

湖南泰尔制药股份有限公司企业标准

Q/OKSH 0021S—2024

食品安全企业标准

保元津牌刺五加王浆钙片（原产品名称：
衍年膏晶牌保元津片（男士型））

湖南省卫生健康委员会
食品安全企业标准备案专用章

备案号：4331755-2024

备案日期：2024年5月29日

2024-05-08 发布

2024-06-08 实施

湖南泰尔制药股份有限公司 发布

前 言

本标准参照 GB 16740《食品安全国家标准 保健食品》而制定。

本标准依照 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》的规则起草。

本标准由湖南泰尔制药股份有限公司提出。

本标准起草单位：湖南泰尔制药股份有限公司。

本标准由湖南泰尔制药股份有限公司负责解释。

本标准中附录 A、附录 B、附录 C 为规范性附录。

本标准主要起草人：罗晓峰、李以暖、卢文娟、肖炼红。

本标准代替 Q/OKSH 0021S—2023。



保元津牌刺五加王浆钙片（原产品名称：衍年莓晶牌保元津片（男士型））

1 范围

本标准规定了保元津牌刺五加王浆钙片（原产品名称：衍年莓晶牌保元津片（男士型））要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于以碳酸钙、骨胶原蛋白、氧化镁、刺五加提取物、山药提取物、蜂王浆冻干粉、酪蛋白磷酸肽、维生素 D₃（胆钙化醇）为原料，糊精、羧甲基淀粉钠、淀粉、硬脂酸镁为辅料，经混合、制粒、干燥、压片、包装等主要工艺加工制成的具有改善睡眠、增加骨密度功能的保元津牌刺五加王浆钙片（原产品名称：衍年莓晶牌保元津片（男士型））。

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 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 5009.5	食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定
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 5009.92	食品安全国家标准 食品中钙的测定
GB 5009.241	食品安全国家标准 食品中镁的测定
GB 5009.296	食品安全国家标准 食品中维生素D的测定
GB/T 6543	运输包装用单瓦楞纸箱和双瓦楞纸箱
GB 7718	食品安全国家标准 预包装食品标签通则
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 21532	蜂王浆冻干粉
GB 31617	食品安全国家标准 食品营养强化剂 酪蛋白磷酸肽

《中华人民共和国药典》

3 要求

3.1 原料要求

- 3.1.1 碳酸钙：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 3.1.2 氧化镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 3.1.3 维生素 D₃（胆钙化醇）：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 3.1.4 酪蛋白磷酸肽：应符合 GB 31617 的规定。
- 3.1.5 骨胶原蛋白：应符合附录 A.1 的规定。
- 3.1.6 刺五加提取物：应符合附录 A.2 的规定。
- 3.1.7 山药提取物：应符合附录 A.3 的规定。
- 3.1.8 蜂王浆冻干粉：应符合 GB/T 21532 的规定。
- 3.1.9 羧甲基淀粉钠：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 3.1.10 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 3.1.11 糊精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 3.1.12 淀粉：应符合《中华人民共和国药典》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	检验方法
色泽	灰白色，有斑点	将剥去所有包装的样品置于清洁干燥的白瓷盘中，在自然光下，肉眼观察其色泽、状态、有无杂质，鼻嗅其气味，口品其滋味。
滋味、气味	具本品固有的滋味与气味	
状态	片状，片形完整，无缺损，无肉眼可见外来杂质	

3.3 功能要求

增加骨密度、改善睡眠。

3.4 标志性成分

应符合表2规定。

表 2 标志性成分

项 目	指 标	检验方法
钙（以 Ca 计）/(g/100g)	13.5~22.5	GB 5009.92 中“第一法 火焰原子吸收光谱法”
总皂苷(以人参皂苷 Re 计)/(mg/100g)	≥ 458.4	附录 C
维生素 D ₃ /(mg/100g)	0.18~0.41	GB 5009.296

3.5 理化指标

应符合表3规定。

表 3 理化指标

项 目	指 标	检验方法
镁（以 Mg 计）/(mg/g)	45.0~75.0	GB 5009.241
蛋白质/(g/100g)	≥ 10.0	GB 5009.5
10-羟基-2-癸烯酸/(mg/g)	≥ 1.6	附录 B
水分/(%)	≤ 8.0	GB 5009.3
灰分/(%)	30.0~50.0	GB 5009.4
崩解时间/(min)	≤ 30	《中华人民共和国药典》
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

3.6 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）	≤	30 000
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
*样品的采样及处理按 GB 4789.1 执行。		

