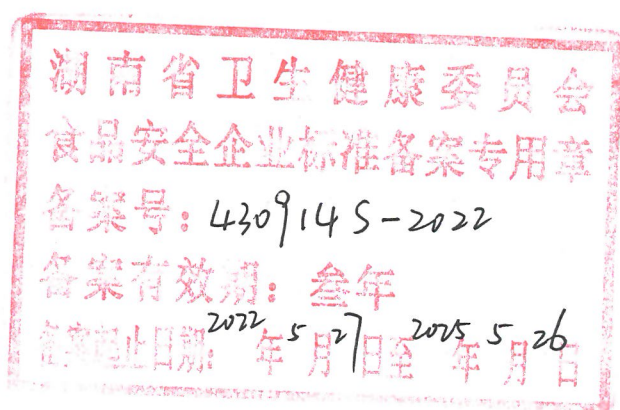


湖南康琪壹佰生物科技有限公司企业标准

Q/CASQ 0019S-2022

康琪壹佰[®]大豆异黄酮 葡萄籽维生素 C 软胶囊



2022-04-22 发布

2022-05-22 实施

湖南康琪壹佰生物科技有限公司

发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》给出的规则起草。

本标准由湖南康琪壹佰生物科技有限公司提出。

本标准由湖南康琪壹佰生物科技有限公司起草。

本标准由湖南康琪壹佰生物科技有限公司负责解释。

本标准主要起草人：王坚、孟游、殷建。

本标准附录 A、附录 B、附录 C 为规范性附录。

本标准代替 Q/CASQ 0019S-2019。



康琪壹佰®大豆异黄酮葡萄籽维生素 C 软胶囊

1 范围

本标准规定了康琪壹佰®大豆异黄酮葡萄籽维生素C软胶囊的技术要求、生产加工过程的卫生要求、检验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于以葡萄籽提取物、大豆异黄酮、维生素C（L-抗坏血酸）为原料，大豆油、纯化水、明胶、甘油、蜂蜡、焦糖色素、二氧化钛为辅料，经过筛、混合、均质、压丸、干燥、包装等主要工艺加工制成的具有祛黄褐斑保健功能的康琪壹佰®大豆异黄酮葡萄籽维生素C软胶囊。

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，仅所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/T 191	包装储运图示标志
GB/T 1535	大豆油
GB 1886.64	食品安全国家标准 食品添加剂 焦糖色
GB 1886.341	食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化钛
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 5009.4	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 5009.22	食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素B族和G族的测定
GB 5009.227	食品安全国家标准 食品中过氧化值的测定
GB 5009.229	食品安全国家标准 食品中酸价的测定
GB/T 6543	运输包装用单瓦楞纸箱和双瓦楞纸箱
GB 6783	食品安全国家标准 食品添加剂 明胶
GB 7718	食品安全国家标准 预包装食品标签通则
GB 14754	食品安全国家标准 食品添加剂 维生素C（抗坏血酸）
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 24314	蜂蜡
GB 29950	食品安全国家标准 食品添加剂 甘油
YBB 00122002	口服固体药用高密度聚乙烯瓶

《中华人民共和国药典》



3 技术要求

3.1 原料要求

- 3.1.1 大豆异黄酮：应符合附录 A（A1）的规定。
- 3.1.2 葡萄籽提取物：应符合附录 A（A2）的规定。
- 3.1.3 维生素C：应符合 GB 14754的规定。
- 3.1.4 大豆油：应符合 GB/T 1535的规定。
- 3.1.5 蜂蜡：应符合 GB/T 24314的规定。
- 3.1.6 明胶：应符合GB 6783的规定。
- 3.1.7 甘油：应符合 GB 29950 的规定。
- 3.1.8 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 3.1.9 焦糖色素：应符合GB 1886.64的规定。
- 3.1.10 二氧化钛：应符合GB 1886.341的规定。

