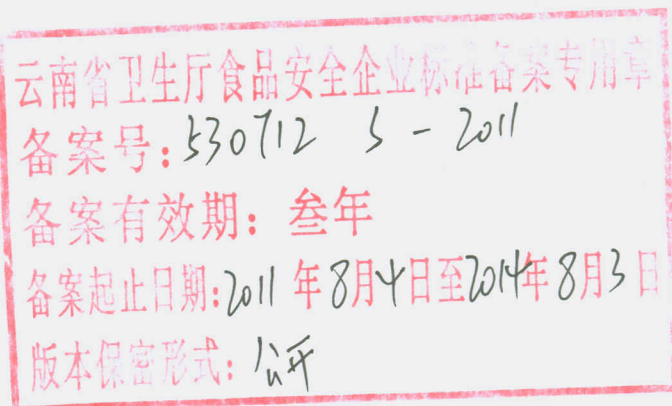


Q/YGX

云南港鑫生物科技有限公司企业标准

Q/YGX 0006 S—2011

天麻杜仲胶囊



2011-07-24 发布

2011-08-04 实施

云南港鑫生物科技有限公司 发布

前 言

我公司生产的天麻杜仲胶囊是以天麻、杜仲叶提取物为原料，经破碎、过滤、干燥、混合、装囊、包装等工艺制成的具有辅助降血压和改善睡眠保健功能的保健食品（批准文号：国食健字G20080341）。根据《中华人民共和国标准化法》的规定，特制定本标准，作为企业组织生产、贸易、检验、仲裁的依据。

本标准的安全性指标按照GB 16740-1997《保健（功能）食品通用标准》制定，其余指标根据产品实际制定。

本标准的附录A及附录B为规范性附录。

本标准由云南港鑫生物科技有限公司提出并起草。

本标准主要起草人：陶国闻、付石健、拜云江。

天麻杜仲胶囊

1 范围

本标准规定了天麻杜仲胶囊的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存等。

本标准适用于以天麻、杜仲叶提取物为原料，经破碎、过滤、干燥、混合、装囊、包装等生产工艺加工制成的保健食品。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 191 包装储运图示标志

GB 2760 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准

GB 4789.2 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定

GB/T 4789.3-2003 食品卫生微生物学检验 大肠菌群测定

GB 4789.4 食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验

GB 4789.5 食品安全国家标准 食品微生物学检验 志贺氏菌检验

GB 4789.10 食品安全国家标准 食品微生物学检验 金黄色葡萄球菌检验

GB/T 4789.11 食品卫生微生物学检验 溶血性链球菌检验

GB 4789.15 食品安全国家标准 食品微生物学检验 霉菌和酵母计数

GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB 5009.4 食品安全国家标准 食品中灰分的测定

GB/T 5009.11 食品中总砷及无机砷的测定

GB 5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定

GB/T 5009.17 食品中总汞及有机汞的测定

GB/T 5009.19 食品中有机氯农药多组分残留量的测定

GB 7718 食品安全国家标准 预包装食品标签通则

GB 16740 保健（功能）食品通用标准

GB 17405 保健食品良好生产规范

《中华人民共和国药典》（2010年版）一、二部

JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则

国家质量监督检验检疫总局令（2005）第75号《定量包装商品计量监督管理办法》

3 技术要求

3.1 原料及辅料要求

3.1.1 天麻：为兰科植物天麻 *Gastrodia elate* Bl. 的块茎，应符合《中华人民共和国药典》（2010年版）一部的要求。

3.1.2 杜仲叶提取物：应符合附录 B 的要求。

3.1.3 明胶空心胶囊：应符合《中华人民共和国药典》（2010年版）二部的要求。

3.2 感官要求

应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	要 求
色 泽	内容物呈灰白色至灰褐色。
滋味、气味	味微苦，具特有气味。
性 状	胶囊剂，完整光洁，无破裂；内容物为粉末。
杂 质	无肉眼可见的外来杂质。

3.3 功效成分

应符合表2的规定。

表2 功效成分

项 目	指 标
天麻素, mg/100g	≥ 50
绿原酸, mg/100g	≥ 500

3.4 理化指标

应符合表3的规定。

表3 理化指标

项 目	指 标
水分, %	≤ 9.0
灰分, %	≤ 6.0
崩解时限, min	≤ 20
铅（以Pb计），mg/kg	≤ 1.5
砷（以As计），mg/kg	≤ 1.0
汞（以Hg计），mg/kg	≤ 0.3
六六六, mg/kg	≤ 0.2
滴滴涕, mg/kg	≤ 0.2