3.7 规格

700mg/片。

3.8 装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标

应符合《中华人民共和国药典》中“制剂通则”项下“片剂”的规定。

3.9 食品生产加工过程卫生要求

应符合GB 17405规定。

4 检验规则

4.1 组批

同一生产日期，同一批投料，同一班次，同一生产线，包装完好的产品为一批。

4.2 抽样

每批产品随机抽取试样 500g，不少于 12 瓶。其中 6 瓶供出厂或型式检验，余下 6 瓶封存作备查用，标明：抽样批次，抽样者姓名、时间和留存时限。

4.3 出厂检验

4.3.1 成品出厂前须经公司质量检验部门逐批检验，并签发合格证。

4.3.2 出厂检验项目包括：感官指标、标志性成分、净含量、水分、灰分、崩解时间、菌落总数、大肠菌群。

4.4 型式检验

4.4.1 型式检验项目为要求中的全部项目。

4.4.2 型式检验每年一次。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；
- 原料产地或供货商发生变化时；
- 停产半年以上恢复生产时；
- 食品安全监督机构提出要求时。

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、运输和贮存

5.1 标志

销售包装的标签按 GB 16740、GB 7718 及相关的规定。外包装标志应符合 GB/T 191 中的有关规定。

5.2 包装

5.2.1 产品内包装应符合 GB 4806.7 的规定。

5.2.2 外包装采用瓦楞纸箱包装，应符合 GB/T 6543 的要求。

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，包装完好的产品保质期为 24 个月。



附录 A
(规范性附录)
原料质量要求

A.1 骨胶原蛋白

应符合表 A.1 的要求。

表 A.1 骨胶原蛋白

项 目	指 标
来源	动物骨头
制法	经清洗、粉碎、浸泡 (pH8-13 碳酸钠溶液, 40-60℃ 浸泡 2-4h; pH2-6 醋酸溶液, 18-30℃ 浸泡 4-6h)、酶解 (木瓜蛋白酶, 40℃-50℃, 20-40h)、离心分离 (1500r/min, 20min)、喷雾干燥 (进风温度 170℃-220℃, 出风温度 85℃-90℃)、包装等工艺制成
感官要求	白色或浅黄色粉末, 具有该产品应有的气味和滋味, 无肉眼可见机械杂质
水溶性 (25℃, 不低于 10g/100ml 水)	全溶
蛋白质, %	≥90
pH 值 (1%水溶液)	4.8-7.0
水分, %	≤7.0
灰分, %	≤5.0
铅 (以 Pb 计), mg/kg	≤1.0
总砷 (以 As 计), mg/kg	≤0.5
总汞 (以 Hg 计), mg/kg	≤0.3
菌落总数, CFU/g	≤1000
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	不得检出
金黄色葡萄球菌	不得检出

A.2 刺五加提取物

应符合表 A.2 的要求。

表 A.2 刺五加提取物

项 目	指 标
来源	刺五加 <i>Acanthopanax senticosus</i> (Rupr. et Maxim.) Harms
制法	经粉碎、提取 (第一次 6 倍量水煮沸提取 180min, 第二次 5 倍量水煮沸提取 120min, 第三次 4 倍量水煮沸提取 60min)、分离 (1000r/min, 5min)、浓缩、喷雾干燥 (进口温度为 170-195℃, 出口温度为 80-100℃)、粉碎、过筛、包装等工艺制成
得率, %	8-10
感官要求	浅棕色至棕黄色粉末, 具有本品特有的气味, 味苦

刺五加苷 B+刺五加苷 E, %	≥0.8
干燥失重, %	≤8.0
灰分, %	≤10.0
粒度	100%通过 60 目筛
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
农药残留量, ppm	≤0.3
菌落总数, CFU/g	≤1000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
沙门氏菌	不得检出
金黄色葡萄球菌	不得检出

A.3 山药提取物

应符合表 A.3 的要求。

表 A.3 山药提取物

项 目	指 标
来源	山药 <i>Dioscorea opposita</i> Thunb.
制法	经粉碎、提取(第一次 6 倍量水煮沸提取 180min, 第二次 5 倍量水煮沸提取 120min, 第三次 4 倍量水煮沸提取 60min)、分离(1000r/min, 5min)、浓缩、喷雾干燥(进口温度为 170-195℃, 出口温度为 80-100℃)、粉碎、过筛、包装等工艺制成
得率, %	25-30
感官要求	乳白色粉末, 具有本品特有的气味
薯蓣皂苷, %	≥1.0
干燥失重, %	≤8.0
灰分, %	≤10.0
粒度	100%通过 60 目筛
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
农药残留量, ppm	≤0.3
菌落总数, CFU/g	≤1000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
沙门氏菌	不得检出
金黄色葡萄球菌	不得检出

附录 B
(规范性附录)

