

Q/YHH

云南红河源生物科技有限公司企业标准

Q/YHH 0001 S—2023

红河源牌杜仲胶囊

云南省食品安全企业标准备案章
备案号: 5300021S-2023
备案日期: 2023年8月23日

云南省食品安
备案号: 530
备案日期:

2023-08-23 发布

2023-08-28 实施

云南红河源生物科技有限公司 发布

前 言

我公司生产的红河源牌杜仲胶囊是以杜仲叶、黄芪、酸枣仁、珍珠为主要原料制成的保健食品，经功能实验证明，具有增强免疫力、改善睡眠的保健食品（批准文号：国食健字G20050086）。根据相关法律、法规的规定，特制定本标准，作为企业组织生产、检验、贸易和仲裁的依据。

本标准的安全性指标按照GB 16740-2014《食品安全国家标准 保健食品》制定，其中铅的指标限量严于食品安全国家标准，其余指标根据产品实际制定。

本标准附录A为规范性附录。

本标准由云南红河源生物科技有限公司提出、起草并解释。

本标准主要起草人：虞泓。

红河源牌杜仲胶囊

1 范围

本标准规定了红河源牌杜仲胶囊的技术要求、检验规则、标志、包装、运输和贮存等。

本标准适用于以杜仲叶、黄芪、酸枣仁、珍珠为原料，经过筛、装囊、包装等主要工艺加工制成的具有增强免疫力的红河源牌杜仲胶囊。

2 规范性引用文件

本标准中所引用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。

3 技术要求

3.1 原辅料要求

3.1.1 杜仲叶、黄芪、酸枣仁、珍珠：应符合《中国药典》（2020年版）一部的规定。

3.1.2 明胶空心胶囊：应符合《中国药典》（2020年版）四部的规定。

3.1.3 其他原辅料：应符合相应的食品标准和有关规定，不得使用非食品原料和辅料。

3.2 感官要求

应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	要 求	检 验 方 法
色 泽	灰绿色或灰褐色	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
滋味、气味	特有的滋味、略有腥味，无异味	
性状	硬胶囊、完整光洁、无破裂；内容物为粉末	
杂 质	无肉眼可见外来杂质	

3.3 标志性成分指标

应符合表2的规定。

表2 标志性成分含量测定

项 目	指 标	检 验 方 法
氯原酸, g/100g	≥ 1.0	附录 A
粗多糖, g/100g	≥ 1.2	

全企业
S
年

3.4 理化指标

应符合表3的规定

表3 理化指标

项目	指标	检验方法
崩解时间(min)	≤ 30	《中国药典》(2020 年版) 一部
水分, g/100g	≤ 7.0	GB 5009.3
灰分, g/100g	≤ 6.0	GB 5009.4
铅(以Pb计), mg/kg	≤ 1.6	GB 5009.12
砷(以As计), mg/kg	≤ 1.0	GB 5009.11
汞(以Hg计), mg/kg	≤ 0.3	GB 5009.17
六六六, mg/kg	≤ 0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤ 0.1	

3.5 微生物指标

应符合GB 16740的规定。

3.6 净含量

400mg/粒, 应符合《定量包装商品计量监督管理办法》的规定, 并按JJF 1070规定方法测定。

3.7 生产加工过程的卫生要求

应符合GB 17405的规定。

4 检验规则

4.1 组批

以同一品种原料、同一期间投料、同一工艺生产的同一规格产品为一批。

4.2 抽样

在每批样品中随机抽取不少于30个最小包装, 样品数量不少于500 g, 分成两份, 一份用于检验, 另一份用作留样。

4.3 出厂检验

每批产品需经公司质检部门检验合格后并附检验合格后方可出厂。出厂检验项目按相关规定执行。

4.4 型式检测

正常情况下, 每半年进行一次, 型式检验项目包括本标准的全部项目。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) 国家食品安全监管部门提出型式检验要求时。

5 标志、包装、运输、贮存

5.1 标志

- 5.1.1 产品的标签和标识应符合 GB 7718 和有关规定。
- 5.1.2 保健功能：增强免疫力、改善睡眠。
- 5.1.3 适宜人群为：免疫力低下者，睡眠不佳者。
- 5.1.4 不适宜人群为：少年儿童、孕妇、乳母。
- 5.1.5 食用方法和食用量：每日 2 次，每次 2 粒，温开水送服。
- 5.1.6 外包装上的储运图示标志应符合 GB/T 191 的规定。