3.5 微生物指标

应符合表4的规定。

表4 微生物指标

项 目	指 标
菌落总数, CFU/g	≤ 1000
大肠菌群, MPN/100g	≤ 40
霉菌, CFU/g	≤ 25
酵母菌, CFU/g	≤ 25
致病菌 (沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌、溶血性链球菌)	不得检出

3.6 保健功能

辅助降血压、改善睡眠。

3.7 适宜人群、不适宜人群

适宜人群为血压偏高者、睡眠状况不佳者, 不适宜人群为少年儿童、孕期及哺乳期妇女。

3.8 净含量

应符合《定量包装商品计量监督管理办法》的规定。

3.9 食品添加剂

3.9.1 食品添加剂质量应符合相应安全标准和有关规定。

3.9.2 食品添加剂的使用应符合 GB 2760 的规定

3.10 生产加工过程卫生要求

应符合GB 17405的规定。

4 试验方法

4.1 感官要求

取10粒被测胶囊, 将内容物倒入洁净的白瓷盘中, 在自然光下, 目视、鼻嗅、口尝。

4.2 功效成分

4.2.1 天麻素: 按附录 A. 1 规定的方法测定。

4.2.2 绿原酸: 按附录 A. 2 规定的方法测定。

4.3 理化指标

4.3.1 水分: 按 GB 5009.3 规定的方法测定。

4.3.2 灰分: 按 GB 5009.4 规定的方法测定。

4.3.3 铅: 按 GB 5009.12 规定的方法测定。

4.3.4 砷: 按 GB/T 5009.11 规定的方法测定。

4.3.5 汞: 按 GB/T 5009.17 规定的方法测定。

4.3.6 六六六、滴滴涕：按 GB/T 5009.19 规定的方法测定。

4.3.7 崩解时限：按《中华人民共和国药典》(2010 年版) 一部附录规定的方法测定。

4.4 微生物指标

4.4.1 菌落总数：按 GB 4789.2 规定的方法测定。

4.4.2 大肠菌群：按 GB/T 4789.3-2003 规定的方法测定。

4.4.3 霉菌和酵母菌：按 GB 4789.15 规定的方法测定。

4.4.4 致病菌(沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌和溶血性链球菌)：按 GB 4789.4、GB/T 4789.5、GB 4789.10、GB/T 4789.11 规定的方法测定。

4.5 净含量

按JJF 1070规定的方法测定。

5 检验规则

5.1 组批

同一原料、同一班次、生产的同一规格产品为一批。

5.2 抽样

在每批产品中随机抽取不少于10个最小包装，样品量不少于500克，分成两份，一份用于检验，另一份用作留样。

5.3 出厂检验

每批产品需经公司质量部门检验合格并附检验合格证后方可出厂，出厂检验项目为感官要求、天麻素、绿原酸、崩解时限、水分、菌落总数、大肠菌群、净含量。

5.4 型式检验

正常生产情况下，每半年进行一次，型式检验项目包括本标准技术要求的全部项目。有下列情况之一时，应进行检验：

- a) 原料及生产工艺有重大改变时；
- b) 停产半年以上恢复生产时；
- c) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- d) 国家质量管理部门提出要求时。

5.5 判定规则

检验结果中，微生物指标若有一项不合格，则判定该批产品不合格，不得复检；其它指标若有不合格项时，可以从同批产品中加倍抽样进行复检，以复检结果为准。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志

