

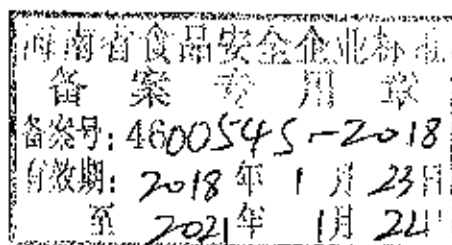
Q/HJRS

海南省食品安全企业标准

Q/HJRS 0052S—2017

代替 Q/HJR 0052S—2015

京润牌臻致胶囊



2017-12-01 发布

2017-12-30 实施

海南京润珍珠生物技术股份有限公司 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术要求	2
3.1 原辅材料	2
3.2 感官要求	2
3.3 功能要求	2
3.4 标志性成分指标	2
3.5 理化指标	2
3.6 微生物限量	3
应符合表 4 的规定。	3
3.7 净含量及允许负偏差	3
3.8 辐照技术要求	3
辐照装置和管理应符合 GB 18524 的规定，辐照剂量为 6kGy。	3
4 生产加工过程中的卫生要求	3
5 检验规则	4
5.1 原料入库检验	4
原辅料入库前由本厂质检部门按质量标准验收，合格后方可入库使用。	4
5.2 组批	4
5.3 抽样	4
5.4 出厂检验	4
5.5 型式检验	4
5.6 判定规则	4
6 标签、标志、包装、运输、贮存	4
6.1 标签、标志	4
6.2 包装	4
6.3 运输	5
6.4 贮存	5
7 保质期	5
在符合本标准规定的条件下，产品保质期为 24 个月。	5
附录 A (规范性附录) 总蒽醌和维生素 E 测定方法	6
附录 B (规范性附录) 原料要求	10

前 言

本标准代替 Q/HJR 052S—2015《京润牌臻致胶囊》。

本标准与 Q/HJR 052S—2015 相比，主要变化如下：

——引用了最新版本的规范性引用文件；

——修改了附录 A 的检测方法。

——修改了标志性成分芦荟甙含量的表达形式。

本标准附录 A 和 B 为规范性附录。

本标准由海南京润珍珠生物技术股份有限公司提出。

本标准由海南京润珍珠生物技术股份有限公司起草。

本标准主要起草人：李木元、吴姝珍。

所代替标准的历次版本发布情况为：

——Q/HJRS 052—2006、Q/HJR 052S—2014、Q/HJR 052S—2015。

标准名称

1 范围

本标准规定了京润脾臻致胶囊的技术要求、生产加工过程中的卫生要求、检验规则以及标签、标志、包装、运输、贮存的要求。

本标准适用于以红花粉、芦荟粉、水溶性珍珠粉、维生素E、糊精为主要原料，经辐照、粉碎、混合、灌装、包装等工艺制成的功效成分为芦荟甙、维生素E，具有祛黄褐斑保健功能的保健食品京润脾臻致胶囊的生产控制、检验、储运等环节。

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 5009.5 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定

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 食品中镉的测定

GB 5009.15 食品安全国家标准 食品中铜的测定

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 19281 碳酸钙分析方法

GB 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 17405 保健食品良好生产规范

GB 16740 食品安全国家标准 保健食品

GB 18524 食品安全国家标准 食品辐照加工卫生规范

QB/T 2489 食品原料用芦荟制品

JJF1070 定量包装商品净含量计量监督管理办法

YBB00262002 口服固体药用聚酯瓶

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》

国家质量监督检验检疫总局令[2009]第123号《关于修改〈食品标识管理规定〉的决定》
 《中华人民共和国药典》(2015年版一部、二部)
 《保健食品检验与评价技术规范》(卫生部 2003年版)

3 技术要求

3.1 原辅材料

应符合附录B要求。

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	内容物呈淡褐色	取样品10粒于白色器皿中,在自然光线下观察其胶囊外观和性状,打开胶囊将内容物倒在器皿中,观察其色泽和杂质,并嗅其气味,品其滋味
性 状	胶囊完整、无破损、无粘连,内容物呈粉末状	
滋味与气味	具本品固有的气味、无异味	
杂 质	无正常视力可见的外来杂质	

3.3 功能要求

具有祛黄褐斑保健功能。

3.4 标志性成分指标

应符合表2的规定。

表2 理化指标

项 目	指 标	检 验 方 法
芦荟甙, mg/100g	20~37.6	按《保健食品检验与评价技术规范》(卫生部 2003年版)高效液相色谱法测定(不含胶囊壳)。采用 250mm×4.6mm, 5 μm 的 C18 色谱柱, 流速 0.8ml/min。
维生素 E, mg/g	2.02~4.55	按附录 A 规定的方法