3.2 感官要求

感官要求应符合表1要求。

表1 感官要求

项 目	指 标	检验方法
色 泽	囊皮不透明，呈棕红色，内容物呈棕红色	取包装完整的样品，逐一剖开，将内容物挤入洁净培养皿中，在自然光下目测其色泽、性状及杂质，嗅其气味，品其滋味。
气 味	具有本品固有的滋味、气味	
性 状	软胶囊，完整，无粘连、破裂现象；内容物为油状物	
杂 质	无正常视力可见外来异物	

3.3 标志性成分

应符合表2的规定。

表2 标志性成分

项 目	指 标	检验方法
大豆异黄酮（以大豆苷、大豆苷元、染料木素、染料木苷），g/100g $\geq$	4.47	附录B
大豆苷，g/100g $\geq$	1.87	附录B
大豆苷元，g/100g $\geq$	0.04	附录B
染料木素，g/100g $\geq$	0.01	附录B
染料木苷，g/100g $\geq$	2.55	附录B
原花青素，g/100g $\geq$	7.76	附录C

3.4 理化指标

应符合表3要求。

表3 理化指标

项 目	指 标	检验方法
维生素C/（g/100g）	2.11~4.73	取样品1~5克，余同 GB 14754规定的方法
灰分/（%） $\leq$	10	GB 5009.4
崩解时限/（min） $\leq$	60	《中华人民共和国药典》
酸价（mgKOH/g） $\leq$	4	GB 5009.229

过氧化值/(meq/kg)	≤	10	GB 5009.227
铅(以Pb计)/(mg/kg)	≤	1.9	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
六六六/(mg/kg)	≤	0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕/(mg/kg)	≤	0.2	GB/T 5009.19
黄曲霉毒素B1/(μg/kg)	≤	5	GB 5009.22

3.5 微生物指标

应符合表4规定。

表 4 微生物指标

项目	指标	检验方法
菌落总数/(CFU/g)	≤	30000
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

3.6 规格

600mg/粒

3.7 装量差异

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。

3.8 生产加工过程的卫生要求

应符合 GB 17405 的规定。

4 检验规则

4.1 组批

同一生产日期，同一投料，同一班次，同一生产线，包装完好的产品为一批。

4.2 抽样

样品按批随机抽取，设批量件数（包装单位：箱、盒、瓶等）为X，X≤3时，每件取样，当3≤X≤300时，按 $\sqrt{X}$ 随机抽样；当X≥300时，按 $\sqrt{X}/2+1$ 随机抽样。每批样品取样2份，每份样品应为全检所需样品的3倍量，一份供检验，另一份贮存备查。

4.3 出厂检验

本产品由生产厂的质量检验部门按本标准的规定进行检验，合格后方可出厂。生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。

出厂检验项目为感官要求、装量差异、崩解时限、灰分、酸价、过氧化值、维生素C、大豆异黄酮、大豆苷、大豆苷元、染料木苷、染料木素、菌落总数、大肠菌群、霉菌和酵母。

4.4 型式检验

4.4.1 型式检验项目为技术要求中的全部项目。

4.4.2 型式检验每年至少一次。有下列情况之一时亦应进行型式检验：

- a) 主要原辅料、关键工艺、设备有较大变化时；
- b) 更换设备或长期停产后，恢复生产时；
- c) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- d) 国家有关行政管理部门提出进行型式检验要求时。



4.5 判定规则

4.5.1 检验项目全部符合本标准，判为合格品。

4.5.2 如有检验项目（微生物项目除外）不符合本标准，可以在同批次产品中加倍抽样复验。
复验后如仍不符合本标准，判定不合格。

4.5.3 微生物项目不符合本标准，判为不合格品，不得复验。

5 标志、包装、贮存、运输和保质期

5.1 标志

5.1.1 销售包装的标签按GB 16740、GB 7718和国家质检总局第102号令和123号令《食品标识管理规定》的规定，标明产品名称、配料表、功效成份，保健功能、适宜人群、不适宜人群、净含量、公司名称和地址、生产日期、保质期、贮藏条件、食用方法及食用量、产品标准和审批文号、注意事项等。各项内容的标示位置，应符合卫生部规定的《保健食品标识规定》的规定。