5.2 包装

包装材料和容器应符合相应的食品安全标准及有关规定，封口严密，包装牢固。

5.3 运输

运输工具应具有防尘、防雨、防晒设施，保持清洁卫生、干燥；不得与有毒、有害、有异味、易污染的物品混装混运，装运时要轻拿、轻放、轻装、轻卸，防止重压。

5.4 贮存

原料、辅料、半成品、成品应分开放置，成品应贮存在清洁、卫生、阴凉、干燥、通风、无异味的库房内，并有防尘、防虫、防鼠设施，。禁止与有毒、有害、有异味、有腐蚀性、易污染的物品混贮、混放。仓库内产品，按产品不同品种分别堆码整齐，产品距地不得小于10 cm，离墙不得小于20 cm。

示准备第

月

附 录 A
(规范性附录)
粗多糖的测定

A.1 粗多糖的测定方法（苯酚-硫酸法）

A.1.1 原理

食品中高分子物质在80%乙醇溶液中沉淀，与水溶液中单糖和低聚糖分离，用碱性二价铜试剂选择性的从其它高分子物质中沉淀具有葡萄糖结构的水溶性多糖，用苯酚-硫酸反应以碳水化合物形式比色测定其含量，其颜色强度与水溶性粗多糖中的葡萄糖的含量成正比，以此计算食品中水溶性粗多糖含量。

A.1.2 仪器和试剂

除特殊注明外，本方法所用试剂均为分析纯;所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

A.1.2.1 分光光度计，

A.1.2.2 离心机(3000 r/min)，

A.1.2.3 旋转混匀器

A.1.2.4 乙醇溶液(80%); 20 mL水中加入无水乙醇80 ml，混匀。

A.1.2.5 氢氧化钠溶液(100 g/L): 称取100 g 氢氧化钠，加水溶解并稀释至 1L，备用。

A.1.2.6 铜储备液: 称取3.0 gCuSO₄ · 5H₂O，30.0 g柠檬酸钠，加水溶解稀释至1 L，混匀，备用。

A.1.2.7 铜试剂溶解: 取铜储备液50ml，加水50 ml，混匀后加入固体无水硫酸钠 12.5 g 并使其溶解。临用新配。

A.1.2.8 洗涤剂: 取水50 ml，加入10ml铜试剂溶液、10 mL氢氧化钠溶液，混匀。临用新配。

A.1.2.9 硫酸溶液(10%): 取100 ml浓硫酸加入到800 ml左右水中，混匀，冷却后稀释至1L。

A.1.2.10 苯酚溶液(50g/L): 称取精制苯酚 5.0 g，加水溶解并稀释至100 ml，混匀。溶液置冰箱中可保存1个月。

A.1.2.11 葡萄糖标准储备液: 精密称取干燥至恒重的葡萄糖标准0.5000 g，加水溶解，并定容至50 ml，混匀，置冰箱保存。此溶液每 ml 含 10.0 mg葡萄糖。

A.1.2.12 葡萄糖标准使用液: 吸取葡萄糖标准储备液1.00 ml，置于100ml容量瓶中，加水至刻度，混匀，置冰箱中保存。此溶液每 ml 含葡萄糖 0.10 mg。

A.1.3 样品收集和准备

A.1.3.1 试样提取: 称取本品粉末2.0g，置于100 ml容量瓶中，加水80 ml左右，于沸水浴上加热2 h，冷却至室温后补加水至刻度，混匀后，过滤，弃去初滤液，收集余下滤液供沉淀多糖。

A.1.3.2 沉淀粗多糖: 精密取A.1.4.1项下滤液5.0 ml或液体试样5.0 ml，置于50 ml 离心管中，加入无水乙醇20 ml，混匀后5 min，以3000 rpm 离心5 min，弃去上清液。残渣用 80%乙醇溶液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复3-4次操作。残渣用水溶解并定容至6.0 ml，混匀后，供沉淀葡萄糖。

A.1.3.3 沉淀葡萄糖:精密称取A.1.4.2项下溶液2 ml 离心管中,加入100 g/L氢氧化钠溶液 2.0 ml,铜试剂溶液 2.0ml,沸水浴中煮沸 2min,冷却后以 3000rpm 离心5min,弃去上清液,残渣用洗涤液数毫升洗涤,离心后弃去上清液,反复3次操作后,残渣用100 ml/L硫酸溶液 2.0 ml 溶解并转移至 50 ml 容量中,加水稀释至刻度混匀。此溶液为试样测定液。

