

Q/LXS

绿健园（新乡）生物工程有限公司企业标准

Q/LXS 0084S-2019

靓馨牌维生素 C 维生素 E 软胶囊

2019-09-01 发布

2019-09-10 实施

绿健园（新乡）生物工程有限公司 发布

前 言

根据《中华人民共和国食品安全法》、GB 16740制定本标准。本标准按照GB/T 1.1的要求进行编写。

本标准由绿健园（新乡）生物工程有限公司提出。

本标准起草单位：绿健园（新乡）生物工程有限公司。

本标准主要起草人：贺峰。

靓馨牌维生素 C 维生素 E 软胶囊

1 范围

本标准规定了靓馨牌维生素C维生素E软胶囊的技术要求、试验方法、检验规则、标签、标志、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于以L-抗坏血酸, d1 - α -醋酸生育酚为原料, 以大豆油, 明胶, 纯化水, 甘油, 蜂蜡, 二氧化钛, 橄榄油, 柠檬黄为辅料, 经混合、均质、压丸、干燥、包装等主要工艺加工制成的靓馨牌维生素C维生素E软胶囊。

2 规范性引用文件

凡是注明日期的引用文件, 仅注日期引用的版本适用于本文件。凡是不注日期引用的文件, 其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

3 技术要求

3.1 原辅料要求

3.1.1 L-抗坏血酸: 应符合 GB 14754 《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素 C (抗坏血酸)》的规定

3.1.2 d1 - α -醋酸生育酚: 应符合 GB 14756 《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素 E (d1- α -醋酸生育酚)》的规定

3.1.3 大豆油: 应符合 GB/T 1535 《大豆油》的规定

3.1.4 明胶: 应符合 GB 6783 《食品安全国家标准 食品添加剂 明胶》的规定

3.1.5 纯化水: 应符合现行《中华人民共和国药典》的规定

3.1.6 甘油: 应符合 GB 29950 《食品安全国家标准 食品添加剂 甘油》的规定

3.1.7 蜂蜡: 应符合 GB 1886.87 《食品安全国家标准 食品添加剂 蜂蜡》的规定

3.1.8 二氧化钛: 应符合 GB 25577 《食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化钛》的规定

3.1.9 橄榄油: 应符合 GB 23347 《橄榄油》

3.1.10 柠檬黄: 应符合 GB 4481.1 《食品安全国家标准 食品添加剂 柠檬黄》的规定

3.2 感官要求

应符合表1规定。

表1 感官要求

项 目	指 标	检测方法
色 泽	囊皮呈黄色，内容物呈类白色	GB 16740
滋味、气味	具本品特有的滋味和气味，无异味	
状 态	软胶囊，完整光洁，色泽均匀；内容物为油状液体；无正常视力可见外来异物	

3.3 功能要求：

补充维生素C、维生素E

3.4 理化指标

应符合表2的规定。

表2 理化指标

项 目	指 标	检测方法
铅（以 Pb 计），mg/kg	≤2.0	GB 5009.12
总砷（以 As 计），mg/kg	≤1.0	GB 5009.11
总汞（以 Hg 计），mg/kg	≤0.3	GB 5009.17
灰分，%	≤3	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
酸价，mgKOH/g	≤3.0	GB 5009.229
过氧化值，g/100g	≤0.25	GB 5009.227

3.5 微生物指标

应符合表3的规定。

表3 微生物指标

项 目	指 标	检测方法
菌落总数，CFU/g	≤30000	GB 4789.2
大肠菌群，MPN/g	≤0.92	GB 4789.3 中 MPN 计数法
霉菌和酵母，CFU/g	≤50	GB 4789.15
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10

3.6 功效成分指标

应符合表4的规定。

表4 功效成分指标

功效成分	指 标	检测方法
每粒含 维生素 C (以 L-抗坏血酸计)	44.4-99.9 mg	1 维生素 C 的测定
每粒含 维生素 E (以 d- α -生育酚计)	4-9 mg	GB 5009.82

1 维生素 C 的测定

1.1 原理：试样中的抗坏血酸用偏磷酸溶解超声提取后，以离子对试剂为流动相，经反相色谱柱分离，其中 L(+)-抗坏血酸和 D(-)-抗坏血酸直接用配有紫外检测器的液相色谱仪(波长 245nm)测定。以色谱峰的保留时间定性，外标法定量。

