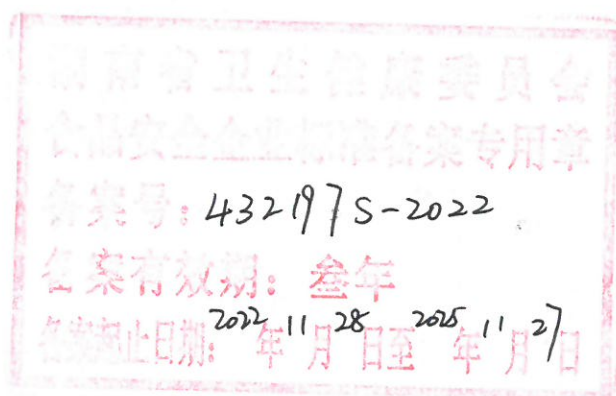


# 湖南惠欣特生物科技有限公司企业标准

Q/HXTS 0024S-2022

## 食品安全企业标准 保健食品原料 百合提取物



2022-03-15 发布

2022-04-01 实施

湖南惠欣特生物科技有限公司 发布

## 前 言

本标准按照GB/T1.1-2020 《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》进行格式编写。

本标准由湖南惠欣特生物科技有限公司提出并起草。

本标准由湖南惠欣特生物科技有限公司归口。

本标准由湖南惠欣特生物科技有限公司负责解释。

本标准主要起草人：赵振伟、易声香。

本标准有效期三年。

仅供山东锦绣川制药有限责任公司 保健食品 万山瑞宝牌葛根百合三七胶囊 国食健注G20110456。



# 保健食品原料 百合提取物

## 1 范围

本标准规定了保健食品原料百合提取物的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于以百合经前处理、提取(6倍量水90-95℃提取2次,每次2h)减压浓缩、喷雾干燥(进风温度170-190℃,出风温度120-140℃)、过筛、包装、入库等主要工艺制成

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本标准的应用时必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本标准,凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本标准。

|                                         |                             |
|-----------------------------------------|-----------------------------|
| GB/T191                                 | 包装储运图示标志                    |
| GB 2762                                 | 食品安全国家标准 食品中污染物限量           |
| 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 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/T5009.19                             | 食品中有机氯农药多组分残留量的测定           |
| GB 5749                                 | 生活饮用水标准                     |
| GB 7718                                 | 食品安全国家标准 预包装食品标签通则          |
| GB/T14187                               | 包装容器纸桶                      |
| GB 14881                                | 食品安全国家标准 食品生产通用卫生规范         |
| 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/T 29605                              | 感官分析 食品感官质量控制导则             |
| GB 31621                                | 食品安全国家标准 食品经营过程卫生规范         |
| JJF 1070                                | 定量包装商品净含量计量检验规则             |
| 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》 |                             |
| 《中华人民共和国药典》2020版                        |                             |

## 3 要求

### 3.1 原辅料要求

3.1.1 百合科植物卷丹 *Lilium lancifolium* Thunb.、百合 *Lilium brownii* F.E.Brown var. *viridulum* Baker 或细叶百合 *Lilium pumilum* DC. 的干燥肉质鳞叶，百合原料应符合应符合《中华人民共和国药典》（一部）2020 版的规定

3.1.2 生产用水应符合 GB 5749 的规定。

### 3.2 感官指标

感官指标应符合表 1 的规定。

表 1 感官指标

| 项目    | 指标                    | 检验方法                                           |
|-------|-----------------------|------------------------------------------------|
| 色泽    | 棕黄色                   | 将样品置于洁净的白色搪瓷皿中，在自然光线下，观察其色泽、组织形态、杂质。嗅其气味，品其滋味。 |
| 滋味与气味 | 具有产品应有的气味和滋味，无霉味及其他异味 |                                                |
| 组织形态  | 粉末状，无结块、无霉变、无虫蛀       |                                                |
| 杂质    | 无正常视力可见外来杂质           |                                                |

### 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           | 检验方法                                               |
|----------|--------------|----------------------------------------------------|
| 多糖含量/(%) | ≥ 20         | 附录 A 粗多糖的测定                                        |
| 粒度/目     | 100%通过 80 目筛 | 《中华人民共和国药典第四部》（2020 版）<br>0982 粒度和粒度分布测定法 第二法（筛分法） |
| 水分/(%)   | ≤ 5.0        | GB 5009.3                                          |
| 灰分/(%)   | ≤ 5.0        | GB 5009.4                                          |
| 溶剂残留/(%) | 无            | 《中华人民共和国药典第四部》（2020 版）<br>0861 残留溶剂测定法             |

