

Q/PTY

盘锦天源药业有限公司企业标准

Q/PTY 0003S—2020

保健食品 蓟海牌水飞蓟灵芝提取物颗粒

2020-**-**发布

2020-**-**实施

盘锦天源药业有限公司 发布

目 次

前言·····	II
1 范围·····	1
2 规范性引用文件·····	1
3 要求·····	2
4 检验规则·····	3
5 标志、标签，包装，运输与贮存·····	4
6 附录 A·····	6
7 附录 B·····	8

前 言

本标准根据《中华人民共和国食品安全法》制定，并按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则修订。

本标准食品安全指标依据 GB 16740-2014《食品安全国家标准 保健食品》制定，其中污染物铅的指标限量严于国家标准，其他指标根据产品特性和实测值制定。

本标准由要求，检验规则等章构成。标准的附录 A、B 为规范性附录。

本标准由盘锦天源药业有限公司提出并起草。

本标准主要起草人：吴焕然，吴长昱，魏艳丽，王立新，李宝，李世凯，董延芳，于瑞军

本标准属首次发布。

保健食品 蓟海牌水飞蓟灵芝提取物颗粒

1 范围

本标准规定了蓟海牌水飞蓟灵芝提取物颗粒的要求，检验规则，标签标志，包装、运输、贮存、保质期。

本标准适用于以葛根提取物、五味子提取物、灵芝提取物、水飞蓟提取物为原料，以麦芽糊精、 β -环糊精、甜菊糖苷为辅料，经过粉碎、过筛、混合、制粒、干燥、包装、辐照灭菌等主要生产工艺制成的具有对化学性肝损伤有辅助保护功能的保健食品—蓟海牌水飞蓟灵芝提取物颗粒。

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 4789.1	食品安全国家标准 食品微生物学检验 总则
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 4789.3	食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠菌群计数
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 4789.10	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 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 5009.11	食品安全国家标准 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 5009.17	食品安全国家标准 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/T 6543	运输包装用单瓦楞纸箱和双瓦楞纸箱
GB 7718	预包装食品标签通则
GB 8270	食品安全国家标准 食品添加剂 甜菊糖苷
GB 16740	食品安全国家标准 保健食品
GB 17405	保健食品良好生产规范
YBB 0013 2002	药用包装用复合膜、袋通则
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》
卫生部卫监发（1996）第38号	《保健食品标识规定》
	《中华人民共和国药典》2015版

3 要求

3.1 原料及辅料要求

3.1.1 水飞蓟提取物、五味子提取物、葛根提取物、灵芝提取物：应符合附录 B 的规定。

3.1.2 β -环糊精、麦芽糊精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

3.1.3 甜菊糖苷：应符合 GB 8270 的规定。

3.2 感官要求

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	内容物呈浅黄色至浅棕色	取适量试样置于50ml烧杯或白色瓷盘中，在自然光下观察色泽和状态。嗅其气味，用温开水漱口，品其滋味。
滋、气味	具有本品特有的滋味、气味；无异味	
状态	颗粒，不结块；无正常视力可见外来异物	

3.3 功能要求

本品具有对化学性肝损伤有辅助保护功能。

3.4 标志性成分

应符合表2的规定。

表 2 标志性成分

项目	指标	检验方法
水飞蓟宾, g/100g	≥ 0.30	附录 A.1 水飞蓟宾的测定
葛根素, g/100g	≥ 1.60	附录 A.2 葛根素的测定

3.5 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, %	≤ 8.0	GB 5009.3
灰分, %	≤ 2.0	GB 5009.4
溶化性	10g 样品在 200mL 热水中完全溶解	《中华人民共和国药典》
粒度	不能通过一号筛与能通过五号筛的总和不超过 15%	《中华人民共和国药典》

3.6 污染物限量

应符合表4的规定。

表 4 污染物限量

项目	指标	检验方法
总砷(以 As 计), mg/kg	≤1.0	GB 5009.11
铅(以 Pb 计), mg/kg	≤1.9	GB 5009.12
总汞(以 Hg 计), mg/kg	≤0.3	GB 5009.17
六六六, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19

3.7 微生物指标

应符合表5的规定。

表 5 微生物指标

项目	采样方案 ^a 及限量	检验方法
菌落总数, CFU/g	≤30000	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/g	≤0.92	GB 4789.3 “MPN 计数法”
霉菌和酵母, CFU/g	≤50	GB 4789.15
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4

a:样品的采样及处理按GB 4789.1执行

3.8 装量差异

应符合《中华人民共和国药典》中“制剂通则”项下颗粒剂的规定。试验方法按《中华人民共和国药典》通则颗粒剂项下装量差异规定的方法进行。

3.9 食品添加剂

3.9.1 食品添加剂量应符合国家相应的标准和有关规定。

3.9.2 食品添加剂的品种和使用量应符合 GB 2760 的规定。

3.10 生产过程中的卫生要求

应符合GB 17405的规定。

4 检验规则

4.1 组批与抽样

4.1.1 组批

以一次投料、同一班次、同一生产线生产的产品为一批。

4.1.2 抽样

样品按批随机抽取，设批量件数（包装单位：箱、盒、瓶等）为 X ， $X \leq 3$ 时，每件取样，当 $3 \leq X \leq 300$ 时，按 \sqrt{X} 随机抽样；当 $X \geq 300$ 时，按 $\sqrt{X}/2+1$ 随机抽样。每批样品取样2份，每份样品应为全检所需样品的3倍量，一份送化验室检验，另一份贮存备查。