5.1.2 外包装箱储运图示标志应符合 GB/T 191 的规定。

5.2 包装

5.2.1 产品包装材料口服固体药用高密度聚乙烯瓶应符合YBB 00122002的规定、瓶盖应符合GB 4806.7的规定。

5.2.2 外包装采用瓦楞纸箱，符合GB/T 6543的规定。

5.3 运输

5.3.1 原料的运输工具等应符合卫生要求。应根据原料特点，配备相应的保温、冷藏、保鲜、防雨防尘等设施，以保证质量和卫生需要。运输过程不得与有毒、有害物品同车或同一容器混装。

5.3.2 产品运输工具要清洁、干燥、无异味、无污染；运输时应防潮、防暴晒、防挤压、防雨淋；严禁与有毒、有害、有异味物品混装、混运。

5.4 贮存

5.4.1 各种原料应按待检、合格、不合格分区离地存放，并有明显标志；合格备用的还应按不同批次分开存放，同一库内不得储存相互影响风味的原料。对有温度、湿度及特殊要求的原料应按规定条件储存；一般原料的储存场所或仓库，应地面平整，便于通风换气，有防鼠、防虫设施。应制定原料的储存期，采用先进先出的原则。

5.4.2 产品应保持干燥、通风、阴凉、防污染，应存放在清洁、干燥、阴凉、无异味的专用仓库中，有良好的防鼠、防蝇、防尘等设施，不得与有毒、有害、有异味物品混存。

5.5 保质期

在符合上述贮运条件下，产品自生产之日起，产品保质期为 24 个月。

附录 A
(规范性附录)
原料要求

A.1 大豆异黄酮

应符合表 A1 的要求。

表 A1 大豆异黄酮

项 目	指 标
原料来源	食用大豆粕
制法	经提取(5 倍量 30%-70%乙醇 85-95℃提取 2-4 次, 每次 1-2h)、分离、浓缩、喷雾干燥(进口温度 150-200℃, 出口温度 85-110℃)等主要工艺加工制成。
提取率(或得率)	200:1
感官要求	象牙色至浅黄色粉末, 略有涩味
大豆异黄酮含量, %	≥40
大豆苷, %	≥17
大豆苷元, %	≥0.6
染料木素, %	≥0.3
染料木苷, %	≥24
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤3.0
粒度	98%通过 100 目
铅(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤1.5
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤1.0
总汞(以 Hg 计)/(mg/kg)	≤0.1
溶剂残留/(mg/kg)	≤1000
六六六	不得检出
滴滴涕	不得检出
菌落总数/(CFU/g)	≤1000
大肠菌群/(MPN/100g)	≤40
霉菌和酵母/(CFU/g)	≤25
金黄色葡萄球菌	不得检出
沙门氏菌	不得检出

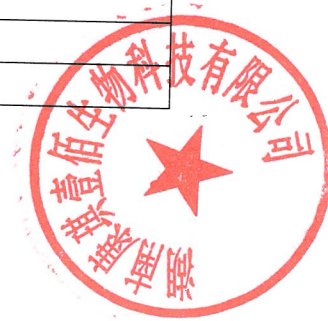
A.2 葡萄籽提取物

应符合表 A2 的要求。

表 A2 葡萄籽提取物

项 目	指 标
来源	葡萄籽应符合食品安全国家标准的相关规定
制法	经提取(5 倍量 80%乙醇 74±4℃提取 3 次, 每次 2h)、分离、浓缩、喷雾干燥(进口温度 185-195℃, 出口温度 95-105℃)等主要工艺加工制成。
提取率或得率	25-30:1