产品的标签和标识应符合GB 7718及GB 16740的规定。包装箱上的储运图示标志应符合GB/T 191的规定。

6.2 包装

内包装采用符合国家卫生要求的材料进行包装，包装应严密，封口牢固。外包装采用符合卫生要求的纸箱，封装应严密，捆扎牢固，封口牢固，外型整洁美观。

6.3 运输

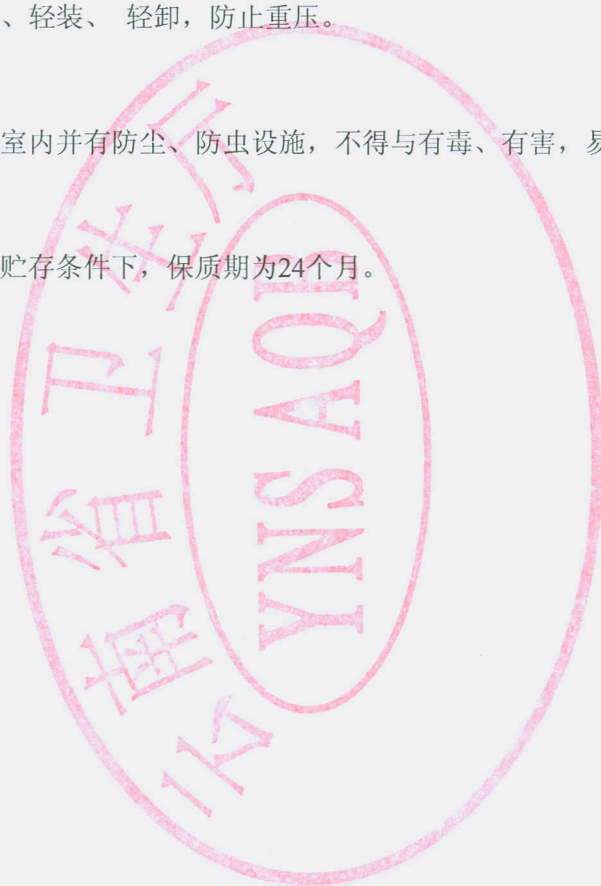
运输工具应具有防尘、防雨、防晒设施，应保持清洁卫生，不得与其它有毒、有害、有污染的物品混装混运。装运时要轻放、轻拿、轻装、轻卸，防止重压。

6.4 贮存

产品应贮存在避光、干燥的室内并有防尘、防虫设施，不得与有毒、有害，易污染的物品混贮。

6.5 保质期

在符合本标准规定的运输和贮存条件下，保质期为24个月。



附 录 A
(规范性附录)
天麻素及绿原酸检验方法

A.1 天麻素的检验方法

A.1.1 原理

样品中的天麻素用稀乙醇提取后,经C₁₈柱分离,以乙腈-0.05%磷酸溶液(3:97)为流动相,于220nm波长处检测,根据保留时间和峰面积进行定性和定量。

A.1.2 适用范围

适用于样品天麻素含量的测定。

A.1.3 仪器

A.1.3.1 Agilent 1100高效液相色谱仪: 附紫外检测器

A.1.3.2 离心机

A.1.3.3 水浴锅

A.1.3.4 超声波清洗仪

A.1.4 试剂

A.1.4.1 乙腈(色谱纯)

A.1.4.2 水(多次重蒸水)

A.1.4.3 乙醇(分析纯)

A.1.4.4 0.05%磷酸溶液: 取0.1mL色谱纯磷酸,加入200mL重蒸水中,即得。

A.1.4.5 天麻素对照品: 购自中国药品生物制品检定所

A.1.5 操作方法

A.1.5.1 溶液的制备

A.1.5.1.1 对照品溶液的制备

精密称取在80℃减压干燥1h的天麻素对照品适量,加流动相制成50μg/mL的溶液,即得。

A.1.5.1.2 供试品溶液的制备

取本品20粒的内容物,混匀,取粉末(过四号筛)约0.8g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入稀乙醇50mL,称定重量,加热回流提取3h,放冷再称定重量,用稀乙醇补足减失的重量,滤过,取续滤液10mL,浓缩至近干,残渣加乙腈-水(3:97)混合溶液溶解,转移至10mL容量瓶中,并用乙腈-水(3:97)混合溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

A.1.6 色谱条件

A. 1. 6. 1 色谱柱: AgiLent Extend- C_{18} 柱, 250×4.6mm, 5 μ m

A. 1. 6. 2 柱温: 40℃

A. 1. 6. 3 流速: 1.0mL/min

A. 1. 6. 4 检测波长: 220nm

A. 1. 6. 5 流动相: 流动相A: 0.05%磷酸溶液 流动相B: 乙腈

A. 1. 6. 6 梯度洗脱程序: 0min, 100%流动相A; 15min, 80%流动相A; 25min, 0%流动相A

A. 1. 7 计算公式

$$W = \frac{A_{\text{供}} \times C_{\text{对}} \times 50 \times 10^{-3}}{A_{\text{对}} \times W_{\text{供}}} \times 100$$