4.2 原、辅料入库检查

原、辅料入库前应由生产厂的质量监督检验部门按原、辅料要求进行检验，合格后方可入库使用。

4.3 出厂检验

4.3.1 出厂检验项目中的感官要求、溶化性、粒度、水分、菌落总数、大肠菌群、标志性成分、装量差异为必检项目。

4.3.2 每批产品须经生产厂的质量监督检验部门按本标准检验合格后方可出厂，并附有合格证明。

4.4 型式检验

4.4.1 型式检验项目应包括本标准技术要求规定的全部项目。

4.4.2 在正常生产时，型式检验每年进行一次。有下列情况之一时，亦应进行型式检验：

- a 产品定型投产时；
- b 原、辅料产地或供应商发生变化时；
- c 更换主要设备；
- d 停产3个月再生产时；
- e 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- f 国家有关部门进行抽查时。

4.4.3 判定规则

4.4.3.1 所有检验项目均符合本标准时，判为合格品。如检验结果不符合本标准规定时，可在同批产品中加倍取样，复检不合格项目，以复检结果为准，但微生物指标不得复检。

4.4.3.2 检验项目中有一项（微生物指标除外）不符合本标准，可从该批产品中加倍抽样，对不合格项目复检，复检后仍不符合本标准时，则判为不合格品。

4.4.3.3 微生物指标项目中有一项不符合本标准时，判为不合格品，不得复检。

4.4.3.4 当供需双方对产品质量有争议时，应由仲裁单位进行仲裁或按《中华人民共和国质量法》的规定办理。

5 标志、标签、包装、运输、贮存

5.1 标志、标签

产品标志应符合 GB 7718 的要求，产品标签应符合保健食品标识规定的要求。

5.2 包装

5.2.1 产品内包装采用复合膜，应符合 YBB 0013 2002 的要求。产品规格为 5g/袋。每件包装上应有清晰的天蓝色保健食品标识、保健食品批准文号、产品名称、生产企业名称、地址、生产日期、保质期、批号、标志性成分、适宜人群、食用方法、贮藏方法等。

5.2.2 本产品的外包装箱采用瓦楞纸箱。

瓦楞纸箱应符合GB/T 6543要求，外包装上应印有产品名称、生产企业、名称、地址、天蓝色保健食品标识、保健食品批准文号、商标、标志性成分、生产日期、保质期，箱内必须有产品合格证或产品质量检验证。

5.2.3 包装箱应捆扎牢固，正常运输、装卸时不得松散。

5.3 运输

运输工具应清洁卫生，有防雨、防潮、防晒、防挤压措施，不得与有毒有害物质混运。

5.4 贮存

产品应贮藏于阴凉干燥处，应防潮、防晒、防污染，禁止与有毒有害物质混放，离墙离地20cm以上存放。

5.5 保质期

产品在符合本标准规定的条件下存放，自生产之日起，保质期为 24 个月。

附录 A
(规范性附录)
标志性成分检验方法

A.1 水飞蓟宾的测定

A.1.1 原理

将混匀的试样使用 75%甲醇提取，根据高效液相色谱紫外检测器定性定量检测。

A.1.2 试剂

甲醇：色谱纯；

甲醇：分析纯；

冰醋酸：分析纯；

水：纯净水。

A.1.3 仪器

高效液相色谱仪；

恒温水浴锅。

A.1.4 分析步骤

A.1.4.1 标准品溶液的配制

精密称取水飞蓟宾标准品（纯度 $\geq 98\%$ ，sigma）适量，加甲醇溶解并定量稀释制成每 1mL 中约含 50 μg 的溶液，作为标准品溶液。

A.1.4.2 供试品溶液的制备

取本品 0.4g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 75%甲醇 50mL，称定重量，加热回流 30 分钟，放冷，再称定重量，用 75%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，续滤液作为供试品溶液。