感官要求	黄棕色至红棕色精细粉末，气香，味淡
原花青素含量/(%)	≥ 95
水分/(%)	≤ 5.0
灰分/(%)	≤ 2.0
粒度	98%通过 100 目
铅（以 Pb 计）/(mg/kg)	≤ 0.5
总砷（以 As 计）/(mg/kg)	≤ 0.3
总汞（以 Hg 计）/(mg/kg)	≤ 0.1
溶剂残留/(%)	乙醇 ≤ 1
六六六/(mg/kg)	≤ 0.1
滴滴滴/(mg/kg)	≤ 0.1
菌落总数/(CFU/g)	≤ 1000
大肠菌群/(MPN/100g)	≤ 40
霉菌和酵母/(CFU/g)	≤ 25
金黄色葡萄球菌	不得检出
沙门氏菌	不得检出



附录 B

(规范性附录)

大豆异黄酮、大豆苷、大豆苷元、染料木素、染料木苷的测定

来源于《保健食品检验与评价技术规范》(2003版)中“金雀异黄酮的测定”

B.1 范围

本方法规定了保健食品和普通食品中金雀异黄酮的高效液相色谱测定方法。

本方法适用于保健食品和普通食品中金雀异黄酮的含量测定。

最低检出限量: $0.1 \mu\text{g}$ 本方法最佳线性范围: $1.00\text{--}125 \mu\text{g/ml}$

B2 方法提要: 试样经乙醚脱脂, 弃取乙醚后用甲醇水 (80+20, V/V) 超声提取 30 分钟, 过 $0.45 \mu\text{m}$ 滤膜、定容后进行液相色谱分析。试样中的金雀异黄酮用 C_{18} 柱分离, 二极管阵列检测器或紫外检测器 (260nm) 测定, 峰面积定量, 外标法计算结果。

B3 试剂

除特殊说明, 本方法所用试剂均为分析纯 (A.R); 水为石英亚沸蒸馏水。

B3.1 甲醇: 色谱纯。

B3.2 无水乙醚

B3.3 甲醇+水 (80+20)

B3.4 金雀异黄酮 (Genistein) 标准品。

B3.5 0.050mol/L 醋酸铵, pH4.6: 准确称取 3.85g 醋酸铵于小烧杯中, 适量水溶解, 转移至 1000ml 容量瓶中, 加水 500ml, 加入 3.00ml 冰醋酸, 摇匀, 加水到容量瓶刻度, 摇匀即可。

B4 仪器

B4.1 高效液相色谱仪 (二极管阵列检测器或紫外检测器)

B4.2 超声波清洗器

B4.3 离心机 (4000r/min)

B5 分析步骤

B5.1 高效液相色谱参考条件。

B5.1.1 色谱柱: 不锈钢柱, 内径 4.6mm, 长 250mm C_{18} 柱, 填料粒径 $10 \mu\text{m}$ B5.1.2 流动相: 甲醇+ 0.05mol/L 醋酸铵, pH4.6 (46+54, V/V)B5.1.3 流量: 1.2ml/min B5.1.4 进样量: $20.0 \mu\text{l}$

B5.2 试样制备

B5.2.1 保健食品: 准确称取 1g 试样, 加 50ml 甲醇水 (B3.3) 超声提取 30min, 上清液抽滤, 残渣用甲醇水 (B3.3) 洗, 洗液一并抽滤, 定容至 100ml, 过 $0.45 \mu\text{m}$ 滤膜, 测定。

B5.2.2 豆奶粉类食品: 准确称取磨碎的豆粉或奶粉类试样 5~10g, 用 60~100ml 乙醚分三次脱脂, 弃去乙醚层, 加 50ml 甲醇水 (B3.3) 超声提取 30min, 上清液抽滤, 残渣用甲醇水 (B3.3) 洗, 洗液一并抽滤, 定容至 100ml, 过 $0.45 \mu\text{m}$ 滤膜, 测定。

B5.2.3 各种豆腐: 准确称取试样 10g, 用玻棒搅匀后用 60ml 乙醚分三次脱脂, 加 50ml 甲醇水 (B3.3) 超声提取 30min, 过滤, 测定体积后过 $0.45 \mu\text{m}$ 滤膜, 测定。

