

ICS 67.230
X 83

Q/YST

海南省食品安全企业标准

Q/YST 0045S—2024

代替 Q/0045S—2021

养生堂®天麻氨基丁酸片

2024-09-10 发布

2024-11-01 实施

养生堂药业有限公司 发布

前 言

本标准按照《中华人民共和国食品安全法》和GB/T 1.1《标准化工作导则第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本标准代替Q/YST 0045S—2021《养生堂®天麻氨基丁酸片》。

本标准与Q/YST 0045S—2021相比，主要变化如下：

——引用了最新的规范性引用文件。

本标准附录A、附录B为规范性附录。

本标准由养生堂药业有限公司提出。

本标准由养生堂药业有限公司起草。

本标准主要起草人：方洁、张朝云、丁成柳。

标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——Q/YST 0045S—2021。

养生堂®天麻氨基丁酸片

1 范围

本标准规定了养生堂®天麻氨基丁酸片的技术要求、生产加工过程的卫生要求、试验方法、检验规则以及标签、标志、包装、运输、贮存和保质期限的要求。

本标准适用于以 γ -氨基丁酸、天麻提取物、维生素B₆（盐酸吡哆醇）、微晶纤维素、乳糖、二氧化硅、硬脂酸镁、薄膜包衣预混剂（聚乙烯醇、二氧化钛、聚乙二醇、滑石粉、氧化铁红）为主要原料，通过配料、混合、压片、包衣、包装等生产工艺制成的，其标志性成分为 γ -氨基丁酸和天麻素，具有改善睡眠保健功能的保健食品养生堂®天麻氨基丁酸片的生产控制、检验和贮运等环节。

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 1886.91 食品安全国家标准 食品添加剂 硬脂酸镁
- GB 1886.103 食品安全国家标准 食品添加剂 微晶纤维素
- GB 2760 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准
- GB 2763 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量
- 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 5009.124 食品安全国家标准 食品中氨基酸的测定
- GB 5009.154 食品安全国家标准 食品中维生素B₆的测定
- GB/T 6543 运输包装用单瓦楞纸箱和双瓦楞纸箱
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 7718 食品安全国家标准 预包装食品标签通则
- GB 14753 食品安全国家标准 食品添加剂 维生素B₆（盐酸吡哆醇）
- 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
 GB 23350 限制商品过度包装要求 食品和化妆品
 GB 25576 食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化硅
 GB 25595 食品安全国家标准 乳糖
 YBB00122002 口服固体药用高密度聚乙烯瓶
 YBB00122005 药用固体纸袋装硅胶干燥剂
 YBB00132002 药用复合膜、袋通则
 YBB00172002 聚酯/铝/聚乙烯药用复合膜、袋
 卫生部公告2009年第12号《关于批准γ-氨基丁酸等6种物质为新资源食品的公告》
 国家市场监督管理总局令第70号《定量包装商品计量监督管理办法》
 《国家食品安全监督抽检实施细则(2021年版)》
 《保健食品标识规定》
 《保健食品标注警示用语指南》
 《中华人民共和国药典》

3 技术要求

3.1 原辅料要求

- 3.1.1 γ-氨基丁酸、天麻提取物：应符合附录 A 的规定。
 3.1.2 维生素 B₆（盐酸吡哆醇）：应符合 GB 14753 的规定。
 3.1.3 乳糖：应符合 GB 25595 的规定。
 3.1.4 微晶纤维素：应符合 GB 1886.103 的规定。
 3.1.5 二氧化硅：应符合 GB 25576 的规定。
 3.1.6 硬脂酸镁：应符合 GB 1886.91 的规定。
 3.1.7 薄膜包衣预混剂（聚乙烯醇、二氧化钛、聚乙二醇、滑石粉、氧化铁红）：应符合附录 B 的规定。

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	包衣呈淡粉色，片芯呈米色至浅黄色间棕色，色泽均匀	取适量试样置于白色瓷盘中，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
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味、无异味	
性 状	包衣片，完整光洁，无裂片，表面干燥，不粘连	
杂 质	无正常视力可见外来异物	