### 3.4 污染物限量

污染物限量应符合表 3 的规定

表 3 污染物限量

| 项目                 | 指标    | 检验方法       |
|--------------------|-------|------------|
| 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 |

### 3.5 农药最大残留限量

农药最大残留限量应符合表 4 的规定

表 4 农药最大残留限量

| 项目          | 指标    | 检验方法        |
|-------------|-------|-------------|
| 六六六/(mg/kg) | < 0.1 | GB/T5009.19 |
| 滴滴涕/(mg/kg) | < 0.1 | GB/T5009.19 |

### 3.6 微生物限量

微生物限量应符合表 5 的规定。

表 5 微生物限量

| 项目 | 采样方案 <sup>a</sup> 及限量 | 检验方法 |
|----|-----------------------|------|
|----|-----------------------|------|

|                            |   |       |                   |
|----------------------------|---|-------|-------------------|
| 菌落总数 (CFU/g)               | ≤ | 30000 | GB4789. 2         |
| 大肠菌群 (MPN/g)               | ≤ | 0. 92 | GB4789. 3 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       |
| * 样品的采集及处理按 GB 4789. 1 执行。 |   |       |                   |

### 3.7 净含量及允许短缺量

应符合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》的规定。按 JJF 1070 规定的方法执行。

## 4 生产加工过程的卫生要求

应符合 GB 17405 和 GB 14881 的规定。

## 5 检验规则

### 5.1 组批

以同一批原料、同一生产日期、同一投料、同一工艺过程内生产的，质量具有均一性的一定数量的产品为一批。

### 5.2 抽样

随机抽样，在同一批次产品中随机抽取不少于 500g 的样品，样品分成 2 份，1 份用于检验，1 份留存备查。

### 5.3 出厂检验

5.3.1 每批产品应由公司检验部门按本标准进行检验，附合格证方能出厂销售。

5.3.2 出厂检验项目包括：感官指标、净含量、理化指标（多糖含量、粒度、水分、灰分）、微生物限量（菌落总数、大肠菌群、霉菌和酵母）。

### 5.4 型式检验

型式检验项目包括本标准技术要求中的全部项目。正常生产时每半年应进行一次型式检验；有下列情况之一时亦应进行型式检验：

- 产品定型投产时；
- 更换主要设备时；
- 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- 原料产地或供应商发生变化时；
- 停产三个月以上恢复生产时；
- 食品安全监督管理部门提出进行型式检验的要求时。

### 5.5 判定规则

5.5.1 检验项目全部符合本标准，判为合格品。

5.5.2 如有检验项目（微生物项目除外）不符合本标准，应对同批次产品留样复验，复验后仍不符合本标准，判定不合格。

5.5.3 微生物项目不符合本标准，判为不合格品，不得复验。

## 6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

6.1.1 标签按 GB 7718、GB 16740 的规定。

6.1.2 外包装标志应符合 GB/T 191 的规定。

6.2 包装

6.2.1 包装应符合 GB4806.7 的规定。

6.2.2 包装箱应符合 GB/T14187 的规定。

6.3 运输

应符合 GB31621 的规定。

6.4 贮存

应符合 GB31621 的规定。

6.5 保质期

在符合上述贮运条件下，保质期为24个月。

---



**附录A**  
**(规范性附录)**  
**粗多糖的测定**

**A. 1 原理**

食品中分子量大于10000的高分子物质在800mL/L乙醇溶液中沉淀,与水溶性单糖和低聚糖分离,用碱性二价铜试剂选择性地从其它高分子物质中沉淀出具有葡聚糖结构的多糖,用苯酚-硫酸反应,以碳水化合物比色,测定其含量,其显色强度与粗多糖中葡聚糖的含量成正比,以此计算食品中粗多糖的含量。

