

Q/YLR

云龙润药业有限公司企业标准

Q/YLR 0004 S—2020

云之南牌糖脂安胶囊

云南省食品安全企业标准备案章
备案号: 53000025 S- 2020
备案日期: 2020 年 10 月 14 日

云南
备案
备案

2020 - 10 - 14 发布

2020 - 10 - 16 实施

云南龙润药业有限公司 发布

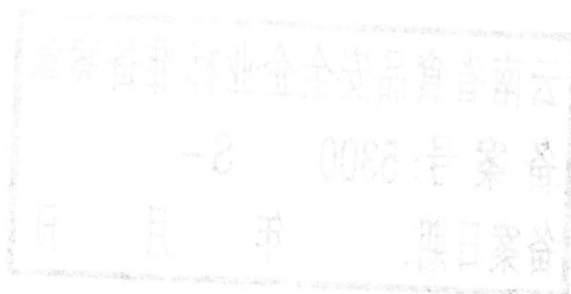
前 言

我公司生产的云之南牌糖脂安胶囊是以绞股蓝、苦瓜、黄精、桑叶、山楂、三七、荷叶、吡啶甲酸铬为主要原料，经提取、干燥、混合、充填、包装等工艺制成的具有调节血糖、血脂的保健食品，批准文号：国食健字G20040368。根据《中华人民共和国标准化法》和《中华人民共和国食品安全法》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。

本标准由云南龙润药业有限公司提出起草，并解释。

本标准主要起草人：徐志平、肖存艳



云之南牌糖脂安胶囊

1 范围

本标准规定了云之南牌糖脂安胶囊的技术要求、检验规则、标志、包装、运输及贮存。

本标准适用于本公司以绞股蓝、苦瓜、黄精、桑叶、山楂、三七、荷叶、吡啶甲酸铬为主要原料，经提取、干燥、混合、充填、包装等工艺制成的具有调节血糖、调节血脂的云之南牌糖脂安胶囊。

2 规范性引用文件

本标准中所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。

3 技术要求

3.1 原辅料要求

- 3.1.1 黄精、桑叶、山楂、三七、荷叶：应符合《中华人民共和国药典》2015年版一部的规定。
- 3.1.2 苦瓜：应新鲜、无腐烂、无霉变、无虫害，并符合相应的食品安全标准及有关规定。
- 3.1.3 绞股蓝：应干燥、无霉变、无虫害，并符合相应的食品安全标准及有关规定。
- 3.1.4 吡啶甲酸铬：应符合相应的食品安全标准及有关规定。
- 3.1.5 明胶空心胶囊：应符合《中华人民共和国药典》2015年版二部的规定。
- 3.1.6 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
形 态	为胶囊剂	取 15 粒样品，将内容物置于洁净无色容器中，于自然光线下，目测，鼻嗅，口尝。
色 泽	白色胶囊、黄褐色内容物	
气味、滋味	具有本品特有的气味及滋味，无异味	
杂 质	无肉眼可见杂质	

3.3 功效成分及含量

应符合表2的规定。

省食品
证号: 53
日期:

表2 功效成分

项 目	指 标	检验方法
总黄酮（以芦丁计），g/100g	≥ 0.79	附录 A
总皂苷（以人参皂苷 Re 计），g/100g	≥ 1.63	
吡啶甲酸铬，mg/100g	≥ 51	GB/T 5009.195

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
水分，g/100g	≤ 9.0	GB 5009.3
灰分，g/100g	≤ 9.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤ 60	《中华人民共和国药典》2015年版四部

3.5 污染物限量

应符合GB 16740的规定；严于食品安全国家标准的指标应符合表4的要求。

表4 理化指标

项 目	指 标	检验方法
铅(以 Pb 计)，mg/kg	≤ 1.5	GB 5009.12

3.6 微生物指标

应符合GB 16740的规定。

3.7 净含量

每粒胶囊为0.5g/粒，应符合《定量包装商品计量监督管理办法》的规定，按JJF 1070规定的方法测定。

3.8 食品添加剂

3.8.1 食品添加剂质量应符合相应的食品安全标准和有关规定。

3.8.2 食品添加剂的使用应符合 GB 2760 的规定。

3.9 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

以同一批投料，同一工艺生产的同一规格的产品为一批。

4.2 抽样

在同一批产品中随机抽取 600g（不少于 30 个最小包装）样品，分成 2 份，一份检验，一份留样备查。

4.3 出厂检验

每批产品出厂前须经公司质量检验部门检验合格，并签发产品合格证后方可出厂。出厂检验项目为：感官要求、水分、净含量、菌落总数、大肠菌群、功效成分。

4.4 型式检验

正常生产时，型式检验每半年进行一次，型式检验项目为本标准中技术要求的全部项目。有下列情况之一者，应进行型式检验：

- a) 更改主要原料，配方或调整关键工艺时；
- b) 长期停产再恢复生产时；
- c) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- d) 国家食品安全监管部门提出型式检验的要求时。

4.5 判定规则

检验结果中若微生物指标有一项不合格，则判定该批产品不合格，其余项目若有不合格时，可从留样产品中加倍抽样复检，以复检结果为准。

5 标志、包装、运输、贮存

5.1 标志

5.1.1 产品销售包装、标签、标识应符合 GB 7718 和 GB 16740 的规定，并标注保健功能、适宜人群和不适宜人群、食用量及食用方法。。

5.1.2 保健功能：调节血糖、调节血脂。

5.1.3 适宜人群：血糖偏高者、血脂偏高者。

5.1.4 不适宜人群：少年儿童。

5.1.5 食用量及食用方法：每日 3 次，每次 3 粒。

5.1.6 外包装储运图示的标志应符合 GB/T 191 的规定。

5.2 包装

包装材料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

运输时应注意清洁、干燥、防雨、防暴晒、小心轻放，严禁与有毒、有异味、易污染的物品混装、混运。

5.4 贮存

贮存于清洁、干燥、防潮、无毒、无污染、无异味的仓库内，不得与有毒、有异味、易污染的物品混贮，仓库要有防老鼠设施。产品离地离墙堆放。

安全企业
:00 S
年

附 录 A
(资料性附录)

