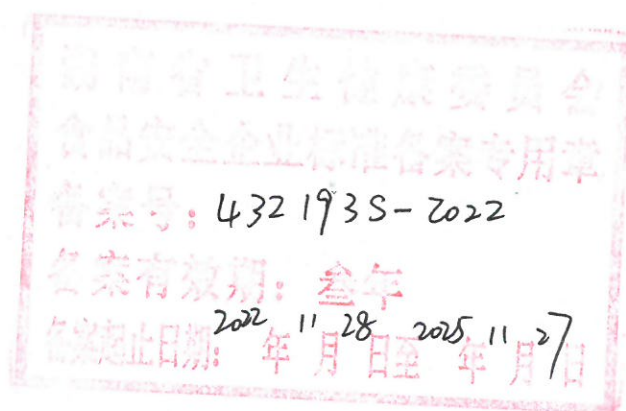


湖南惠欣特生物科技有限公司企业标准

Q/HXTS 0028S-2022

食品安全企业标准 保健食品原料 红曲粉



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。

仅供山东德圣医药科技有限公司 保健食品 彝新牌红曲银杏叶灵芝胶囊 国食健注 G20140157；保健食品 三好牌红曲三七丹参胶囊 国食健注 G20140011。



保健食品原料 红曲粉

1 范围

本标准规定了保健食品原料红曲粉的要求、检验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。
本标准适用于以红曲米为原料，经粉碎、过筛、检验、包装等主要工艺加工制成的红曲粉。

2 规范性引用文件

下列文件对于本标准的应用是必不可少的。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 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 4789.3-2003	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 5009.11	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 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/T29605	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
QB/T2847	功能性红曲米（粉）

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》

3 要求

3.1 原辅料要求

3.1.1 红曲米：以大米为原料，用红曲霉（*Monascus anka Nakazawa et Sato*）发酵生成的含发酵自然产生的莫拉可林 K 等生物活性物质的红曲。红曲粉原料应符合 QB/T2847 功能性红曲米（粉）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
外观	棕红色至暗紫红色	GB/T29605, 取适量的被测样品置于一洁净的白色搪瓷皿中, 在自然光线下用肉眼观察其色泽和组织形态。嗅其气味, 用温开水漱口, 品其滋味。
滋味与气味	具有红曲粉固有的曲香, 略带苦味	
组织形态	粉末状, 无霉变,	
杂质	无明显肉眼可见的杂质	

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
洛伐他汀/（%）	≥ 1.0	附录 A 洛伐他汀的测定
莫拉可林 K （MonacolinK），以绝干计/（%）	≥ 0.4	附录 B 莫拉可林 K 的测定
水分/（%）	≤ 10	GB 5009.3

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)	≤10.0	GB 5009.12
砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤4.0	GB 5009.11

3.5 微生物限量

微生物限量应符合表 4 的规定。

表 4 微生物限量

项目	采样方案 ^a 及限量	检验方法
菌落总数(CFU/g)	≤ 5000	GB4789.2
大肠菌群(MPN/100g)	≤ 30	GB4789.3-2003 MPN 计数法
霉菌/(CFU/g)	≤ 25	GB 4789.15
酵母(CFU/g)	≤ 25	GB 4789.15
橘霉素(以绝干计)/(ug/kg)	≤ 50	附件 C 橘霉素的测定
致病菌(指肠道致病菌及致病球菌)	不应检出	GB 4789.4、GB 4789.10
^a 样品的采集及处理按 GB 4789.1 执行。		

3.6 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（洛伐他汀、水分）、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：

- a) 产品定型投产时；
- b) 更换主要设备时；
- c) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- d) 原料产地或供应商发生变化时；
- e) 停产三个月以上恢复生产时；
- f) 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)
洛伐他汀的检测方法

