

Q/NMTQ

内蒙古天奇生物科技有限公司企业标准

Q/NMTQ 0004S—2020

天奇牌葡萄籽维生素 E 胶囊



2020 - 08 - 06 发布

2020 - 09 - 28 实施

内蒙古天奇生物科技有限公司 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准根据GB 16740 《食品安全国家标准 保健食品》的规定起草。

本标准由内蒙古天奇生物科技有限公司提出。

本标准由内蒙古天奇生物科技有限公司批准。

本标准主要起草人：李海燕、白冉冉、于建新。

天奇牌葡萄籽维生素 E 胶囊

1 范围

本标准规定了天奇牌葡萄籽维生素 E 胶囊的技术要求、试验方法、检验规则、标签、标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于以葡萄籽提取物、大豆提取物、韭菜子、维生素 E 粉(d1- α -醋酸生育酚、辛烯基琥珀酸淀粉钠)、玉米淀粉、硬脂酸镁为主要原辅料,经粉碎、过筛、辐照灭菌(^{60}Co , $\leq 6\text{kGy}$)、混合、装囊、包装等主要工艺加工制成的具有抗氧化保健功能的天奇牌葡萄籽维生素 E 胶囊。

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 2760	食品安全国家标准 食品添加剂使用标准
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 5009.82	食品安全国家标准 食品中维生素A、D、E的测定
GB/T 6388	运输包装收发货标志
GB 17405	保健食品良好生产规范
JJF 1070	定量包装商品净含量计量检验规则
YBB00122002	口服固体药用高密度聚乙烯瓶
YBB00152005	药用聚酯/铝/聚乙烯封口垫片
GB/T 7705	平版装潢印刷品
GB/T 6543	运输包装用单瓦楞纸箱和双瓦楞纸箱
GB 16740	食品安全国家标准 保健食品
	保健食品检验与评价技术规范(2003年版)

《中华人民共和国药典》

3 技术要求

3.1 原料要求

- 3.1.1 葡萄籽提取物：应符合附录 B 的规定。
- 3.1.2 大豆提取物：应符合 NY/T 1252 的规定。
- 3.1.3 韭菜子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 3.1.4 维生素 E（dl- α -醋酸生育酚）：应符合 GB 14756 的规定。
- 3.1.5 辛烯基琥珀酸淀粉钠：应符合 GB 28303 的规定。
- 3.1.6 玉米淀粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 3.1.7 硬脂酸镁：应符合 GB 1886.91 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	指标
色泽	内容物呈棕色
滋味、气味	具本品特有的气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，无粘结、变形、囊壳破裂等现象；内容物为粉末状
杂质	无肉眼可见的外来杂质

3.3 理化指标

理化指标应符合表2的规定

表 2 理化指标

项目	指标
水分, g/100g	≤ 9.0
灰分, g/100g	≤ 25.0
崩解时限, min	≤ 60
六六六, mg/kg	≤ 0.1
滴滴涕, mg/kg	≤ 0.1
铅 (Pb), mg/kg	≤ 1.6
总砷 (As), mg/kg	≤ 1.0
总汞 (Hg), mg/kg	≤ 0.3

3.4 标志性成分含量测定

标志性成分含量应符合表3的规定

表 3 标志性成分含量测定

项目	指标
大豆异黄酮（以染料木素、大豆苷元、染料木苷、大豆苷计），mg/g	≥ 40.0
大豆苷，mg/g	≥ 31.0
染料木苷，mg/g	≥ 7.6
大豆苷元，mg/g	≥ 1.2
染料木素，mg/g	≥ 0.2
原花青素，g/100g	≥ 12
维生素 E，mg/g	64~144

3.5 微生物指标

微生物指标应符合表4的规定

表 4 微生物指标

项目	指标
菌落总数，CFU/g	≤ 3×10^4
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

3.6 净含量

应符合JJF 1070《定量包装商品净含量计量检验规则》的规定。

4 功能要求

抗氧化

5 食品添加剂

维生素E（dl- α -醋酸生育酚）、辛烯基琥珀酸淀粉钠、硬脂酸镁的使用应符合GB2760的规定，质量要求应分别符合GB 14756、GB 28303、GB 1886.91。