附录 A 总黄酮、总皂苷、吡啶甲酸铬的测定方法

A.1 总黄酮

A.1.1 试剂

A.1.1.1 聚酰胺粉

A.1.1.2 芦丁标准品：购自中国药品生物制品检定所，含量测定用，纯度>98%。

A.1.1.3 芦丁标准溶液

称取5.0 mg芦丁，加甲醇溶解并定容至100 mL，即得50μg/mL。

A.1.1.4 乙醇：分析纯

A.1.1.5 甲醇：分析纯。

A.1.2 分析步骤

A.1.2.1 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 20 min，放置。吸取上清液 1.0 mL，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，弃去苯液，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。

A.1.2.2 芦丁标准曲线；

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

A.1.3 计算和结果表示：

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

式中：X—试样中总黄酮的含量，g/100g；

A—由标准曲线算得被测液中总黄酮量，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。

A. 2 总皂苷

A. 2. 1 试剂

A. 2. 1. 1 1Amberlite-XAD-2 大孔树脂, Sigma化学公司. U.S.A.。

A. 2. 1. 2 正丁醇: 分析纯。

A. 2. 1. 3 乙醇: 分析纯。

A. 2. 1. 4 中性氧化铝: 层析用, 100—200目。

A. 2. 1. 5 人参皂苷Re标准品: 购自中国药品生物制品检定所, 含量测定用, 纯度>98%。

A. 2. 1. 6 香草醛溶液: 称取 5g香草醛, 加冰乙酸溶解并定容至100mL。

A. 2. 1. 7 高氯酸: 分析纯。

A. 2. 1. 8 冰乙酸: 分析纯。

A. 2. 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Re 2.0mg。

A. 2. 2 仪器

A. 2. 2. 1 比色皿

A. 2. 2. 2 层析柱

A. 2. 3 实验步骤

A. 2. 3. 1 试样处理

A. 2. 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。

A. 2. 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。

A. 2. 3. 2 柱层析:

用10mL注射器作层析管, 内装3cm Amberlite-XAD-2大孔树脂, 上加1cm中性氧化铝。先用25mL 70%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

示准备第
—
月

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。

A. 2. 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。

A. 2. 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“3.2柱层析…”起, 与试样相同。测定吸光度值。

A. 2. 3. 5 计算

$$X = \frac{A1}{A2} \times C \times \frac{V}{M} \times \frac{100}{1000} \times \frac{1}{1000}$$

式中:

X——试样中总皂苷(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。

计算结果保留三位有效数字。

A. 3 吡啶甲酸铬

A. 3. 1 范围

本方法规定了保健食品中吡啶甲酸铬含量的测定方法。

本方法适用于吡啶甲酸铬作为功效成分添加于片剂、胶囊等试样类型中含量的测定。

本方法的最低检出量 10.0 mg/kg。

本方法的最佳线性范围: 2.00~100 μg/mL。

A. 3. 2 原理

将粉碎的胶囊和片剂试样使用甲醇：水=1:1 进行提取和稀释，根据高效液相色谱紫外检测器外标法定性定量检测。

A. 3. 3 试剂

A. 3. 3. 1 甲醇：优级纯

A. 3. 3. 2 磷酸氢二钠、磷酸二氢钾：分析纯。

A. 3. 3. 3 吡啶甲酸铬标准品：纯度>99%。

A. 3. 3. 4 吡啶甲酸铬标准溶液：

准确称量吡啶甲酸铬标准品0.0100g, 加入甲醇：水=1:1并定容至100.0mL，如有少量残渣，可使用超声波加速溶解，此溶液每mL含100μg吡啶甲酸铬。

A. 3. 4 仪器设备

A. 3. 4. 1 高效液相色谱仪：附紫外检测器(UV)。

A. 3. 4. 2 超声波清洗器。

A. 3. 4. 3 离心机

A. 3. 5 分析步骤

A. 3. 5. 1 试样处理

取20粒片剂或胶囊试样进行粉碎或混匀，准确称取一定量试样于刻度管中，加入甲醇：水=1:1并定容至20.0mL，超声提取5min 后，以3000 rpm/min 离心3min ，经0.45um 滤膜过滤后备用。

A. 3. 5. 2 液相色谱参考条件

色谱柱：C18 柱， 4.6×250 mm

柱温：室温

紫外检测器：检测波长 254nm

流动相：0.125mol/L 磷酸盐缓冲溶液：乙腈=90:10

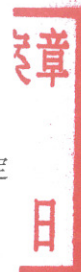
流速：0.5ml/min

进样量：10μL

A. 3. 5. 3 色谱分析：量取10μL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。

A. 3. 5. 4 分析结果表示

$$x = \frac{h_1 \times C \times V \times 100}{h_2 \times m \times 1000}$$



式中：X——试样中吡啶甲酸铬的含量，mg/100g；

h1——试样中峰高或峰面积；

C——标准溶液浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

V——试样定容体积，mL；

h2——标准溶液峰高或峰面积；

m——试样量，g；

结果表示：检测结果保留二位有效数字。