3.3 保健功能

本品经动物实验评价，具有改善睡眠的保健功能。

3.4 功效成分指标

应符合表2的规定。

表 2 功效成分指标

项 目	指 标	检验方法
γ -氨基丁酸, g/100g \geq	5.71	4.1 γ -氨基丁酸的测定
天麻素, g/100g \geq	0.43	4.2 天麻素的测定

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
维生素B ₆ (盐酸吡哆醇), g/100g	0.16~0.27	GB 5009.154
水分, g/100g \leq	8.0	GB 5009.3
灰分, g/100g \leq	12.0	GB 5009.4
崩解时限, min \leq	60	《中华人民共和国药典》
铅 (以Pb计), mg/kg \leq	2.0	GB 5009.12
总砷 (以As计), mg/kg \leq	1.0	GB 5009.11
总汞 (以Hg计), mg/kg \leq	0.3	GB 5009.17
六六六, mg/kg \leq	0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg \leq	0.2	GB/T 5009.19

3.6 微生物指标

应符合表4的规定。

表 4 微生物指标

项 目	指 标	检验方法
菌落总数, CFU/g \leq	10000	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
金黄色葡萄球菌 \leq	0/25g	GB 4789.10
沙门氏菌 \leq	0/25g	GB 4789.4

4 试验方法

4.1 γ -氨基丁酸的测定

4.1.1 仪器

4.1.1.1 日立 L-8900 氨基酸自动分析仪

4.1.1.2 酸度计

4.1.1.3 天平 (感量 0.1mg)

4.1.2 试剂和标准对照品

4.1.2.1 盐酸 (优级纯)

4.1.2.2 缓冲液：PH-1 (B1)、PH-2 (B2)、PH-3 (B3)、PH-4 (B4)、H2O (B5)、PH-RG (B6) (由日立公司提供)

4.1.2.3 衍生试剂：R1、R2, R1/R2=50/50 (由日立公司提供)

4.1.2.4 γ -氨基丁酸 (纯度 99%, Sigma)

除非另有说明, 所用试剂均为分析纯, 水为 GB/T 6682 规定的高纯水。

4.1.3 色谱条件

4.1.3.1 色谱柱：分离柱：4.6mm(ID)*60mm(L), 3 μ m 日立填料

4.1.3.2 反应柱：4.6mm(ID)*40mm(L), 内置惰性金刚砂小颗粒

4.1.3.3 检测波长：570nm 和 440nm

4.1.3.4 流速：0.4mL/min

4.1.3.5 进样量：20 μ L

洗脱程序见下表：

时间	流速, mL/min	B1, %	B2, %	B3, %	B4, %	B5, %	B6, %
0.0	0.4	100	0	0	0	0	0
2.5	0.4	100	0	0	0	0	0
2.6	0.4	0	100	0	0	0	0
5.0	0.4	0	100	0	0	0	0
5.1	0.4	0	0	100	0	0	0
12.8	0.4	0	0	100	0	0	0
12.9	0.4	0	0	0	100	0	0
27.0	0.4	0	0	0	100	0	0
27.1	0.4	0	0	0	0	0	100
32	0.4						

4.1.4 标准溶液制备

准确称取 γ -氨基丁酸对照品 10.0mg, 置于 250mL 容量瓶中, 加 0.02N 盐酸溶解并定容至刻度, 摇匀, 制成每 1mL 含 40 μ g γ -氨基丁酸的标准品溶液。

4.1.5 样品溶液制备

取样品 10 片, 磨成粉末, 称取 150mg 于 500mL 容量瓶中, 加 0.02N 盐酸溶解并定容至刻度, 样品溶液经 0.45 μ m 滤膜过滤, 进样。

4.1.6 测定

吸取 γ -氨基丁酸标准溶液 20 μ L 注入氨基酸自动分析仪, 按上述色谱条件测定, 再取样品溶液按相同色谱条件测定, 以色谱峰峰面积积分值计算样品含量。

4.1.7 结果计算

$$X_i = \frac{C_i \times F_i \times V_i}{M_i \times 1000}$$

式中：

X_i ——样品中 γ -氨基丁酸的含量, mg/g;