A. 洛伐他汀的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003 年版）中“保健食品中洛伐他汀的测定”）

A.1 范围

本方法规定了保健食品中洛伐他汀含量的测定方法。

本方法适用于洛伐他汀作为功效成分添加于片剂、胶囊以及红曲发酵原料等试样类型中含量的测定。

本方法的最低检出量 2.0mg/kg。

本方法的最佳线性范围 2.00~300ug/mL。

A.2 原理：将酸性介质中的试样使用三氯甲烷进行提取，挥干提取溶剂，以流动相定容，根据高效液相色谱紫外检测器在 238nm 处的响应进行定性定量。

A.3 试剂

A.3.1 甲醇：色谱纯。

A.3.2 三氯甲烷：分析纯。

A.3.3 磷酸：分析纯。

A.3.4 洛伐他汀标准储备液：准确称量洛伐他汀标准品 0.0400g，加入检测用流动相并定容至 100mL。此溶液每 1mL 含 0.4mg 洛伐他汀。

A.3.5 洛伐他汀标准使用液：将洛伐他汀标准储备溶液用流动相稀释 10 倍。此溶液每 1mL 含 40ug 洛伐他汀。

A.4 仪器设备

A.4.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）。

A.4.2 超声波清洗器。

A.4.3 涡旋混匀器。

A.4.4 离心机。

A.4.5 真空泵。

A.5 分析步骤

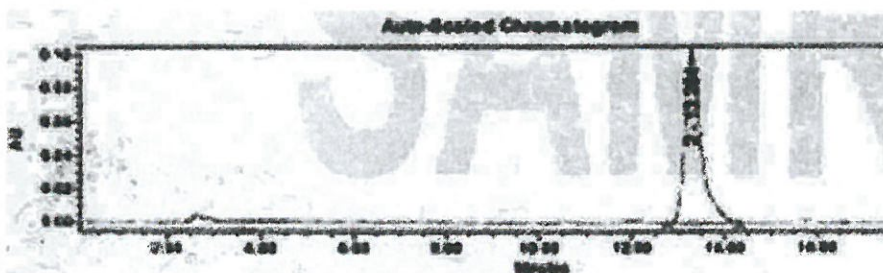
A.5.1 试样处理：将片剂、胶囊或红曲发酵产物试样粉碎并混合均匀，根据试样中洛伐他汀含量准确称取一定量试样于 50mL 试管中，加入 10.0mL pH=3 磷酸水溶液。超声提取 10min 后再加入 10.0mL 三氯甲烷，置于涡旋混匀器 3min。静置后去掉上层水相，将三氯甲烷层以 3000rpm/min 离心 3min。准确吸取上清液 1.0mL 至 5mL 试管中，将试管置于 50° C 左右水浴中使用真空泵减压干燥至挥去全部溶剂。向试管中加入流动相并定容至 5.0mL，彻底混匀，经 0.45um 滤膜过滤后待进样。

A.5.2 液相色谱参考条件

A.5.2.1 色谱柱：C18 柱，4.6×250mm。



A.5.2.8 色谱图



A.5.4.1 计算

$$X = (h_1 \times c \times 50 \times 100) / (h_2 \times m \times 1000)$$

式中:

m—试样量, g=

A.6.2 允许差: 平行样测定相对误差 $\leq \pm 5\%$ 。

附录B

(规范性附录)

莫拉可林K (Monacolin K) 的检测方法

B. 1 原理

将红曲米粉碎, 使用 75%乙醇超声提取其中的洛伐他汀, 离心去除不溶残渣, 取上清液用反相高效液相色谱分离出内酯(闭环)及酸式(开环)洛伐他汀, 并用紫外检测器在 238nm 波长下检测。利用被测组分与标准品的保留时间定性, 利用被测组分峰面积与标准品的峰面积之比进行定量。

