

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190182

余定康牌石斛怀牛膝酒

【原料】 石斛、怀牛膝、杜仲、丹参

【辅料】 白酒、纯化水

【生产工艺】 本品经浸提（4倍量50%的白酒28±2℃浸泡10d，药渣加3倍量50%白酒浸泡10d）、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】 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	黄褐色
滋味、气味	中药芳香与酒香，微苦、无异味
性状	澄清透明液体
杂质	无肉眼可见外来杂质

【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
总固体，g/100mL	≥2	《中华人民共和国药典》
酒精度，%VOL	26±1	GB/T 5009.48
甲醇（100%酒精度折算），g/L	≤0.6	GB/T 5009.48
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	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/L	≤0.1	GB/T 5009.19
氰化物(100%酒精度折算, 以HCN计), mg/L	≤8.0	GB/T 5009.48

【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
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10

【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
粗多糖(以葡萄糖计), g/100mL	≥5.2	1 粗多糖的测定
总黄酮(以芦丁计), g/100mL	≥0.13	2 总黄酮的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理: 多糖经乙醇沉淀分离后, 去除其他可溶性糖及杂质的干扰, 糖与硫酸在沸水浴中加热脱水生成羟甲基呋喃甲醛(羟甲基糠醛), 再与蒽酮缩合成蓝绿色化合物, 其呈色强度与溶液中糖的浓度呈正比, 在620nm波长下比色定量。

1.2 仪器

1.2.1 离心机: 4000r/min。

1.2.2 离心瓶容量100mL或具塞10mL离心管。

1.2.3 分光光度计。

1.2.4 水浴锅。

1.3 试剂

实验用水为双蒸水; 所用试剂均为分析纯级。

1.3.1 葡萄糖标准液: 准确称取经过98~100℃干燥至恒重的葡萄糖对照品1.0000g, 加水溶解后以水稀释至1000mL, 此溶液1mL含1mg葡萄糖, 用前稀释10倍(0.1mg/mL), 现用现配。

1.3.2 0.2%蒽酮硫酸溶液: 精密称取0.2g蒽酮置于烧杯中, 缓慢加入100mL浓硫酸(分析纯), 溶解后呈黄色透明溶液, 现用现配。

1.4 标准曲线的绘制: 准确吸取葡萄糖标准液(0.1mg/mL) 0、0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0mL于10mL

具塞比色管中，加水至1.0mL，加入蒽酮硫酸溶液5mL，充分混匀，在沸水浴中加热10min，取出，在流水中冷却20min后，在620nm波长处以试剂空白调零，测定各管的吸光度值，绘制标准曲线。

1.5 样品处理：准确吸取均匀样品溶液15mL于100mL的离心瓶中，加15mL热水（温度>90℃）搅拌直至溶解无沉淀物为止，如样品难溶，可在沸水浴中加热30min后过滤，定容。取此待测液15mL加75mL无水乙醇搅拌均匀（若只有10mL离心管，则每管加入1.5mL样品溶液，后加7.5mL无水乙醇，加盖反复倾倒管子数次）。在离心机中以4000r/min离心10min，并小心弃去上清液，再加15mL热水（温度>90℃）冲洗离心瓶中沉淀物，或用1.5mL热水冲洗离心管中沉淀物，重复一次后再以4000r/min离心10min，小心地用吸管将上层液体吸去。用玻璃棒或小羹匙将沉淀物取出并转移至500mL酸水解瓶底部，取50mL热水（温度>90℃），其中部分用来冲洗离心瓶或离心管壁中剩余的沉淀物，将沉淀物一并转移至500mL酸水解瓶中，加入15mL浓盐酸于酸水解瓶中，开启冷凝水，在沸水浴中加热2h，冷却，然后先用40%的氢氧化钠粗调，后用稀的氢氧化钠细调，再置于pH计上调整pH在6.8~7.2之间，（不要用pH纸调试）。将已中和的酸解液转移至100~250mL容量瓶中（视糖浓度而定），加水定容。用滤纸过滤，滤液为待测液。

1.6 样品测定：准确吸取样品待测液10mL（含糖20~80μg），按标准曲线绘制步骤于620nm波长下测定吸光度值并求出样品含糖量。

1.7 结果计算

$$X = \frac{m_1}{m \times 1000} \times F \times n \times 100\%$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），g/100g；

m_1 —由标准曲线查得样品液含糖质量，mg；

m—样品质量，g；

n—稀释倍数；

F—换算因子。

换算因子的测定：准确称取被测物质的纯品20mg置于100mL容量瓶中，加蒸馏水溶解并稀释至刻度，吸取0.2~0.4mL于10mL具塞比色管中，加水至1.0mL按上法测定。从标准曲线查出供试液中相当于标准葡萄糖的质量（mg）。

$$F = \frac{m}{m_1 \times n}$$

式中：

F—换算因子；

m—多糖纯品的质量，mg；

m_1 —多糖纯品供试液中相当于标准葡萄糖的质量，mg；

n—供试液的稀释倍数。

2 总黄酮的测定（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 聚酰胺粉

2.1.2 芦丁标准溶液：称取5.0mg芦丁，加甲醇溶解并定容至100mL，即得50μg/mL。

2.1.3 乙醇：分析纯。

2.1.4 甲醇：分析纯。

2.2 分析步骤

2.2.1 试样处理：称取一定量的试样，加乙醇定容至25mL，摇匀后，超声提取20min，放置，吸取上清液1.0mL，于蒸发皿中，加1g聚酰胺粉吸附，于水浴上挥去乙醇，然后转入层析柱。先用20mL苯洗，苯液弃去，然后用甲醇洗脱黄酮，定容至25mL。此液于波长360nm测定吸收值。同时以芦丁为标准品，测定标准曲线，求回归方程，计算试样中总黄酮含量。

2.2.2 芦丁标准曲线：吸取芦丁标准溶液：0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL于10mL比色管中，加甲醇至刻度，摇匀，于波长360nm比色。求回归方程，计算试样中总黄酮含量。

2.3 计算和结果表示：

$$X = \frac{A \times V_2 \times 100}{V_1 \times M \times 1000}$$

式中：

X—试样中总黄酮的含量，mg/100g；

A—由标准曲线算得被测液中黄酮量，μg；

M—试样质量，g；

V₁—测定用试样体积，mL；

V₂—试样定容总体积，mL。

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. 石斛：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 怀牛膝：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 3. 杜仲：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 4. 丹参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 5. 白酒：应符合DBS53/007《食品安全地方标准云南小曲清香型白酒》的规定。
 6. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-