

Q/PHT

云南品斛堂生物科技有限公司企业标准

Q/PHT 0003 S—2021

元斛®铁皮石斛西洋参片

云南省食品安全企业标准备案章
备案号: 53000026 S-2021
备案日期: 2021 年 11 月 22 日

云南省食
备案号:
备案日期:

2021 - 11 - 22 发布

2021 - 11 - 25 实施

云南品斛堂生物科技有限公司

发 布

前 言

我公司生产的元斛[®]铁皮石斛西洋参片是以铁皮石斛、西洋参、大枣为主要原料、添加辅料 D-甘露糖醇、硬脂酸镁、薄膜包衣粉(聚乙烯醇、滑石粉、聚乙二醇、吐温-80)，经提取（西洋参粗粉，加 16 倍量 70%乙醇回流提取 1 次，4h；西洋参药渣与铁皮石斛粗粉、大枣，加 50 倍量水蒸汽加热至 100℃～105℃提取 1 次，5h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度 180～220℃，出风温度 85～95℃）、制粒、压片、包衣、包装等加工制成的具有增强免疫力功能保健食品（保健食品批准文号：国食健注 G20160201）。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，作为组织生产、检验、贸易、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。

本标准的附录 A、B、C 为规范性附录。

本标准由云南品斛堂生物科技有限公司提出、起草并解释。

本标准主要起草人：石雪，徐亮。

元斛®铁皮石斛西洋参片

1 范围

本标准规定了元斛®铁皮石斛西洋参片的技术要求、检验规则、标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于以铁皮石斛、西洋参、大枣为主要原料，添加辅料D-甘露糖醇、硬脂酸镁、薄膜包衣粉(聚乙烯醇、滑石粉、聚乙二醇、吐温-80)，经提取（西洋参粗粉，加16倍量70%乙醇回流提取1次，4h；西洋参药渣与铁皮石斛粗粉、大枣，加50倍量水蒸汽加热至100℃~105℃提取1次，5h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度180~220℃，出风温度85~95℃）、制粒、压片、包衣、包装等加工制成的元斛®铁皮石斛西洋参片。

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（包括所有的修改单）适用于本标准。

3 技术要求

3.1 原辅料要求

- 3.1.1 铁皮石斛、西洋参、大枣：应符合《中华人民共和国药典》（一部）规定。
- 3.1.2 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》（四部）规定。
- 3.1.3 D-甘露糖醇：应符合 GB 1886.177 的规定。
- 3.1.4 薄膜包衣粉（聚乙烯醇、滑石粉、聚乙二醇、吐温-80）：应符附录 C 的规定。
- 3.1.5 其他原辅料：应符合相应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的要求。

表1 感官要求

项 目	要 求	检验方法
色 泽	无色透明薄膜包衣，片芯呈浅黄色至棕色，色泽均匀	将样品放入清洁的白色瓷盘中，置于光线明亮处，目视、鼻嗅、口尝。
滋味、气味	具本品特有的芳香味、无异味	
状 态	薄膜衣片，完整光洁，有适宜的硬度；无肉眼可见的外来杂质	

3.3 标志性成分指标

应符合表2的规定。

表2 标志性成分指标

项 目	指 标	检测方法
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g ≥	6.5	附录A
总皂苷（以人参皂苷Re计），mg/100g ≥	1000	附录B

3.4 理化指标

应符合表3的规定。

表3 理化指标

项 目	指 标	检测方法
铅（以 Pb 计），mg/kg ≤	1.6	GB 5009.12
总砷（以 As 计），mg/kg ≤	1.0	GB 5009.11
总汞（以 Hg 计），mg/kg ≤	0.3	GB 5009.17
灰分，g/100g ≤	10	GB 5009.4
崩解时限，min ≤	60	《中华人民共和国药典》
六六六，mg/kg ≤	0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg ≤	0.2	

3.5 微生物指标

应符合GB 16740的规定。

3.6 装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标

0.5g/片，应符合《中华人民共和国药典》中“制剂通则”项下“片剂”的规定。

3.7 食品添加剂

3.7.1 食品添加剂的质量应符合相应的食品安全标准和有关规定。

3.7.2 食品添加剂的使用应符合 GB 2760 的规定。

3.8 生产加工过程

应符合GB 17405的规定。

4 检验规则

4.1 组批

同一批原料，同一工艺，生产的同一规格的产品为一批。

4.2 抽样

从同一批产品中抽取不少于500g样品，样品分为两份，一份检验，另一份留样备存。

4.3 出厂检验

每批产品须经本企业质量部门检验合格，出具检验合格证，方可出厂。出厂检验项目：感官要求，净含量及允许负偏差指标，灰分、标志性成分，菌落总数，大肠菌群。

4.4 型式检验

型式检验每半年进行一次，项目包括本标准规定的所有项目，当出现下列情况之一时，亦应进行型式检验：

- a) 当原料、生产工艺、生产设备发生较大变化时；
- b) 停产半年以上重新恢复生产时；
- 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要求时。