A.1.4.3 色谱条件

色谱柱：迪马 C18 柱，250mm \times 4.6mm，5 μm ；

紫外检测器：检测波长 287nm；

流动相：甲醇-水-冰醋酸 (48: 52: 1)；

流速：1.0mL/min；

进样体积：5 μL 。

色谱分析：精密吸取标准品溶液及供试品溶液注入液相色谱仪中，以保留时间定性，以试样峰面积与标准比较定量。

A.1.5 计算

试样中水飞蓟宾的含量：

$$X = \frac{A_1 \times f \times c \times 100}{A_2 \times m \times 1000}$$

X—试样中水飞蓟宾的含量，g/100g；

A1—试样峰面积；

A2—标准峰面积；

f—样液稀释倍数；

c—标准液浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

m—试样的质量 mg。

A.2 葛根素的测定

A.2.1 原理

将混匀的试样使用 30%乙醇提取，根据高效液相色谱紫外检测器定性定量检测。

A.2.2 试剂

甲醇：色谱纯；

乙醇：分析纯；

水：纯净水；

A.2.3 仪器

高效液相色谱仪；

恒温水浴锅。

A.2.4 分析步骤

A.2.4.1 标准品溶液的配制

精密称取葛根素标准品（纯度 96%，中国食品药品检定研究院）适量，加 30%乙醇溶解并定量稀释制成每 1mL 中约含 40 μ g 的溶液，作为标准品溶液。

A.2.4.2 供试品溶液的制备

取本品 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 30%乙醇 100mL，称定重量，加热回流 30 分钟，放冷，再称定重量，用 30%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，续滤液作为供试品溶液。

A.2.4.3 色谱条件

色谱柱：迪马 C18 柱，250mm \times 4.6mm，5 μ m；

紫外检测器：检测波长 250nm；

流动相：甲醇-水 (25: 75)；

流速：1.0mL/min；

进样体积：5 μ L。

色谱分析：精密吸取标准品溶液及供试品溶液注入液相色谱仪中，以保留时间定性，以试样峰面积与标准比较定量。

A.2.5 计算

试样中葛根素的含量：

$$X = \frac{A_1 \times f \times c \times 100}{A_2 \times m \times 1000}$$

X—试样中葛根素的含量， g/100g；

A1—试样峰面积；

A2—标准峰面积；

f—样液稀释倍数；

c—标准液浓度， μ g/mL；

m—试样的质量， mg。

附录 B
(规范性附录)
原料要求

1. 葛根提取物:

项 目	指 标
来源	葛根 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取(分别7倍量、5倍量、3倍量70%乙醇回流提取3次,每次2h)、过滤、浓缩、喷雾干燥(进风温度180~220℃,出风温度70~90℃)、粉碎、包装等主要工艺加工制成
感官要求	棕黄色粉末;具有本品特殊气味,味苦
提取率, %	12.5
葛根素, %	≥40
粒度(80目筛通过率), %	≥90
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.3
总砷(以As计), mg/kg	≤1.0
铅(以Pb计), mg/kg	≤2.0
菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

2. 五味子提取物:

项 目	要 求
来源	五味子 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取(8倍量水回流提取3次,每次2h)、过滤、浓缩、喷雾干燥(进风温度180~220℃,出风温度70~90℃)、粉碎、包装等主要工艺加工制成
感官要求	棕红色均匀精细粉末,气香、味涩,无可见异物
提取率, %	25
五味子总素, %	≥2
粒度(80目筛通过率), %	≥95
灰分, %	≤5.0
水分, %	≤5.0
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.3
总砷(以As计), mg/kg	≤1.0

铅(以Pb计), mg/kg	≤2.0
菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

3. 灵芝提取物:

项 目	要 求
来源	灵芝 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取(分别10、10、8倍量85%乙醇提取3次, 每次2h; 滤渣分别加20、15、8倍量水提取3次, 每次1.5h)、过滤、浓缩、真空干燥(50~60℃, 0.08MPa)、粉碎、混合、包装等主要工艺加工制成
感官要求	棕色至棕褐色粉末; 具有灵芝特有香气, 味苦
提取率, %	3.7
灵芝多糖(以葡萄糖计), %	≥10.0
灵芝三萜(以齐墩果酸计), %	≥4.0
粒度(80目筛通过率), %	≥100
水分, %	≤8.0
灰分, %	≤9.0
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.3
总砷(以As计), mg/kg	≤1.0
铅(以Pb计), mg/kg	≤2.0
农药残留	无
菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

4. 水飞蓟提取物:

项 目	要 求
来源	水飞蓟籽 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经压榨除油、提取(压榨粕1.5倍量乙醇60±5℃循环提取24h)、过滤、浓缩、真空干燥(90±5℃, 大于0.08MPa)、粉碎、除溶残、粉碎、包装等主要工艺加工制成
感官要求	淡黄色至黄棕色松散粉末; 具有本品特有的滋味、气味
鉴别(1)	应即显玫瑰红色
鉴别(2)	应即产生黄色沉淀

鉴别(3)	在287nm波长处有最大吸收
提取率, %	4
总黄酮(以水飞蓟宾计), %	≥ 75
水飞蓟宾, %	≥ 20
粒度(80目筛通过率), %	≥ 100
水分, %	≤ 5.0
灰分, %	≤ 0.5
总砷(以As计), mg/kg	≤ 1.0
铅(以Pb计), mg/kg	≤ 2.0
总汞(以Hg计), mg/kg	≤ 0.3
大肠菌群, MPN/g	≤ 0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤ 50
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25g$
沙门氏菌	$\leq 0/25g$