C_i ——进样样液的浓度, μ g/mL;

F_i ——稀释倍数;

V_i ——定容容积, mL;

M_i ——样品的质量, g。

4.2 天麻素的测定

4.2.1 仪器: 高效液相色谱仪, 带二极管阵列检测器; 超声波清洗器; 天平(感量 0.1mg)。

4.2.2 试剂: 乙腈(HPLC级); 天麻素(纯度 100.0%, 中国食品药品检定研究所);

除非另有说明, 所用试剂均为分析纯, 水为 GB/T 6682 规定的高纯水。

4.2.3 色谱条件

4.2.3.1 色谱柱: Symmetry C18(4.6×250mm, 5 μ m)

4.2.3.2 流动相: 乙腈-0.05%磷酸溶液(3:97)

4.2.3.3 检测波长: 220nm

4.2.3.4 流速: 1.0mL/min

4.2.3.5 柱温: 室温

4.2.3.6 进样量: 10 μ L

4.2.4 标准储备溶液制备

准确称取天麻素对照品 12.0mg, 置于 100mL 容量瓶中, 加流动相, 振荡使其分散均匀, 用超声波使其溶解后, 用流动相定容至刻度, 配制成 120 μ g/mL 的标准储备溶液。

4.2.5 标准系列溶液制备

分别吸取标准储备溶液 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 置于 10 mL 容量瓶中, 并用流动相定容至刻度, 即得浓度为 0.0 μ g/mL、6.0 μ g/mL、12.0 μ g/mL、24.0 μ g/mL、36.0 μ g/mL、48.0 μ g/mL 的标准系列溶液。

4.2.6 样品溶液制备

取样品数片, 将其在钵体中研细成粉末, 准确称取 0.5g 样品于 100mL 容量瓶中, 加入流动相适量超声溶解 20min, 取出冷却后, 用流动相定容至刻度。

4.2.7 测定

将标准系列溶液与样品溶液用 0.45 μ m 过滤, 按上述色谱条件测定。

4.2.8 结果计算

$$X = \frac{C \times V \times f \times 100}{m \times 1000 \times 1000}$$

式中:

X——试样中天麻素的含量, 单位为克每百克(g/100g);

C——从标准曲线得到的天麻素待测液的浓度, 单位为微克每毫升(μ g/ml);

V——试样定容体积, 单位为毫升(ml);

f——试样稀释倍数;

m——试样的质量, 单位为克(g)。

4.3 重量差异指标

应符合《中华人民共和国药典》中“制剂通则”项下片剂的规定。

5 生产加工过程中的卫生要求

应符合GB 17405的要求。

6 检验规则

6.1 原辅料、包装材料要求

原辅料、包装材料入库前应由厂质量监督检验部门按要求标准检验，合格后方可入库使用。

6.2 组批

以同一批投料、同一生产日期、连续生产的包装完好的产品为一组批。

6.3 抽样方法和数量

在生产线或仓库内按每批产品包装件数（指基本包装箱）的1%随机抽样，不足1千件者按1千件计。每批产品抽样数量不少于350g（至少8个独立包装），分别用于感官检验、重量差异和理化指标检验，微生物指标检验及留样。

6.4 出厂检验

产品出厂须经工厂检验部门逐批检验，合格后方可出厂。出厂检验项目包括感官要求、重量差异、 γ -氨基丁酸、天麻素、水分、崩解时限、菌落总数、大肠菌群。

6.5 型式检验

型式检验是对产品质量进行的全面考核，正常生产时每年进行一次，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。