6 生产加工过程要求

应符合GB 17405 的规定。

7 检验方法

7.1 感官要求检验

7.1.1 色泽、滋味、气味、性状、杂质：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。

7.2 理化指标检验

7.2.1 水分：按照 GB 5009.3 规定的方法检验。

7.2.2 灰分：按照 GB 5009.4 规定的方法检验。

7.2.3 崩解时限：按照《中华人民共和国药典》规定的方法检验。

7.2.4 铅：按照 GB 5009.12 规定的方法检验。

7.2.5 总砷：按照 GB 5009.11 规定的方法检验。

7.2.6 总汞：按照 GB 5009.17 规定的方法检验。

7.2.7 六六六：按照 GB/T 5009.19 规定的方法检验。

7.2.8 滴滴涕：按照 GB/T 5009.19 规定的方法检验。

7.3 标志性成分含量检验

7.3.1 大豆异黄酮（以染料木素、染料木苷、大豆苷、大豆苷元计）、染料木素、染料木苷、大豆苷、大豆苷元：按照附录 A 规定的方法检验。

7.3.2 原花青素：按照附录 A 规定的方法检验。

7.3.3 维生素 E：按照 GB/T 5009.82 规定的方法检验。

7.4 微生物指标检验

7.4.1 菌落总数：按照 GB 4789.2 规定的方法检验。

7.4.2 大肠菌群：按照 GB 4789.3 规定的“MPN 计数法”检验。

7.4.3 沙门氏菌：按照 GB 4789.4 规定的方法检验。

7.4.4 金黄色葡萄球菌：按照 GB 4789.10 规定的方法检验。

7.4.5 霉菌和酵母：按照 GB 4789.15 规定的方法检验。

7.5 食品添加剂检验

食品添加剂检验应按照相应的标准检验。

7.6 净含量

按 JJF 1070 规定方法检验。

8 检验规则

8.1 组批

以一次投料、同一生产条件生产的产品为一批。

8.2 抽样

样品采取随机抽样的方法取样。每批产品随机抽取 26 瓶（总量不少于 1000g），样品分成 2 份，1 份检验，1 份备查。

8.3 出厂检验

产品出厂前按本标准检验合格签发合格报告后方可出厂。出厂检验项目包括：感官要求、水分、灰分、净含量、菌落总数、大肠菌群、标志性成分。

8.4 型式检验

型式检验为本标准的全部项目，正常生产时每一年进行一次，如有下列情况应进行型式检验：

- a) 新产品投产时；
- b) 设备发生较大变化时；
- c) 产品停产 6 个月以上；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- e) 国家食品安全监督部门提出要求时。

8.5 判定规则

产品检验项目全部符合本标准要求时，判该批产品为合格。微生物指标如有一项不符合本标准要求，判该批产品为不合格，且不得复验。其它项目如有不符合本标准要求时，可从该批产品中加倍抽样对不合格项目进行复验，以复验结果为准。

9 标志、包装、运输、贮存

9.1 标志

9.1.1 产品的标志、产品的标签应符合 GB16740 和《保健食品标识规定》的规定。

9.1.2 包装储运图示标志和运输包装发货标志应符合 GB/T191、GB/T6388 的规定。

9.2 包装

9.2.1 包装口服固体药用高密度聚乙烯瓶应符合 YBB00122002 的规定；药用聚酯/铝/聚乙烯封口垫片应符合 YBB00152005 的规定。

9.2.2 其他包装材料符合相应的法律法规及标准的规定。

9.2.3 包装箱应牢固、胶封、捆扎结实。

9.3 运输

9.3.1 运输成品的车辆必须保持清洁卫生、干燥。不得与有毒、有污染、潮湿、有异味的物品接触或混装；运输过程中不得暴晒、雨淋、受潮。

9.4 贮存

产品应贮存在阴凉、干燥、通风的仓库内。不得露天存放，不得与有毒、有污染的物品或其它杂物混存。

9.5 保质期

产品保质期为24个月。

附 录 A
(资料性附录)
大豆异黄酮、原花青素的测定

A.1 大豆异黄酮的测定

A.1.1 试剂

所用试剂均为色谱纯，水为重蒸水。

A.1.1.1 无水甲醇

A.1.1.2 冰醋酸

A.1.1.3 甲醇

A.1.1.4 标准储备液：分别称取染料木素、大豆苷元、染料木苷、大豆苷标准品各10mg，用甲醇溶解并定容至10mL。

A.1.1.5 标准使用液：分别取上述标准储备液0.01、0.05、0.10、0.30、0.50、1.25mL置于容量瓶中，用甲醇定容至10mL，即得含上述各标准品1.0、5.0、10.0、30.0、50.0、125.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准系列溶液。

A.1.2 仪器：waters-2690 HPLC (附SPD-6AV紫外检测器)

A.1.3 色谱条件

A.1.3.1 检测波长：254nm

A.1.3.2 色谱柱：C18柱，250 $\times$ 4.6mm，5 μm

A.1.3.3 柱温：45 $^{\circ}\text{C}$

A.1.3.4 流动相：300mL甲醇-700mL乙酸溶液（12.5mL冰醋酸溶于700mL水中）

A.1.3.5 流速：1.0mL/min

A.1.3.6 进样量：10 μL

A.1.4 样品处理：取样品适量（约含大豆异黄酮1.5mg），用80mL50%甲醇(v/v)超声提取10min，用50%甲醇定容至100mL，放置，过滤，再用0.45 μm 滤膜过滤，即得样品处理液。

