

Q/PTY

盘锦天源药业有限公司企业标准

Q / PTY 0002S-2019

保健食品 蓟海牌水飞蓟胶囊

2019-XX-XX 发布

2019-XX-XX 实施

盘锦天源药业有限公司 发布

目次

前言	3
1 范围	4
2 规范性引用文件	4
3 要求	5
4 检验规则	6
5 标志、标签，包装，运输与贮存	7
6 附录 A	8
7 附录 B	9

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则制定。

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》、GB 2763-2016《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》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，李世凯，李宝，董延芳，于瑞军

本标准属首次发布。

保健食品 蓟海牌水飞蓟胶囊

1 范围

本标准规定了保健食品 蓟海牌水飞蓟胶囊的要求，试验方法，检验规则，标志、标签、包装、运输与贮存。

本标准适用于以水飞蓟提取物为原料，经过筛、制粒、干燥、装囊、辐照灭菌、包装等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 蓟海牌水飞蓟胶囊，其功效成分分为水飞蓟宾。

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 菌落总数计数
- 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 4806.7 食品安全国家标准 食品接触用塑料材料及制品
- 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 食品安全国家标准 预包装食品标签通则
- 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 00112002 口服固体药用聚丙烯瓶
- YBB 00122002 口服固体药用高密度聚乙烯瓶

YBB 00152002 药品包装用铝箔

YBB 00212002 聚氯乙烯固体药用硬片

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》

中华人民共和国卫生部 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年版

3 要求

3.1 原辅料要求

3.1.1 水飞蓟提取物

应符合附录 A 的要求。

3.1.2 明胶空心硬胶囊

应符合《中华人民共和国药典》2015年版 四部-药用辅料的规定。

3.2 感官要求

应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项 目	要 求	检测方法
色 泽	内容物呈浅黄色至棕色	取适量样品,将内容物置于 50ml 烧杯或白色瓷盘中,在自然光下观察色泽和状态,用温开水漱口,品其滋味。
滋味、气味	具有本品应有的滋、气味,无异味	
状 态	胶囊完整光洁,无破裂,内容物为颗粒,无正常视力可见外来异物	

3.3 功能要求

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	检测方法	
水飞蓟宾/ (g/100g)	≥	20.0	附录 B

3.5 理化指标

应符合表 3 的规定。

表 3 理化指标

项 目	指 标	检测方法	
水分/%	≤	9.0	GB 5009.3
灰分/%	≤	3.0	GB 5009.4
铅 (Pb) / (mg/kg)	≤	1.9	GB 5009.12
总砷 (As) / (mg/kg)	≤	1.0	GB 5009.11

Q / PTY 0001S-2019

表 3 理化指标 (续)

总汞 (Hg) / (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
崩解时间 min	≤	60	《中华人民共和国药典》2015年版

3.6 微生物限量

应符合表 4 要求。

表 4 微生物限量

项目	采样方案 ^a 及限量	检测方法	
菌落总数/ (CFU/g)	≤	3×10 ⁴	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
*:样品的采样与处理按 GB 4789.1 执行。			

3.7 装量差异

应符合《中华人民共和国药典》2015年版四部中“制剂通则项下“胶囊剂”的规定。

3.8 生产加工过程的卫生要求

应符合 GB 17405 的规定。

3.9 辐照灭菌要求

采用放射线同位素钴 60 辐照灭菌，剂量 5 kGy。

4 检验规则

4.1 原、辅料入库检验

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。

4.2 出厂检验

4.2.1 出厂检验项目包括感官要求、水分、灰分、标志性成分、崩解时限、全部微生物指标、装量差异指标。

4.2.2 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。

4.3 型式检验

4.3.1 型式检验从出厂检验合格产品中随机抽取进行，型式检验项目为本标准技术要求中全部检验项目。

4.3.2 在正常生产时，每年至少进行一次，有下列情况之一时，应进行型式检验。

- a) 产品定型投产时；
- b) 原料产地或供应商发生改变，可能影响产品质量时；
- c) 更换主要设备时；

- d) 长期停产再生产时;
- e) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时;
- f) 国家质量监督机构进行抽查时。

4.4 组批

以一次投料、同一班次、同一生产线生产的产品为一批。

4.5 抽样方法

试样按批随机抽取,按批量件数(包括单位:箱、盒、瓶等)为 x ,当 $x \leq 3$ 时,每件取样;当 $3 \leq x \leq 300$ 时,按 \sqrt{x} 随机取样;当 $x \geq 300$ 时,按 $\sqrt{x}/2+1$ 随机取样。每批试样取样3份,每份样品应为全检所需样品的3倍量,一份做微生物学检验,一份做其他项目检验,另一份贮存备查。(也可根据具体情况设定其他抽样方法)。