产品正式投入生产时；

正式生产后，如原辅料来源有较大变化或更换主要生产设备，可能影响产品质量时；

出厂检验与上一次型式检验结果有较大差异时；

长期停产6个月以上，恢复生产时；

食品安全监督部门提出进行型式检验的要求时。

6.6 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。

7 标签、标志、包装、运输、贮存

7.1 标签、标志

产品标签应符合GB 7718、GB 16740、《保健食品标识规定》和《保健食品标注警示用语指南》的规定。产品外包装应符合GB/T 191的规定。

7.2 包装

产品规格0.7g/片×60片。内包装采用口服固体药用高密度聚乙烯瓶装，符合国家药品监督管理局国家药品包装容器（材料）标准YBB00122002的要求。封口膜应符合YBB00132002、YBB00172002的规定。包装瓶内固体干燥剂应符合YBB00122005的规定。产品销售包装应符合GB 23350的要求。外包装采用瓦楞纸箱，并符合GB/T 6543的要求，其标识应符合GB/T 191的规定。产品的包装形式、包装规格也可按市场需求约定。

7.3 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、防曝晒；装卸时轻放轻卸，不得与有毒、有害、有异味或其他可能影响产品品质的物品混装、混运。

7.4 贮存

产品应储存于干燥、通风的仓库内；仓库周围应无异气污染；不得与有毒、有害、有异味、易挥发、易腐蚀或其他可能影响产品品质的物品同库储存。包装箱离墙应有20cm以上的距离，底部应有10cm以上的垫板。

8 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)
原料要求

A.1 γ -氨基丁酸

本标准规定了养生堂®天麻氨基丁酸片中原料 γ -氨基丁酸的质量标准。除应符合原卫生部公告2009年第12号的规定外，还应符合表A.1的规定：

表 A.1 γ -氨基丁酸质量要求

项 目	指标要求	
来源	L-谷氨酸钠	
制法	经发酵、纯化、过滤浓缩、结晶、分离，喷雾干燥等工艺而制成	
感官	白色或淡黄色粉末	
γ -氨基丁酸，%	≥	20.0
水分，%	≤	10.0
灰分，%	≤	18
铅（以Pb计），mg/kg	≤	2.0
砷（以As计），mg/kg	≤	1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤	0.3
菌落总数，CFU/g	≤	1000
大肠菌群，MPN/g	≤	0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤	50
沙门氏菌	≤	0/25g
金黄色葡萄球菌	≤	0/25g

A.2 天麻提取物

应符合表A.2的规定。

表 A.2 天麻提取物质量要求

项 目	指标要求	
来源	天麻 应符合《中华人民共和国药典》的要求	
制法	经粉碎、过筛、提取（加8倍量水96+4℃提取2次，每次2h，过滤）、浓缩、混合、喷雾干燥（进风温度140-190℃，出风温度75-85℃）、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成。	
感官要求	米色至浅棕色粉末	
提取率，%	9-15	
天麻素，%	≥	2.5
干燥失重，%	≤	5.0

表 A.2 天麻提取物质量要求（续表）

项 目		指标要求
灰分, %	≤	5.0
铅（以 Pb 计）, mg/kg	≤	2.0
砷（以 As 计）, mg/kg	≤	1.0
总汞（以 Hg 计）, mg/kg	≤	0.3
菌落总数, CFU/g	≤	1000
大肠菌群, MPN/g	≤	0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤	50
沙门氏菌	≤	0/25g
金黄色葡萄球菌	≤	0/25g

附 录 B
(规范性附录)
辅料要求

B.1 薄膜包衣预混剂（聚乙烯醇、二氧化钛、聚乙二醇、滑石粉、氧化铁红）

应符合表B.1的规定。

表 B.1 薄膜包衣预混剂质量标准

项 目	指标要求
来源	聚乙烯醇、二氧化钛、聚乙二醇、滑石粉、氧化铁红
制法	经混合、包装等主要工艺制成
感官要求	粉红色粉末
灰分, %	35.78-43.78
铅（以 Pb 计）, mg/kg	≤ 2.0
总砷（以 As 计）, mg/kg	≤ 1.0
菌落总数, CFU/g	≤ 1000
大肠菌群, MPN/g	≤ 0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤ 50
沙门氏菌	≤ 0/25g
金黄色葡萄球菌	≤ 0/25g