A.1.5 标准曲线的制备：在A.1.3项色谱条件下，分别进样标准系列溶液各10 μL ，以峰面积对浓度制备标准曲线。

A.1.6 样品测定：进样样品处理液10 μL ，在A.1.3项色谱条件下测定，以相对保留时间定性，以峰面积外标法定量。

A.1.7 结果计算

$$X = \frac{(C_1 + C_2 + C_3 + C_4) \times V}{M \times 1000}$$

式中:

X—样品中大豆异黄酮的含量(以染料木素、大豆苷元、染料木苷、大豆苷计), mg/g;

C₁、C₂、C₃、C₄—根据标准曲线查得的样品处理液中染料木素、大豆苷元、染料木苷、大豆苷的浓度, μg/mL;

M—样品称取量, g;

V—样品处理液体积, mL。

A.2 原花青素的测定(来源于《保健食品检验与评价技术规范》2003版)

A.2.1 范围

本方法规定了保健食品中原花青素的测定方法。

本方法适用于保健食品中原花青素的含量测定。

本方法最低检出量为3 μg, 最低检出浓度为3 μg/mL。

本方法最佳线性范围: 3-150 μg/mL。

A.2.2 原理: 原花青素是含有儿茶素和表儿茶素单元的聚合物。原花青素本身无色, 但经过用热酸处理后, 可以生成深红色的花青素离子。本法用分光光度法测定原花青素在水解过程中生成的花青素离子。计算试样中原花青素含量。

A.2.3 试剂

A.2.3.1 甲醇: 分析纯

A.2.3.2 正丁醇: 分析纯

A.2.3.3 盐酸: 分析纯

A.2.3.4 硫酸铁铵: $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 溶液: 用浓度为2mol/L盐酸配成2%(w/v)的溶液

A.2.3.5 原花青素标准品: 葡萄籽提取物, 纯度95%

A.2.4 仪器

A.2.4.1 分光光度计

A.2.4.2 回流装置

A.2.5 分析步骤

A.2.5.1 试样的制备

A.2.5.1.1 片剂: 取20片试样, 研磨成粉状。

A.2.5.1.2 胶囊: 挤出20粒胶囊内容物, 研磨或搅拌均匀, 如内容物含油, 应将内容物尽可能挤出。

A.2.5.1.3 口服液: 摇匀后取样。

A.2.5.2 提取

A.2.5.2.1 粉状试样：称取50-100mg试样，置于50mL容量瓶中，加入30mL甲醇，超声处理20min，放冷至室温后，加甲醇至刻度，摇匀，离心或放置至澄清后取上清液备用。

A.2.5.2.2 含油试样：称取50mg试样，置于小烧杯中，用20mL甲醇分数次搅拌，将原花青素洗入50mL容量瓶中，直至甲醇提取液无色，加甲醇至刻度，摇匀。

A.2.5.2.3 口服液：吸取适量样液（取样量不超过1mL），置于50mL容量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀。

A.2.5.3 测定

A.2.5.3.1 标准曲线：称取原花青素标准品10.0mg溶于10mL甲醇中，吸取该溶液0、0.1、0.25、0.5、1.0、1.5mL，置于10mL容量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀。各取1mL测定。与试样测定方法相同。

A.2.5.3.2 试样测定：将正丁醇与盐酸按95:5的体积比混合后。取出6mL置于具塞锥瓶中，再加入0.2mL硫酸铁铵溶液和1mL试样溶液，混匀，置沸水浴回流，精确加热40min后，立即置冰水中冷却，在加热完毕15min后，于546nm波长处测吸光度，由标准曲线计算试样中原花青素的含量。显色在1小时内稳定。

A.2.6 分析结果表述：试样中原花青素测定结果按式计算。

A.2.6.1 计算：

$$X(\%) = \frac{m_i \times v \times 1000}{m \times 1000 \times 1000} \times 100$$

式中：

X 一试样中原花青素的百分含量，g/100g；

m_i 一反应混合物中原花青素的量， μg ；

v 一待测样液的总体积，mL；

m 一试样的质量，mg。

A.2.6.2 结果表示：计算结果保留三位有效数字。

A.2.7 技术参数

A.2.7.1 相对标准偏差；< 10%。

A.2.7.2 回收率：84.6-94.4%。

附 录 B
(资料性附录)
葡萄籽提取物质量要求

B.1 葡萄籽提取物质量要求

葡萄籽提取物应符合表B.1的规定

表 B.1

项目	指标
来源	葡萄籽应符合食品安全国家相关标准
制法	经提取(8倍量水 95℃提取 3次,每次 6h)、过滤、减压浓缩、喷雾干燥(进口温度 220℃、出口温度 95℃)、分装、包装等主要工艺制成。
提取率, %	≥70
原花青素, %	≥50
感官要求	棕红色到棕褐色粉末, 淡芬芳, 味苦涩
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤3.0
粒度(目数),	40-200
铅(以 Pb 计), mg/kg	≤2.0
总砷(以 As 计), mg/kg	≤1.0
总汞(以 Hg 计), mg/kg	≤0.3
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