A.1.4 检测记录和数据处理

A.1.4.1 标准曲线制备:精密吸葡萄糖标准使用液0 ml,0.10 ml,0.20 ml,0.40 ml,0.60 ml,0.80 ml,1.00 ml(相当于葡萄糖0 mg,0.10 mg,0.20 mg,0.40 mg,0.60 mg,0.80 mg,1.00 mg)分别置于25ml比色管中,准确补充水至2.0 ml,加入50 g/L苯酚溶液 1.0 ml,在旋转混匀器上混匀,小心加入浓硫酸10.0 ml,于旋转混匀器上小心混匀,置沸水浴中煮沸2 min,冷却后用分光光度计在485 nm波长处以试剂空白溶液为参比,1 cm 比色皿测定吸光度值。以葡萄糖浓度为横坐标,吸光度值为纵坐标,绘制标准曲线。

A.1.4.2 样品的测定:精密吸取试样测定液2.0 ml置于25 ml比色管中,加入 50 g/L苯酚溶液1.0ml,在旋转混匀器上混匀后,小心加入浓硫酸10.0 ml后于旋转混匀器上小心混匀,置沸水浴中煮沸 2 min,冷却至室温后用分光光度计在 485 nm波长处,以试剂空白为参比,1 cm 比色皿测定吸光度值。从标准曲线上查出葡萄糖含量,计算试样中水溶性粗多糖含量。同时做试样空白试验。

A.1.4.3 结果计算

$$x = \frac{W1 - W2}{m \times \frac{V2}{V1} \times \frac{V4}{V3} \times \frac{V6}{V5}}$$

X-试样中水溶性粗多糖含量(以葡萄糖计), mg/g;

W1-试样测定液中葡萄糖的质量, mg;

W2-试样空白液中葡萄糖的质量, mg;

m-试样质量, g;

V1-试样提取液总体积, ml;

V2-沉淀粗多糖所用试样提取液体积, ml;

V3-粗多糖溶液体积, ml;

V4-沉淀葡萄糖所用粗多糖溶液体积, ml;

V5-试样测定液总体积, ml;

V6-测定用试样测定溶液体积, ml.

A.2 氯原酸的测定方法

A.2.1 原理

样品中的氯原酸用 50% 甲醇提取后,经 C18 柱分离,以乙腈—0.4%磷酸溶液 (11:89) 为流动相,于最大吸收波长 327 nm 检测,根据保留时间和峰面积进行定性和定量。

A.2.2 仪器

A.2.2.1 AgiLent 1100高效液相色谱仪:附UV检测器

A.2.2.2 离心机

A.2.2.3 水浴锅

A.2.2.4 超声清洗仪

A.2.3 试剂

A.2.3.1 乙腈:色谱纯

章
日

A.2.3.2 水:多次重蒸水

A.2.3.3 甲醇:分析纯

A.2.3.4 0.4%磷酸溶液:取分析纯磷酸2.0 ml至500ml容量瓶中,加重蒸水稀释定容至500 ml,配成浓度为 0.4%磷酸溶液。

A.2.3.5 氯原酸对照品:购自中国食品药品检定研究院

A.2.3.6 对照品溶液的制备:精密称取氯原酸对照品适量,置棕色容量瓶中,加50%甲醇配成每1 ml含50 μg的溶液,即得。

A.2.3.7 供试品溶液的制备:取本品粉末(过三号筛)约1.0 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入50%甲醇 25 ml,称定重量,加入回流 30 min,放冷至室温,再称定重量,用50%甲醇补足减少的重量。摇匀,过滤,取滤液用于检测。

A.2.4 色谱条件

A.2.4.1 色谱柱: AgiLent Extend C18, 5μm, 250mm×4.6mm

A.2.4.2 流动相: 乙腈-0.4%磷酸溶液=11:89

A.2.4.3 柱温: 30℃

A.2.4.4 流速: 1.0 ml/min

A.2.4.5 检测波长: 327 nm

A.2.5

$$X = \frac{A_{\text{样}}}{A_{\text{对}}} \times C_{\text{对}}$$

式中:

C样—供试品溶液浓度;

A样—供试品溶液中氯原酸的峰面积;

C对—对照品溶液浓度;

A对—对照品溶液中氯原酸的峰面积