式中:

W — 样品中天麻素的含量 (mg/100g);

$A_{\text{供}}$ — 供试品的峰面积;

$C_{\text{对}}$ — 对照品溶液的浓度 (μ g/mL);

$A_{\text{对}}$ — 对照品的峰面积;

$W_{\text{供}}$ — 供试品的称样量 (g)。

A. 2 绿原酸的检验方法

A. 2. 1 原理

样品中的绿原酸用50%甲醇提取后, 经 C_{18} 柱分离, 以乙腈-0.4%磷酸溶液(11:89)为流动相, 于327nm波长处检测, 根据保留时间和峰面积进行定性和定量。

A. 2. 2 适用范围

适用于样品绿原酸含量的测定。

A. 2. 3 仪器

A. 2. 3. 1 AgiLent 1100高效液相色谱仪: 附紫外检测器

A. 2. 3. 2 离心机

A. 2. 3. 3 水浴锅

A. 2. 3. 4 超声波清洗仪

A. 2. 4 试剂

A. 2. 4. 1 乙腈（色谱纯）

A. 2. 4. 2 水（多次重蒸水）

A. 2. 4. 3 甲醇（分析纯）

A. 2. 4. 4 0.4%磷酸溶液：取2.0mL分析纯磷酸，加入500mL重蒸水中，即得。

A. 2. 4. 5 绿原酸对照品：购自中国药品生物制品检定所

A. 2. 5 操作步骤

A. 2. 5. 1 溶液制备

A. 2. 5. 1. 1 对照品溶液的制备

精密称取绿原酸对照品适量，置棕色容量瓶中，加50%甲醇制成50μg/mL的溶液，即得。

A. 2. 5. 1. 2 供试品溶液的制备

取本品粉末（过三号筛）约1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入50%甲醇25mL，称定重量，加热回流30min，放冷，再称定重量，用50%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

A. 2. 6 色谱条件

A. 2. 6. 1 色谱柱：Agilent Extend C₁₈, 5μm, 250mm×4.5mm

A. 2. 6. 2 流动相：乙腈-0.4%磷酸溶液（11:89）

A. 2. 6. 3 柱温：30℃

A. 2. 6. 4 流速：1.0mL/min

A. 2. 6. 5 检测波长：327nm

A. 2. 7 计算公式

$$W = \frac{A_{\text{对}} \times C_{\text{对}} \times 50 \times 10^{-3}}{A_{\text{供}} \times W_{\text{供}}} \times 100$$

式中：

W — 样品中绿原酸的含量（mg/100g）；

A_供 — 供试品的峰面积；

C_对 — 对照品溶液的浓度（μg/mL）；

A_对 — 对照品的峰面积；

W_供 — 供试品的称样量（g）。

附 录 B
(规范性附录)
杜仲叶提取物要求

杜仲叶提取物：应符合表B.1的规定

表 B.1 杜仲叶提取物的质量要求

项 目	指 标
颜色	黄棕色
性状	粉末
气味	特殊气味
粒度，目	≥ 80
水分，%	≤ 6.0
灰分，%	≤ 6.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤ 1.5
砷（以As计），mg/kg	≤ 1.0
汞（以Hg计），mg/kg	≤ 0.3
六六六，mg/kg	≤ 0.2
滴滴涕，mg/kg	≤ 0.2
绿原酸，g/100g	≥ 15
菌落总数，CFU/g	≤ 1000
大肠菌群，MPN/100g	≤ 40
霉菌，CFU/g	≤ 25
酵母菌，CFU/g	≤ 25
致病菌（沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌、溶血性链球菌）	不得检出

上述各项的检验除绿原酸外按正文“4 试验方法”项下规定的方法进行检验。绿原酸按下述方法检测：

取恒重的本品约50mg，精密称定，置25ml容量瓶中，加水使溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取1ml，置50ml容量瓶中，用0.2mol的盐酸溶液稀释至刻度，摇匀，照分光光度法在324nm波长处测定吸收度，氯原酸的吸收系数为 $E_{1\%}^{1cm}$ 为526计算，即得。

$$C\% = \frac{A \times 1250000}{E \times M}$$

C – 供试品的含量

A – 样品吸收度

E – 吸收系数

M – 取样量