1.2 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T6682 规定的一级水。

1.2.1 试剂

1.2.1.1 偏磷酸(HPO_3)_n:含量(以 HPO_3 计) $\geq 38\%$ 。

1.2.1.2 磷酸三钠($\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)。

1.2.1.3 磷酸二氢钾(KH_2PO_4)

1.2.1.4 磷酸(H_3PO_4):85%。

1.2.1.5 十六烷基三甲基溴化铵($\text{C}_{19}\text{H}_{42}\text{BrN}$):色谱纯。

1.2.1.6 甲醇(CH_3OH):色谱纯。

1.2.2 试剂配制

1.2.2.1 偏磷酸溶液(200g/L):称取 200g(精确至 0.1g)偏磷酸,溶于水并稀释至 1L,此溶液保存于 4℃ 的环境下可保存一个月。

1.2.2.2 偏磷酸溶液(20g/L):量取 50mL 200g/L 偏磷酸溶液,用水稀释至 500mL。

1.2.2.3 磷酸三钠溶液(100g/L):称取 100g(精确至 0.1g)磷酸三钠,溶于水并稀释至 1L。

1.3 标准品

L(+)-抗坏血酸标准品($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$):纯度 $\geq 99\%$ 。

1.4 标准溶液配制

1.4.1 L(+)-抗坏血酸标准贮备溶液(1.000mg/mL):准确称取 L(+)-抗坏血酸标准品 0.01g(精确至 0.01mg),用 20g/L 的偏磷酸溶液定容至 10mL。该贮备液在 2℃~8℃ 避光条件下可保存一周。

1.4.2 抗坏血酸标准系列工作液:分别吸取 L(+)-抗坏血酸标准贮备液 0mL, 0.05mL, 0.50mL, 1.0mL, 2.5mL, 5.0mL, 用 20g/L 的偏磷酸溶液定容至 100mL。标准系列工作液中 L(+)-抗坏血酸的浓度分别为 0 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 、25.0 $\mu\text{g/mL}$ 、50.0 $\mu\text{g/mL}$ 。临用时配制。

1.5 仪器和设备

1.5.1 液相色谱仪:配有二极管阵列检测器或紫外检测器。

1.5.2 pH计:精度为0.01。

1.5.3 天平:感量为0.1g、1mg、0.01mg。

1.5.4 超声波清洗器。

1.5.5 离心机:转速 \geq 4000r/min。

1.5.6 滤膜:0.45 μ m 水相膜。

1.6 分析步骤:整个检测过程尽可能在避光条件下进行。

1.6.1 试样制备

混合均匀后,应立即用于检测。

1.6.2 试样溶液的制备

称取相对于样品约0.5g~2g(精确至0.001g)混合均匀的试样,[使所取试样含L(+)-抗坏血酸约0.03mg~6mg]于50mL烧杯中,用20毫升正己烷,使样品溶解,转入150毫升的分液漏斗中,用20g/L的偏磷酸溶液提取两次每次15毫升,将提取液转移至50mL容量瓶中,并定容,摇匀,全部转移至50mL离心管中,超声提取5min后,于4000r/min离心5min,取上清液过0.45 μ m 水相滤膜,滤液待测[由此试液可测定试样中L(+)-抗坏血酸的含量]。

1.6.3 仪器参考条件

1.6.3.1 色谱柱:C18柱,柱长250mm,内径4.6mm,粒径5 μ m,或同等性能的色谱柱。

1.6.3.2 检测器:二极管阵列检测器或紫外检测器。

1.6.3.3 流动相:A:6.8g 磷酸二氢钾和0.91g 十六烷基三甲基溴化铵,用水溶解并定容至1L(用磷酸调pH至2.5~2.8);B:100%甲醇。按A:B=98:2混合,过0.45 μ m 滤膜,超声脱气。

1.6.3.4 流速:0.7mL/min。

1.6.3.5 检测波长:245nm。

1.6.3.6 柱温:25℃。

1.6.3.7 进样量:20 μ L。

1.6.4 标准曲线制作

分别对抗坏血酸标准系列工作溶液进行测定,以L(+)-抗坏血酸标准溶液的质量浓度(μ g/mL)为横坐标,L(+)-抗坏血酸的峰面积为纵坐标,绘制标准曲线或计算回归方程。L(+)-抗坏血酸标准色谱图。