B. 2 试剂

B. 2. 1 甲醇: 色谱纯。

B. 2. 2 无水乙醇: 分析纯。

B. 2. 3 磷酸: 分析纯。

B. 2. 4 氢氧化钠: 分析纯。

B. 2. 5 洛伐他汀标准储备液

准确称取莫拉可林 K 或洛伐他汀(内酯)标准品 40.0mg, 以 75%乙醇定容 100mL。此溶液浓度为 400ug/mL。

B. 2. 6 洛伐他汀标准工作液

准确量取洛伐他汀标准储备液 1mL, 以 75%乙醇定容 10mL。此溶液浓度为 40ug/mL。

B. 3 仪器设备

B. 3. 1 高效液相色谱仪。

B. 3. 2 紫外检测器。

B. 3. 3 低速离心机。

B. 3. 4 超纯水系统。

B. 3. 5 超声波清洗器。

B. 3. 6 精密分析天平。

B. 4 分析步骤

B. 4. 1 试样处理

准确称取 400.0mg~600.0mg 试样于 50mL 容量瓶中。加入 30mL 75%乙醇(体积分数), 摇匀, 室温下超声 50min。加 75%乙醇至接近刻度, 再超声 10min, 之后冷却至室温, 用 75%乙醇定容至 50mL 以 3500r/min 的旋转速度离心 10min。取上清液经 0.45um 微孔滤膜过滤, 滤液待用。

B. 4. 2 定性用酸式(开环)洛伐他汀的制备

称取洛伐他汀(内酯)标准品 4mg, 以 0.2mol/L 氢氧化钠溶液定容至 100mL, 在 50°C 条件下超声转化 1h, 放置到室温后再放置 1h。

B. 4. 3 液相色谱参考条件

B. 4. 3. 1 色谱柱: C18 柱 250mm×4.6mm。

B. 4. 3. 2 柱温: 室温 20°C~25°C。

B. 4. 3. 3 紫外检测器: 238nm 检测波长。

B. 4. 3. 4 流动相：甲醇：水：磷酸=385 : 115 : 0.14 （体积分数）。

B. 4. 3. 5 流速：1.0mL/min。

B. 4. 3. 6 进样量：20pL。

B. 4. 4 标准曲线制备

配制浓度为 0.1、1、10、30、75、150、300ug/mL 洛伐他汀标准溶液，分析时，用洗脱液平衡分析柱，基线稳定后将不同浓度的洛伐他汀标准液进行 HPLC 分析，测定峰面积，以峰面积为纵坐标，以洛伐他汀含量为横坐标作图，线性关系良好，y 在 0.9995 以上时，进行后续样品测定。

B. 4. 5 色谱分析

将处理好的样品提取液 20 pL 进样，与标准溶液保留时间对照定性，用被组分内酯及酸式洛伐他汀峰面积之和与标准洛伐他汀（内酯）的峰面积之比进行定量。

B. 4. 6 计算

$$X = \frac{(h_1 + h_2) \times c \times 50}{h_3 \times m}$$

式中：

X——试样中莫拉可林 K 的含量，单位为毫克每克（mg/g）；

h_1 ——样品中内酯型洛伐他汀峰面积；

h_2 ——样品中酸式洛伐他汀峰面积；

C——标准洛伐他汀（内酯）溶液浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

50----- 试样定容体积，单位为毫升（mL）；

h_3 ——标准洛伐他汀（内酯）溶液峰面积；

m—— 试样称取量，单位为克（g）。

B. 4. 7 结果表

检测结果保留小数点后两位有效数字。

A. 5 允许差

平行样测定相对误差 $\leq \pm 5\%$ 。



附录 C

(规范性附录)

橘霉素 (Citrinin) 的测定方法

C.1 原理

将功能红曲原料粉碎，混合均匀。用 95% 甲醇提取试样中的橘霉素，浓缩后上中性吸附树脂柱初步吸附色素等杂质，经反相高效液相色谱分离。分离出的橘霉素用荧光检测器以 $\lambda_{ex}=331\text{nm}$, $\lambda_{em}=500\text{nm}$ 波长检测。根据标准品在高效液相色谱流出曲线上的保留时间和峰面积定性、定量。