B5.2.4 豆腐丝、豆腐干: 准确称取试样 10g, 加无水硫酸钠研磨, 转入具塞三角瓶中, 加 50ml 甲醇水 (B3.3) 超声提取 30min, 过滤, 测定体积后过 0.45mm 滤膜, 测定。

B5.2.5 金雀异黄酮储备液: 精密称取金雀异黄酮标准品 10.0mg, 用甲醇溶解并定容至 10ml。此液为 1.0mg/ml

B5.2.6 金雀异黄酮应用液: 分别取金雀异黄酮储备液 0.01、0.05、0.10、0.30、0.50、1.25ml,

用甲醇定容至 10.0ml (浓度各为 1.00、5.00、10.00、30.0、50.0、125 $\mu\text{g/ml}$)。在上述色谱条件下注入标准溶液和试样溶液,以保留时间定性,峰高或峰面积定容,外标法计算。

B6 分析结果的表述

B6.1 计算

$$X = \frac{A \times C_r \times V \times K}{A_i \times m}$$

式中:

X—试样中金雀异黄酮的含量, mg/kg ;

A—试样的峰面积或峰高;

C_r —金雀异黄酮标准溶液的浓度, $\mu\text{g/ml}$;

A_r —标准溶液的的峰面积或峰高;

m—试样质量, g;

V—试样定容体积, ml;

K—稀释因子;

B6.2 结果表示: 报告算术平均值的两位有效数。

B7 允许差: 同一实验室, 同时测定或重复测定的结果的相对偏差不得超过 10%。

B8 准确度: 将试样中加入不同浓度的金雀异黄酮, 做回收实验, 回收率应在 85~110%范围内。

B9 其它

B9.1 使用二极管阵列检测器波长设定范围 210-400nm

B9.2 可以建立金雀异黄酮标准的吸收光谱库, 测定试样时试样吸收光谱与标准的吸收光谱进行比较, 可以克服单靠保留时间定性的不足, 增加定性的准确性。

B9.3 根据色谱峰的峰纯度可以判定是否有干扰物质存在。

B9.4 在标准储备液中可同时加入黄豆苷 (Daidzin)、染料木苷 (Genistin)、黄豆苷原 (Daidzein) 标准品, 黄豆苷, 染料木苷, 黄豆苷原不干扰金雀异黄酮的测定



附录 C

(规范性附录)

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)

C.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 $3\mu\text{g}$ ，最低检出浓度 $3\mu\text{g/ml}$ 。

本方法最最佳线性范围： $3\sim 150\mu\text{g/ml}$ 。

C.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。

C.3 试剂

C.3.1 甲醇：分析纯。

C.3.2 正丁醇：分析纯。

C.3.3 盐酸：色谱纯。

C.3.4 硫酸铁铵 $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4) \cdot 2.12\text{H}_2\text{O}$ 溶液：用浓度为 2mol/L 盐酸配成 2% (w/v) 的溶液。

C.3.5 原花青素标准品：葡萄籽提取物，纯度 95% 。

C.4 仪器

C.4.1 分光光度计。

C.4.2 回流装置。

C.5 分析步骤

C.5.1 试样的制备

C.5.1.1 片剂：取 20 片试样，研磨成粉状。

C.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。

C.5.1.3 口服液：摇匀后取样

C.5.2 提取

C.5.2.1 粉状试样：称取 $50\sim 100\text{mg}$ 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。

C.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。

C.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。

C.5.3 测定

C.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。

C.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 置于具塞锥形瓶中，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。

C.6 分析结果表述：试样中原花青素测定结果按 (1) 式计算。

C.6.1 计算:

$$X(\%) = \frac{m_1 \times v \times 1000}{m \times 1000 \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X—试样中原花青素的百分含量, g/100g;

m_1 —反应混合物中原花青素的量, μg ;

v—待测样液的总体积, mL;

m—试样的质量, mg。

C.6.2 结果表示: 计算结果保留三位有效数字。

C.7 技术参数

C.7.1 相对标准偏差: <10%。

C.7.2 回收率: 84.6~94.4%。

