皿，洗液合并置分液漏斗中，加醋酸乙酯提取4次，每次25mL。合并醋酸乙酯液，水浴蒸干，残渣加水10mL溶解，置于已处理好的聚酰胺柱内（内径约0.9cm，聚酰胺2g，温法装柱），加20%乙醇50mL洗脱，弃去洗脱液，再用醋酸乙酯60mL分次洗脱，收集醋酸乙酯洗脱液于蒸发器中，置水浴上蒸干，残渣加甲醇适量使溶解，转移到5mL容量瓶中，加甲醇至刻度、摇匀，即得。

1.6 色谱分析：取10μL淫羊藿苷标准溶液及试样溶液注入色谱仪中，以保留时间定性，以试样峰高或峰

面积与标准比较定量。

1.7 标准曲线制备：精密称取淫羊藿苷对照品适量，加甲醇溶解，分别配制浓度为0.010、0.012、0.014、0.016、0.018、0.020、0.022、0.024、0.025、0.026、0.027、0.029、0.030、0.032、0.034、0.036、0.038、0.040mg/mL淫羊藿苷对照品标准溶液，在1.4项色谱条件下进行液相色谱分析，以峰高或峰面积对浓度作标准曲线。

1.8 样品测定：取淫羊藿苷对照品标准溶液与供试品溶液分别进样10 μ L，测定峰面积，以外标法计算即得。

2 补骨脂素、异补骨脂素的测定

2.1 原理：将试样在水浴上浓缩提取蒸干，加甲醇溶解，作为供试品溶液，采用HPLC法定量检测。

2.2 试剂

2.2.1 补骨脂素、异补骨脂素：中国食品药品检定研究院。

2.2.2 补骨脂素标准溶液、异补骨脂素标准溶液：精密称取干燥至恒重的对照品补骨脂素12.0mg和异补骨脂素10.0mg于100mL容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，即得0.120mg/mL的补骨脂素溶液和0.100mg/mL的异补骨脂素溶液；

2.2.3 0.1mol/L磷酸盐缓冲液：0.1mol/L磷酸二氢钠、0.1mol/L磷酸，调节pH值7.0。

2.2.4 甲醇。

2.2.5 醋酸乙酯。

2.3 仪器

2.3.1 水浴蒸发锅。

2.3.2 Spectra SYSTEM P4000高效液相色谱仪。

2.3.3 UV2000紫外检测器。

2.3.4 N2000工作站。

2.4 色谱条件

2.4.1 色谱柱：HYPERASIL ODS C₁₈（250mm $\times$ 4.6mm，5 μ m，大连依利特科学有限公司）。

2.4.2 流动相：0.1mol/L磷酸盐缓冲液-甲醇=45:55。

2.4.3 流速：1.0mL/min。

2.4.4 检测波长：246nm；

2.4.5 柱温：室温。

2.5 供试品溶液：精密量取试样20mL，置水浴上加热浓缩至10mL，加醋酸乙酯振摇提取2次，每次10mL，提取蒸干，残渣加甲醇10mL溶解，作为供试品溶液。

2.6 色谱分析：取10 μ L标准溶液及试样溶液注入色谱仪中，以保留时间定性，以试样峰高或峰面积与标准比较定量。

2.7 标准曲线制备：精密称取105 $^{\circ}$ C干燥至恒重的补骨脂素和异补骨脂素对照品适量，加甲醇溶解，分别配制浓度为0.080、0.090、0.100、0.110、0.120、0.130、0.140、0.150、0.160、0.170mg/mL补骨脂素对照品溶液，和分别配制浓度为0.050、0.060、0.070、0.080、0.090、0.100、0.110、0.120、0.130、0.140、0.150mg/mL异补骨脂素对照品标准溶液，在给定的仪器条件下进行液相色谱分析，以峰高或峰面积对浓度作标准曲线。

2.8 样品测定：精密量取试样20mL，置水浴上加热浓缩至10mL，加醋酸乙酯振摇提取2次，每次10mL，提取蒸干，残渣加甲醇10mL溶解，作为供试品溶液。吸取对照品溶液与供试品溶液分别进样10 μ L，按2.4项色谱条件，进样测定峰面积，以外标法计算即得。

【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. 补骨脂、石决明、淫羊藿：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 白酒：应符合GB 2757《食品安全国家标准 蒸馏酒及其配制酒》的规定。

3. 白砂糖：应符合GB/T 317《白砂糖》的规定。