1.6.5 试样溶液的测定

对试样溶液进行测定,根据标准曲线得到测定液中L(+)-抗坏血酸的浓度(μ g/mL)。

1.6.6 空白试验

空白试验系指除不加试样外,采用完全相同的分析步骤、试剂和用量,进行平行操作。

1.7 分析结果的表述

试样中 L(+)-抗坏血酸的含量以毫克每百克表示,

1.7.1 结果计算

$$X = \frac{(C_1 - C_0) \times V}{M \times 1000} \times F \times 100$$

式中:

X— 样品中抗坏血酸的含量, mg/100g;

C₁— 样液中抗坏血酸的质量浓度, 单位微克每毫升;

C₀— 样品空白液中抗坏血酸的质量浓度, 单位微克每毫升;

V— 试样的最后定容体积, 单位为毫升 (mL);

M— 实际检测试样质量, 单位克 (g);

F— 稀释倍数;

100— 换算系数 (由 mg/g 换算成 mg/100g 的换算因子)。

3.7 规格

0.5 g/粒

3.8 装量差异指标

应符合《中华人民共和国药典》中“制剂通则”项下胶囊剂的规定。

4 检验规则

4.1 原料入库检验

原料入库前, 必须索取供货方出具的合格证明或经企业质检部门检验合格后方可入库。

4.2 出厂检验

4.2.1 产品出厂

产品出厂前应逐批由厂质检部门抽样检验, 检验合格方可允许出厂。

4.2.2 检验项目

产品出厂检验项目为感官要求、装量差异、理化指标 (灰分、崩解时限)、微生物指标 (菌落总数、大肠菌群、霉菌和酵母) 和功效成分指标。

4.2.3 型式检验

检验项目为全项检验。

正常生产时12个月进行一次，有下列情况之一时必须进行：

- a) 产品正式生产或重新投产前；
- b) 原料供应商发生改变，主要设备更新时；
- c) 停产6个月以上，再恢复生产时；
- d) 食品安全有关部门提出进行型式检验的要求时。

4.3 组批

一次投料，同一生产线生产的产品为一组批。

4.4 抽样

一般情况随机抽样进行检验，每批抽样不少于6个包装，2个包装用于检验，4个包装用于留样。

4.5 判定规则

- a) 检验项目全部符合本标准，判为合格。
- b) 检验项目如有一项（不含微生物项目）不符合本标准，可以加倍抽样复检。复检后仍不符合本标准，判为不合格。
- c) 微生物项目有一项不符合本标准，判为不合格产品，不得复检。

5 标签、标志、包装、运输、贮存和保质期

5.1 标签

标签应符合GB 16740、保健食品备案凭证、《保健食品标识规定》等相关规定。

5.2 标志

运输包装应符合GB/T 191的规定。

5.3 包装

产品内包装采用塑料瓶，应符合GB 4806.7的规定。产品外包装为瓦楞纸箱，应符合GB/T 6543的规定。

5.4 运输

运输车辆应保持清洁。不得与有毒、有污染的物品混装、混运。

运输时应避免剧烈撞击和日晒雨淋。装卸时应轻搬、轻放。

5.5 贮存

产品应密闭，储存在阴凉、干燥、通风的仓库内。

不得露天存放，必须有防鼠台，与地面距离 $\geq 10\text{cm}$ ，离墙 $\geq 20\text{cm}$ ，不得与有毒、有污染的物品或其他杂物混存。

5.6 保质期

产品在本标准规定的条件下运输贮存，保质期为24个月。

靓馨牌维生素C维生素E软胶囊企业标准

编制说明

1. 本标准制定的技术指标是参考国内外同类产品有关资料和依据本公司研制期间实验数据、有关国家标准而制定。
2. 本标准编写格式贯彻执行了 GB/T 1.1 《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写》、GB 16740 《食品安全国家标准 保健食品》的规定要求。
3. 如本标准与食品安全国家标准有关条目相悖，则以国家标准为准。