3.5 理化指标

应符合表3的要求。

表3 理化指标

项 目	指 标	检 验 方 法
崩解时限, min	≤ 30	按《中华人民共和国药典》(2015年版二部)规定的方法
水分, g/100g	≤ 9.0	GB 5009.3
灰分, g/100g	≤ 20.0	GB 5009.4

表3 理化指标(续)

项 目	指 标	检验方法
蛋白质, g/100g \geq	4.0	GB 5009.5
钙(以Ca计), g/100g	4.7~7.8	GB/T 13281
总黄酮(以1,8-二羟基黄酮计), mg/100g \leq	50.0	按附录A规定的方法
总砷(以As计), mg/kg \leq	1.0	GB 5009.11
铅(以Pb计), mg/kg \leq	1.5	GB 5009.12
镉(以Cd计), mg/kg \leq	0.2	GB 5009.15
汞(以Hg计), mg/kg \leq	0.2	GB 5009.17
六六六, mg/kg \leq	0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg \leq	0.1	GB/T 5009.19

3.6 微生物限量

应符合表4的规定。

表5 微生物限量

项 目	采样方案及限量 (若非指定, 均以/25g 或表示)	检验方法
菌落总数, CFU/g \leq	30000	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/g \leq	0.92	GB 4789.3 MPN 计数法
霉菌和酵母, CFU/g \leq	50	GB 4789.15
沙门氏菌 \leq	0/25g	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌 \leq	0/25g	GB 4789.10

注: 样品的处理及采集按 GB 4789.1 执行。

3.7 净含量及允许负偏差

应符合表5的规定。

表4 净含量及允许负偏差

净含量 (g)	允许负偏差 (g)
54	9%

3.8 辐照技术要求

辐照装置和管理应符合 GB 13524 的规定, 辐照剂量为 6K Gy。

4 生产加工过程中的卫生要求

应符合 GB 17405 的要求。

5 检验规则

5.1 原料入库检验

原辅料入库前由本厂质检部门按质量标准验收，合格后方可入库使用。

5.2 组批

以同一批原料、同一生产日期、同一生产班次生产的包装完好的同一规格产品为一组批。

5.3 抽样

每批产品按包装件数的 1% 随机抽样，不足 1 千件者按 1 千件计。抽样量不得少于 12 个最小独立包装。每批产品抽样数量不少于 1kg，抽样数量的 1/4 用于感官检查和理化指标检验，1/2 用于微生物指标检验，1/4 用于留样，另根据产品的具体规格抽取适当的样品进行净含量检验。

5.4 出厂检验

每批产品须经公司检验部门按标准检验合格，附有合格证明后方可出厂，出厂检验项目为：感官、净含量、芦荟甙、维生素 E、水分、灰分、蛋白质、钙、菌落总数、大肠菌群等。

5.5 型式检验

型式检验是对产品质量进行的全而考核，正常生产时每半年进行一次，检验项目包括本标准技术要求中的全部项目。有下列情况之一时亦应进行型式检验。

- A) 产品正式投入生产时；
- B) 主要原辅料来源有较大改变或更换主要生产设备，可能影响产品质量时；
- C) 出厂检验与上一次型式检验结果有较大差异时；
- D) 长期停产 3 个月以上，恢复生产时；
- E) 食品安全监管部门提出进行型式检验的要求时。

5.6 判定规则

所检项目检验结果全部符合本标准规定时，判该批产品为合格品。微生物指标不符合本标准要求时，判该批产品为不合格品，不得复检。除微生物指标外，其它项目检验结果不符合本标准要求时，可以在原批次产品中双倍抽样复检一次，判定以复检结果为准。复检后仍有一项或一项以上不符合标准，则判该批产品为不合格品。

6 标签、标志、包装、运输、贮存

6.1 标签、标志

销售包装的产品标签应符合 GB 7718、GB16740 及卫生部《保健食品标识规定》的规定。产品运输包装标志应符合 GB/T 191 的要求。

6.2 包装

产品内包装应符合 YBB00262002 的要求，包装规格为每粒 0.45g。外包装用纸箱符合 GB/T 6543 的要求。

6.3 运输

运输工具必须清洁、干燥、无异味、无污染；运输时应防雨、防潮、防暴晒；装卸时应轻放轻卸，不得与有毒、有害、有异味或其它可能影响产品品质的物品混装、混运。

6.4 贮存

产品应贮存于阴凉、干燥、通风的仓库内，仓库周围应无异气污染，仓库内应保持清洁卫生，有防尘、防蝇、防鼠等设施。不得与有毒、有害、有异味、易挥发、易腐蚀或其它可能影响产品品质的物品同库储存。包装箱底部应有 100mm 以上的垫板。