10-羟基-2-癸烯酸的测定方法

B.1 仪器

B.1.1 BIO-ROD700 高压液相色谱仪：附 UV1706 多波长紫外检测器。

B.1.2 超声振荡器。

B.1.3 微孔过滤器。附滤膜 0.45μm。

B.2 试剂

B.2.1 甲醇：色谱纯。

B.2.2 水：三蒸水，超纯处理。

B.2.3 二氯甲烷：分析纯。

B.2.4 磷酸：优级纯。

B.2.5 30%氢氧化钠。

B.2.6 1mol/L 盐酸。

B.2.7 标准溶液：准确称取 10-羟基-2-癸烯酸标准品（中国食品药品检定研究院）12.5mg 于 25mL 容量瓶中，用甲醇溶解摇匀并稀释至刻度，此储备液每 1mL 含 10-羟基-2-癸烯酸 0.5mg。

B.3 测定步骤

B.3.1 色谱分离条件：

色谱柱：Hypersil ODS2，4.6mm×200mm，5μm。

流动相：甲醇-水-磷酸=50：50：0.2（v/v）。

检测波长：210nm。

灵敏度：0.001。

流速：1mL/min。

进样量：10~20μL。

B.3.2 标准曲线的绘制：分别准确吸取储备液 0.1、0.2、0.3、0.4、0.6mL 于 10mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度使 10-羟基-2-癸烯酸浓度分别为 5、10、15、20、30μg/mL，各取 10μL 注入 HPLC 中，以 10-羟基-2-癸烯酸峰面积为纵坐标，标准浓度为横坐标，绘制标准曲线。

B.3.3 样品处理：准确称取 100~200mg 样品于 25mL 容量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度，超声助溶，过滤，准确吸取 0.1~0.2mL 于 10mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度。

B.4 样品测定

以上样品提取液经 0.45μm 滤膜精滤后，取 10~20μL 于 HPLC 进样测定，记录组分峰面积，在标准曲线上查出相应的 10-羟基-2-癸烯酸的质量。

B.5 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times n}{m \times 1000000} \times 100$$

式中：X—样品中 10-羟基-2-癸烯酸含量，g/100g；

m_1 —由标准曲线上查出相应的 10-羟基-2-癸烯酸质量，μg；

n—稀释倍数；

m—样品质量，g；

1000000—μg 换算成 g。

附录 C
(规范性附录)
总皂苷的测定

C.1 仪器

C.1.1 比色计

C.1.2 层析柱

C.2 试剂

C.2.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂, Sigma

C.2.2 正丁醇: 分析纯

C.2.3 乙醇: 分析纯

C.2.4 中性氧化铝: 层析用, 100-200目

C.2.5 人参皂苷Re: 中国食品药品检定研究院

C.2.6 香草醛溶液: 称取5g香草醛, 加冰乙酸溶解并定容至100mL

C.2.7 高氯酸: 分析纯

C.2.8 冰乙酸: 分析纯:

C.2.9 人参皂苷Re标准溶液: 精确称取人参皂苷Re标准品0.0200g, 用甲醇溶解并定容至10.0mL, 即每毫升含人参皂苷Re2.0mg。

C.3 实验步骤

C.3.1 样品处理

取适量本品, 研磨并混合均匀, 精密称取1.000g左右研磨并混合均匀的试样(根据试样含人参皂苷量定), 置于100mL容量瓶中, 加少量水, 超声30min, 再用水定容至100mL, 摇匀, 放置, 吸取上清液1.0mL进行柱层析。

C.3.2 柱层析

在2cm直径层析柱内装3cm高Amberlite-XAD-2大孔树脂, 上加1cm中性氧化铝。先用25mL70%乙醇洗柱, 弃去洗脱液, 再用25mL水洗柱, 弃去洗脱液, 精确加入1.0mL已处理好的试样溶液(见C.3.1), 用25mL水洗柱, 以洗去糖份等水溶性杂质, 弃去洗脱液, 用25mL70%乙醇洗脱人参皂苷, 收集洗脱液于蒸发皿中, 放水浴挥干。以此作显色用。

C.3.3 显色

在上述已挥干的蒸发皿中准确加入0.2mL5%香草醛冰乙酸溶液, 转动蒸发皿, 使残渣都溶解, 再加0.8mL高氯酸, 混匀后移入5mL带塞刻度离心管中, 放在60℃以下水浴上加温10min, 取出。冰浴冷却后, 准确加入冰乙酸5.0mL, 摇匀后, 以1cm比色池于560nm波长处与标准管一起进行比色测定。

C.3.4 标准曲线

吸取人参皂苷Re标准溶液20、40、60、80、100 μL放蒸发皿中, 放在水浴挥干(低于60℃), 或热风吹干(勿使过热), 以下操作从“C.3.3显色…”起, 与试样相同。测定吸光度值。

C.4 结果计算

$$X = \frac{A \times V \times 100}{M \times 1000}$$

式中:

X—试样中人参总皂苷量(以人参皂苷Re计), mg/100g;

A—由标准曲线求得被测液中人参总皂苷含量, μg/mL;

V—试样稀释体积, mL;

M—试样质量, g。