**A. 2 试剂**

除特殊注明外,所用试剂均为分析纯;所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

A. 2.1 乙醇溶液(800mL/L): 20mL水中加入无水乙醇80mL,混匀。

A. 2.2 氢氧化钠溶液(100g/L): 称取100g氢氧化钠,加水溶解并稀释至1L,加入固体无水硫酸钠至饱和,备用。

A. 2.3 铜储备溶液: 称取3.0gCuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O、30.0g柠檬酸钠,加水溶解并稀释至1L,混匀,备用。

A. 2.4 铜试剂溶液: 取铜储备溶液50mL,加水50mL,混匀后加入固体无水硫酸钠12.5g并使其溶解。临用新配。

A. 2.5 洗涤剂: 取水50mL,加入10mL铜试剂溶液,10mL氢氧化钠溶液,混匀。

A. 2.6 硫酸溶液(100mL/L): 取100mL浓硫酸加入到800mL左右水中,混匀,冷却后稀释至1L。

A. 2.7 苯酚溶液(50g/L): 称取精制苯酚5.0g,加水溶解并稀释至100mL,混匀,溶液置冰箱中可保存1个月。

A. 2.8 葡聚糖标准品: 购自Sigma公司,含量99.9%。

A. 2.9 葡聚糖标准储备液: 精密称取分子量50000、干燥至恒重的葡聚糖标准品0.5000g,加水溶解并定容至50mL,混匀,置冰箱中保存。此溶液每毫升含葡聚糖10.0mg。

A. 2.10 葡聚糖标准使用液: 吸取葡聚糖标准储备液1.00mL,置于100mL容量瓶中,加水至刻度,混匀,置冰箱中保存。此溶液每毫升含葡聚糖0.10mg。

**A. 3 仪器**

A. 3.1 分光光度计

A. 3.2 离心机(3000r/min)

A. 3.3 旋转混匀器

**A. 4 分析步骤**

A. 4.1 标准曲线的制备精密吸取葡聚糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL(相当于葡聚糖0、0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10mg),分别置于25mL比色管中,准确补充水至2.0mL,加入50g/L苯酚溶液1.0mL,在旋转混匀器上混匀,小心加入浓硫酸10.0mL,于旋转混匀器上小心混匀,置沸水浴中煮沸2min,冷却后用分光光度计在485nm波长处,以试剂空白溶液为参比,1cm比色皿测定吸光度值。以葡聚糖浓度为横坐标,吸光度值为纵坐标,绘制标准曲线。

**A. 5 样品处理**

A. 5. 1 样品提取：称取混合均匀的固体样品2. 0g，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，于沸水浴上加热2h，冷却至室温后补加水至刻度，混匀后，过滤，弃去初滤液，收集续滤液供沉淀粗多糖。

A. 5. 2 沉淀粗多糖：精密吸取A. 5. 1项续滤液5. 0mL，置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混合后静置过夜，以10000r/min离心10min，弃去上清液。残渣用800mL/L乙醇溶液数毫升洗涤，离心后弃上清液，残渣用水溶解并定容至10. 0mL，混匀后，供沉淀葡聚糖。

A. 5. 3 沉淀葡聚糖：精密取A. 5. 2项终溶液2mL，置于20mL离心管中，加入100g/L氢氧化钠溶液2. 0mL、铜试剂溶液2. 0mL，于沸水浴中煮沸2min，冷却后以10000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用洗涤液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复3次操作后，残渣用100mL/L硫酸溶液2. 0mL溶解并转移至50mL容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。此溶液为样品测定液。

A. 6 样品测定：精密吸取样品测定液2. 0mL，置于25mL比色管中，加入50g/L苯酚溶液1. 0mL，在旋转混匀器上混匀后，小心加入浓硫酸10. 0mL，于旋转混匀器上小心混匀，置沸水浴中煮沸2min，冷却至室温后用分光光度计在485nm波长处，以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值。从标准曲线上查出葡聚糖含量，计算样品中粗多糖含量。同时做样品空白实验。

#### A. 7 结果计算

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times V_1 \times V_3 \times V_5}{m_3 \times V_2 \times V_4 \times V_6}$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡聚糖计），mg/g；

$m_1$ —样品测定液中葡聚糖质量，g；

$m_2$ —样品空白液中葡聚糖质量，mg；

$m_3$ —样品质量，g；

$V_1$ —样品提取液总体积，mL；

$V_2$ —沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；

$V_3$ —粗多糖溶液体积，mL；

$V_4$ —沉淀葡聚糖所用粗多糖溶液体积，mL；

$V_5$ —样品测定液总体积，mL；

$V_6$ —测定用样品测定液体积，mL。