7 保质期

在符合本标准规定的条件下，产品保质期为 24 个月。

附 录 A
(规范性附录)
总萹醌和维生素 E 测定方法

A. 1.1 原理

试样用甲醇提取，经酸解氧化，使结合态的萹醌分解为游离态，使还原态的萹醌、萹醌、二萹醌等萹醌类化合物氧化成氧化态，再经乙醚提取，用醋酸镁甲醇液显色测定。

A. 1.2 试剂和仪器

A. 1.2.1 甲醇

A. 1.2.2 盐酸 (1+1)

A. 1.2.3 1,8-二羟基萹醌对照品液

精密称取 1,8-二羟基萹醌对照品 5mg，置 50ml 容量瓶中，加甲醇溶解，定容至刻度。

A. 1.2.4 0.5g/100ml 醋酸镁甲醇液

A. 1.2.5 分光光度计

A. 1.2.6 100ml 蒸发皿

A. 1.2.7 60ml 分液漏斗

A. 1.2.8 10ml、50ml、100ml 容量瓶

A. 1.2.9 回流装置

A. 1.2.10 150ml 碘量瓶

A. 1.3 标准曲线的制备

吸取 1,8-二羟基萹醌对照品液 (0.0、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00ml)，置于 10ml 容量瓶或比色管中，加醋酸镁甲醇液至 10.0ml，摇匀，即为 0 μg/ml、2 μg/ml、4 μg/ml、6 μg/ml、8 μg/ml、10 μg/ml 的标准使用溶液。用 1cm 比色皿于 510nm 测定吸光度，绘制标准曲线，求出回归方程。

A. 1.4 样品测定

称取约 0.5g 样品，置于 150ml 碘量瓶中，准确加入 50.0ml 甲醇，90℃ 水浴回流 1h，放冷，过滤，取 10.00ml 滤液置于 150ml 碘量瓶中，蒸干，加 20ml 水溶解，加 3.0ml 30% 过氧化氢、0.50ml 盐酸 (1+1)，于 90℃ 水浴回流 30min，放冷，用乙醚提取 2~3 次 (20ml、20ml、15ml) 分离乙醚层后，收集于 100ml 蒸发皿中，对水层重复提取，合并乙醚提取液，水洗 2 次 (10ml、10ml)，弃水液，取醚液挥干，残渣加醋酸镁甲醇液溶解，定容 10.0ml，摇匀，比色测定。

计算公式：

$$\text{样品中总萹醌含量 (mg/100g)} = (A \times 50 \times 100) / (a \times 1000)$$

式中：A——样品相当于标准系列的浓度（ $\mu\text{g/ml}$ ）

n ——样品取样量（ g ）

注明：本检测方法参照《保健食品中总皂甙的测定》制定，《保健食品中总甾醇的测定》叶碧莎，赵琳，宋锐华。中国卫生检验杂志 2007 年 5 月第 17 卷第 5 期。

A.2 维生素E测定方法

A.2.1 原理

维生素 E 结构中苯环上有酚羟基，故有紫外吸收，其无水乙醇液在 284nm 的波长处有最大的吸收，吸收系数为 41.9~45.0，经高效液相色谱仪 C18 柱分离，保留时间定性，用外标法定量。