4.5 判定规则

检验结果中，微生物指标有任何一项不合格则判定该批产品为不合格，其余指标有任何一项不符合本标准要求，可用留样进行复检，以复检结果为准。

5 标志、包装、运输、贮存

5.1 标志

5.1.1 产品的标签和标识应符合 GB 7718、GB 16740 的规定，并标注保健功能、适宜人群、不适宜人群、食用方法及食用量。

5.1.2 保健功能：本品经动物实验评价，具有增强免疫力的保健功能。

5.1.3 适宜人群为：免疫力低下者。

5.1.4 不适宜人群为：少年儿童、孕妇、乳母。

5.1.5 食用方法及食用量：每日 2 次，每次 3 粒，口服。

5.1.6 注意事项：本品不能代替药物；适宜人群外的人群不推荐食用本产品。

5.1.7 包装储运图示标志应符合 GB/T 191 的规定。

5.2 包装

外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

运输工具应清洁，卫生，具有防雨、防晒设施，保持清洁卫生，不得与其他有毒、有害、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

产品应贮存在阴凉通风、干燥的室内，并有防尘、防蝇、防虫、防鼠设施。不得与有毒、有害、易污染的物品混贮。

附 录 A

(规范性附录)

粗多糖(以葡萄糖计)的测定方法

A.1 原理

样品中提取的粗多糖经 80%乙醇沉析, 去除单糖、低聚糖等干扰物质, 在浓硫酸作用下先水解成单糖分子, 并迅速脱水生成糖醛衍生物, 然后和苯酚缩合成有色化合物, 在 488nm 波长处测定其吸光度值。以葡萄糖为标准品制备标准曲线, 通过计算求得样品中粗多糖的含量。

A.1.1 仪器与试剂

A.1.2 分光光度计

A1.2.1 葡萄糖标准液: 精密称取标准品葡萄糖 100mg, 置 100mL 容量瓶中, 加水适量使溶解并稀释至刻度, 摇匀。精密吸取 10mL 置 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度即得。

A1.2.2 苯酚试液: 称取苯酚 5g, 加水 100g, 溶解并混匀, 置棕色瓶内, 放冰箱备用。

A1.2.3 浓硫酸(分析纯)

A1.2.4 无水乙醇(分析纯)

A1.2.5 标准品来源纯度: 葡萄糖标准品来源于中国食品药品检定研究院, 供含量测定用纯度。

A.1.3 分析步骤

A1.3.1 标准曲线制备: 精密吸取葡萄糖标准液 0、0.1、0.2、0.3、0.4、0.5、0.6、0.7、0.8mL, 分别置于具塞试管中, 各加蒸馏水使成 2.0mL, 再各加苯酚试液 1.0mL, 摇匀, 迅速滴加浓硫酸 5.0mL, 迅速摇匀, 放置 5min, 置沸水浴中加热 15min, 取出, 冷却至室温, 于 488nm 波长处测定吸光度值, 绘制标准曲线。

A1.3.2 样品处理和测定: 取样品 20 片, 研细, 过 40 目筛, 准确称取样品细粉 0.5g, 置具塞锥形瓶中, 精密加蒸馏水 50mL, 密塞, 摇匀, 称定重量, 超声处理 30min, 放冷, 再称定重量, 用蒸馏水补足减失的重量, 摇匀, 过滤。精密量取续滤液 5mL, 加 20mL 无水乙醇, 混匀, 3000r/min 离心 15min, 弃上清液, 沉淀加水溶解, 转移至 50mL 量瓶中并稀释至刻度, 摇匀, 即得样品溶液。精取样品溶液 0.5mL, 加蒸馏水使成 2.0mL, 再加苯酚溶液 1.0mL, 其余同标准曲线的制备操作方法。根据标准曲线求得被测样品的粗多糖含量。