C.2 试剂

C.2.1 甲醇。

C.2.2 乙腈：色谱纯。

C.2.3 磷酸：分析纯。

C.2.4 中性吸附树脂。

C.2.5 橘霉素标准贮备液

准确称取一定量的橘霉素标准品 (SIGMA 或 FLUCAR)，以甲醇溶解定容，制成 $4\mu\text{g/mL}$ 的贮备液。

C.2.6 橘霉素标准工作液

准确吸取 0.1mL 橘霉素标准贮备液 (C.2.5)，以 70% 甲醇定容 100mL 。此溶液浓度为 $0.004\mu\text{g/mL}$ ，置于 4C 冰箱保存备用。

C.3 仪器设备

C.3.1 高效液相色谱仪。

C.3.2 色谱柱。

C.3.3 荧光检测器。

C.3.4 752 型分光光度计。

C.3.5 低速离心机。

C.3.6 超纯水系统。

C.3.7 超声波清洗器。

C.3.8 精密分析天平。

C.3.9 pH 计。

C.3.10 旋转蒸发器。

C.3.11 真空泵。

C.3.12 恒温水浴锅：温控精度 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。C.3.13 $1\text{cm}\times 20\text{cm}$ 层析柱。

C.4 分析步骤

C.4.1 试样色价测定

按照 GC4926 测定样品色价。

C.4.2 试样前处理

——将试样充分混合均匀，准确称取 0.1g~5.0g（按色价 50 相当 1g 上柱样品量折算取样量），放于 50mL 容量瓶中；

——按称样量 1:10（质量浓度）比例加入 95% 甲醇提取液，混合均匀，超声提取 40min（工作频

率 40kHz）；

——静置澄清，上清液移至圆底烧瓶中；

——往沉淀中按 8:1（体积分数）比例加入 95% 甲醇，超声提取 20min，静置澄清后将上清液合并至圆底烧瓶中。沉淀同前法加入 95% 甲醇，再超声提取 20min；

——转入离心管中，以 3500r/min 的旋转速度离心 10min，将上清液倒入圆底烧瓶中与前两次提取液合并；

——将圆底烧瓶中所合并的提取液在室温下 20℃~25℃ 减压浓缩，将全部浓缩液取至 5mL 刻度试管中，读取体积备用；

——取适量中性吸附树脂以 95% 甲醇洗涤 3 次，再用蒸馏水洗涤 3 次，装入 1cm×20cm 的柱子，柱床高度为 10cm。用两个柱床体积的蒸馏水清洗平衡后备用；

——取 1/5 的样品浓缩液（体积不要超过 1mL）上柱，以 70% 甲醇洗脱，收集前 20mL 洗脱液，混合均匀后以 0.45μm 孔径微空滤膜过滤，滤液待进样。

C.4.3 液相色谱参考条件

C.4.3.1 色谱柱：Eclipse XDC C18 反相色谱柱，250mm×4.6mm，粒度直径为 5μm。

C.4.3.2 柱温：28℃

C.4.3.3 荧光检测器：λ_{ex}=331nm，λ_{em}=500nm

C.4.3.4 流动相：乙腈：水=50:50（以磷酸调 pH 至 2.5）

C.4.3.5 流速：1.0mL/min。

C.4.3.6 进样量：20μL

配制浓度为 0.0002、0.001、0.004、0.04、0.1μg/mL 橘霉素标准溶液，在上述色谱条件下进行测定，以峰面积对浓度作标准曲线，线性关系良好，γ>0.9995。

C.4.5 样液色谱分析

处理好的试样提取液 20μL 进样，经荧光检测器检测得到色谱图后，外标法以标准橘霉素保留时间定性，将试样提取液中色谱峰面积与标准样品色谱峰面积比较定量。

C.4.6 计算

$$X = \frac{h_1 \times c \times 20 \times 5}{h_2 \times m} \times 1000$$

式中：X——试样中橘霉素含量，单位为微克每千克（μg/kg）；

h₁——试样中橘霉素色谱峰面积；

c——标准橘霉素溶液浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

20——洗脱液体积，单位为毫升（mL）；

5——1/5 取样倍数；

h_2 ——标准橘霉素色谱峰面积；

m -----试样称取量，单位为克（g）。o

检测结果保留小数点后两位有效数字。

C.5 允许差

平行样测定相对误差 $\leq \pm 10\%$ 。