A.2.2 仪器及试剂

A.2.2.1 高效液相色谱仪（带紫外检测器）

A.2.2.2 分析天平：0.01mg、0.1mg

A.2.2.3 超声波清洗机

A.2.2.4 甲醇（色谱纯）

A.2.2.5 无水乙醇（分析纯）

A.2.2.6 维生素E对照品（纯度 $\geq 97\%$ ）

A.2.2.7 移液枪（100 μL ）

A.2.3 色谱条件

A.2.3.1 色谱柱：C18柱（5 μm , 4.6 mm \times 250 mm）

A.2.3.2 流动相：甲醇（色谱纯）

A.2.3.3 流速：1.5 ml/min

A.2.3.4 进样体积：20 μL

A.2.3.5 检测波长：284 nm

A.2.3.6 柱温：35 $^{\circ}\text{C}$ ；

A.2.4 分析步骤

A.2.4.1 对照品储备溶液制备

精密称定维生素 E 对照品 200mg 于 10ml 的容量瓶中，加无水乙醇定容，制成每 1ml 含维生素 E 20mg 的溶液，作为对照品储备溶液。

A.2.4.2 标准使用溶液的制备

A.2.4.2.1 0.14mg/ml 标准溶液制备

吸取 0.7ml 标准储备溶液置于 100ml 容量瓶中，用无水乙醇定容至刻度，摇匀。

A. 2. 4. 2. 2 0.3mg/ml 标准溶液制备

吸取 0.15ml 标准储备溶液置于 10ml 容量瓶中，用无水乙醇定容至刻度，摇匀。

A. 2. 4. 2. 3 1.0mg/ml 标准溶液制备

吸取 0.5ml 标准储备溶液置于 10ml 容量瓶中，用无水乙醇定容至刻度，摇匀。

A. 2. 4. 2. 4 2.0mg/ml 标准溶液制备

吸取 1.0ml 标准储备溶液置于 10ml 容量瓶中，用无水乙醇定容至刻度，摇匀。

A. 2. 4. 2. 5 4.0mg/ml 标准溶液制备

吸取 2.0ml 标准储备溶液置于 10ml 容量瓶中，用无水乙醇定容至刻度，摇匀。

A. 2. 4. 3 供试品溶液配制

精密称定供试品 5g 于 50ml 容量瓶中，加 30~40ml 无水乙醇溶解，超声波萃取 3 小时（样品会在瓶底结块，每隔 1 小时摇散一次），静置 18~20 小时后，再次超声 3 小时（样品会在瓶底结块，每隔 1 小时摇散一次），冷却至室温，加无水乙醇定容，摇匀。静置沉淀后，用注射器吸取上清液，用 0.45 μm 的有机系滤头过滤，取滤液作为含量测定的供试品溶液。

A. 2. 4. 4 标准曲线

将 A. 2. 4. 2 的标准使用溶液在上述色谱条件下进行测定，保留时间为 20min。

A. 2. 5 测定

取供试品溶液，在上述色谱条件下进行测定，查浓度-峰面积标准曲线得样品溶液的维生素 E 含量 (mg/ml)。

A. 2. 6 计算

样品中维生素 E 含量按下式计算：

$$X = \frac{C \times V}{m}$$

式中：

X—样品中维生素 E 含量，单位为 mg/g；

C—从浓度-峰面积标准曲线上查得样品溶液的维生素 E 浓度，单位为 mg/ml；

V—待测样品溶液定容体积，单位为 ml；

m—称取样品的质量，单位为 g。

允许差：同一样品的两次测定值只差应不超过两次测定平均值的 10%。

注明：本检测方法参照《HPLC法测定维生素E片含量》制定。《HPLC法测定维生素E片含量》代品，
朱军，赵森，杨万清，《成都医学院学报》2007年3月2卷1期。

附 录 B
(规范性附录)
原料要求

B.1 红花

应符合《中华人民共和国药典》(2015年版 一部)的要求。

B.2 芦荟粉

应符合符合 QB/T 2489 的要求。

B.3 水溶性珍珠粉

应符合表 B.1 的要求。

表 B.1 水溶珍珠粉

项 目	指 标
性状	白色粉末
钙(以 Ca 计)	12.5~18.5 g/100g
水分	≤5.0 g/100g
蛋白质	0.5~2.0 g/100g
铅(以 Pb 计)	≤0.5 mg/kg
砷(以 As 计)	≤1.0 mg/kg
汞(以 Hg 计)	≤0.3 mg/kg
镉(以 Cd 计)	≤0.2 mg/kg

B.4 维生素E

应符合表 B.2 的要求。

表 B.2 维生素E

项 目	指 标
性状	本品为白色或类白色的颗粒或粉末；易吸潮。
干燥失重	105℃干燥至恒重，减失重量不得过 8.0%
维生素 E 含量	≥10%
微生物限度	菌落总数 ≤1000cfu/g
	霉菌和酵母菌数 ≤50cfu/g
	大肠菌群 ≤0.92MPN/g

维生素E含量检测：按附录A操作

B.5 糊精

应符合《中华人民共和国药典》（2015年版 四部）的要求。

B.6 明胶空心胶囊

应符合《中华人民共和国药典》（2015年版 四部）的要求。