A.1.4 计算

$$X = \frac{C_s \times V \times D}{M} \times 100$$

式中

X——样品中粗多糖含量(以葡萄糖计)(g/100g)

C_s——被测样品溶液的葡萄糖浓度(μg/mL)

D——样品溶液的稀释倍数

V——被测样品溶液的体积(mL)

M——样品的取样量(μg)。

附 录 B

(规范性附录)

总皂苷的测定方法

B.1 原理

总皂苷在香草醛-冰醋酸溶液和高氯酸作用下显紫红色,在 560nm 波长处测定其吸光度值,以人参皂苷 Re 为标准品制备标准曲线,通过计算求得样品中总皂苷的含量。

B.1.1 仪器与试剂

B.1.2 分光光度计

B1.2.1 对照品溶液:精密称取人参皂苷 Re 标准品 10.0mg,置于 10mL 容量瓶中,加适量甲醇使溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。

B1.2.2 5%香草醛-冰醋酸溶液:称取 0.5g 香草醛,加冰醋酸 10mL 使溶解。

B1.2.3 高氯酸:分析纯。

B1.2.4 冰醋酸:分析纯。

B1.2.5 甲醇:分析纯。

B1.2.6 95%乙醇:分析纯。

B1.2.7 D101 大孔吸附树脂。

B1.2.8 标准品来源纯度:人参皂苷 Re 标准品来源于中国食品药品检定研究院,供含量测定用纯度。

B.1.3 分析步骤

B1.3.1 标准曲线的制备:精密吸取对照品溶液 0、30、60、90、120、150 μ L,分别置于蒸发皿中,放在水浴挥干(低于 60 $^{\circ}$ C),在已挥干的蒸发皿中准确加入 0.2mL 5%香草醛冰醋酸溶液,转动蒸发皿,使残渣用都溶解,再加 0.8mL 高氯酸,混匀后移入 10mL 具塞试管中,置 60 $^{\circ}$ C 水浴加热 10min,取出,冰浴中冷却 10min,加冰醋酸 5mL,摇匀,于 560nm 波长处测定其吸光度值,绘制标准曲线。

B1.3.2 样品处理和测定:取样品 20 片,研细,过 40 目筛,准确称取样品细粉 1.0g,置 100mL 容量瓶中,加水超声提取 30min,再用水定容至 100mL,过滤,精密吸取续滤液 1mL,加入已处理好的 D101 大孔吸附树脂层析柱(内径 0.9cm,高 10cm),静置 20min,用水 25mL,以 0.4~0.5mL/min 速度缓缓洗涤,弃洗脱液。继用 70%乙醇 25mL 同上速度洗脱。收集洗脱液,60 $^{\circ}$ C 水浴上蒸干,在已挥干的蒸发皿中准确加入 0.2mL 5%香草醛冰醋酸溶液,转动蒸发皿,使残渣都溶解,再加 0.8mL 高氯酸,混匀后移入 10mL 具塞试管中,同标准曲线项下操作。根据标准曲线求出样品供试液中总皂苷的含量。

B.1.4 计算

$$X_i = \frac{C_i \times V \times 100}{V_0 \times m}$$

式中

X_i —试样中总皂苷的含量(以人参皂苷 Re 计),单位为毫克每百克(mg/100g);

C_i —由标准曲线算得被测液中人参皂苷Re质量，单位为毫克（mg）；

V —被测样品的稀释体积，单位为毫升（mL）；

V_0 —用于柱层析的样液体积，单位为毫升（mL）；

m —试样取样量，单位为克（g）；

100—单位转换。

计算结果以重复条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，保留三位有效数字。

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10% 。

附 录 C
(规范性附录)
薄膜包衣粉

项 目	指 标
组成	聚乙烯醇、滑石粉、聚乙二醇、吐温-80
制法	经过筛、混合、包装等主要工艺加工制成
感官要求	色泽均匀的干燥粉末，无臭
鉴别	有韧性薄膜形成
外观均匀性	色泽应均匀一致，无花纹与色斑
酸碱度	6.0~7.5
分散均匀性	应能呈无杂质的均匀混悬液，并能全部通过四号筛
粒度	应全部通过四号筛，不能过五号筛的粉末≤5.0%
黏度，mPa·S	≤70
干燥失重，%	≤8.0
灼灼残渣，%	≤45.0
重金属	≤百万分之二十
细菌，CFU/g	≤1000
霉菌和酵母，CFU/g	≤100
大肠埃希菌	不得检出