4.6 判定规则

4.6.1 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。

4.6.2 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、运输与贮存

5.1 标志

包装储运图示标志按GB/T 191执行。产品运输包装上应有向上、怕晒、怕雨等标志,并标示保健食品名称、保健食品标志与保健食品批准文号、装量差异、包装规格、生产日期及保质期、贮藏方法、生产企业名称与地址。

5.2 标签

按GB 7718、GB 16740及《保健食品标识规定》的有关内容执行。标志为清晰的保健食品标识。保健食品标识和说明书标示以下内容:保健食品名称、保健食品标志与保健食品批准文号、装量差异、主要原辅料、功效成分/标志性成分及含量、保健功能、适宜人群、食用方法及食用量、生产日期及保质期、贮藏方法、执行标准、生产企业名称与地址。

5.3 包装

5.3.1 包装

产品内包装采用塑料材料及制品，应符合 GB 4806.7 规定要求或分别符合 YBB 00112002、YBB 00122002、YBB 00152002、YBB 00212006 的规定。外包装采用瓦楞纸箱。纸箱应符合 GB/T 6543 的要求，外包装上应印有产品名称、生产企业名称及地址、天蓝色保健食品标识、保健食品批准文号、保健食品注册批件中说明书内容、商标、生产日期等，箱内必须有产品合格证或产品质量检验证。

5.3.2 包装规格

0.11 克/粒

5.4 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、有害物品混放。

5.5 贮存

产品应贮存于阴凉干燥处，应防潮、防污染，不得与有毒、有害物品混放。

5.6 保质期

在符合本标准规定的条件下，自生产之日起，保质期为 24 个月。

附录 A
(规范性附录)
原料质量要求

A.1 水飞蓟提取物

应符合表 A.1 的规定。

表 A.1 水飞蓟提取物的质量要求

项目	指标
感官	浅黄色至棕色粉末
鉴别	《中华人民共和国药典》2015 年版 一部
细度, 目	80
干燥失重, %	≤ 5.0
灼烧残渣, %	≤ 0.5
水飞蓟宾, g/100g	≥ 20
铅 (Pb), mg/kg	≤ 1.9
总砷 (As), mg/kg	≤ 1.0
总汞 (Hg), mg/kg	≤ 0.3
六六六, mg/kg	≤ 0.1
滴滴涕, mg/kg	≤ 0.1
菌落总数/(CFU/g)	≤ 1000
大肠菌群/(MPN/g)	≤ 0.36
霉菌和酵母/(CFU/g)	≤ 50
金黄色葡萄球菌	≤ 0/25 g
沙门氏菌	≤ 0/25 g

注：水飞蓟提取物是使用水飞蓟籽，经压榨、提取、浓缩、脱脂、精制、干燥、混合内包、粉碎制成的。由本企业自己生产。

附录 B
(规范性附录)
标志性成分检测方法

B.1 水飞蓟宾的测定**B.1.1 试剂**

- B.1.1.1 甲醇（色谱纯）
B.1.1.2 甲醇（分析纯）
B.1.1.3 冰醋酸（分析纯）。
B.1.1.4 水：纯净水。
B.1.1.5 水飞蓟宾标准品：纯度≥98%

B.1.2 仪器

- B.1.2.1 高效液相色谱仪（紫外检测器）
B.1.2.2 恒温水浴锅

B.1.3 色谱条件

- B.1.3.1 色谱柱：迪马 C18 柱，250X4.6mm, 5μm。
B.1.3.2 流动相：甲醇：水：冰醋酸=48:52:1
B.1.3.3 检测波长：287nm
B.1.3.4 流速：1.0ml/min
B.1.3.5 进样体积：5μl

B.1.4 测定步骤

- B.1.4.1 标准溶液的配制：精密称取水飞蓟宾标准品适量，加甲醇溶解并定量稀释成每 1ml 约含 50μg 的溶液，作为标准品溶液。
B.1.4.2 样品溶液的配制：取样品 20mg，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 75%的甲醇 100ml，称定重量，加热回流 30min，放冷，再称定重量，用 75%的甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，续滤液作为样品溶液。
B.1.4.3 样品测定：精密吸取标准溶液及样品溶液注入液相色谱仪中，以保留时间定性，以样品峰面积或峰高与标准比较定量。
B.1.4.4 结果计算：

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

式中：

- X—样品中水飞蓟宾的含量，g/100g；
A₁—样品的峰面积；
A₂—标准品的峰面积。
f—样液稀释倍数；
c—标准液浓度，μg/ml；
m—样品的质量，g。