

保健食品标准中重(装)量差异指标的分析及应用

关日晴*

(广东省药品检验所, 广州 510663)

摘 要: 近年来, 保健食品注册和备案技术指引要求保健食品制剂制订重量差异或装量差异指标, 如片剂等剂型应制订重量差异指标, 胶囊剂等剂型应制订装量差异指标, 以替代原先对包装食品通用的净含量与负偏差指标。在执行过程中, 检测机构众多检验结果显示有不少生产企业可能未能完全理解重量差异和装量差异指标的具体分析算法和应用细节要求, 导致抽检结果与生产企业出厂检验结果不一致的情况。本文着重对重量差异和装量差异测定方法的质控目的、限度设定、计算与判定方法等进行详细解读, 以帮助相关企业更好地理解重量差异和装量差异的指标特性和分析应用要点, 阐明重量差异和装量差异指标与包装食品通用的净含量与负偏差指标的不同, 使规范制订保健食品标准并正确执行分析检验。

关键词: 保健食品; 重量差异; 装量差异

Analysis and application of weight variation and content variation in standards of health foods

GUAN Ri-Qing*

(Guandong Provincial Institute for Drug Control, Guangzhou 510663, China)

ABSTRACT: In recent years, the instruction for registration and recordation of health foods require to built up the specification of weight variation or content variation for the health foods in the form of preparations (weight variation for tablets and content variation for capsules *etc.*), instead of the specification of net content and negative deviation for common packed foods. After enforcement, data from the inspecting institutes appealed that a few health food manufacturers do not understand the calculation and analytical details of weight variation or content variation very well, so that some inconformity appeared between the official inspecting examinations and the manufacturing approval examinations. This paper reviewed the correct explanation for the quality control purpose, limit setting, calculation methods, and judge criterion for weight variation and content variation, and described the deference from net content and negative deviation for common packed foods, in order to help relevant manufacturers understand the features and analytical details of weight variation and content variation., formally draw up standards of health food products and enforce the analytical procedures exactly.

KEY WORDS: health food; weight variation; content variation

1 引 言

随着人们生活水平的提高, 保健食品行业在近 20 年

来发展迅速。2015 年颁布实施的《食品安全法》把保健食品确定为特殊食品需从严监管, GB 16740-2014《食品安全国家标准 保健食品》规范了对保健食品的质量技术要求^[1],

*通讯作者: 关日晴, 主任药师, 主要研究方向为食品、保健食品和药品检测。E-mail: guanriqing@gdda.gov.cn

*Corresponding author: GUAN Ri-Qing, Chief Pharmacist, Guangdong Institute for Drug Control, No.766, Shenzhou Road, Huangpu District, Guangzhou 510663, China. E-mail: guanriqing@gdda.gov.cn

外国也在近年加大了对保健食品的探索研究^[2-4]。因应新形势新要求,主管部门颁布了《保健食品注册与备案管理办法》及相应技术配套法规,保健食品的监管进一步区别于普通食品加强特色化管理。一直以来包装食品的净含量(商品净重)都是按照国家质量监督检验检疫总局国家计量技术规范 JJF 1070-2005 《定量包装商品净含量计量检验规则》控制净含量与负偏差^[5-8],在未对保健食品进行特色化管理之前也一直用于保健食品。近年来随着对保健食品的特色化管理,保健食品注册和备案技术指引要求不同于普通食品类属的保健食品制剂应制订重量差异或装量差异指标替代净含量与负偏差,如片剂等剂型应制订重量差异指标,胶囊剂等剂型应制订装量差异指标。在实施 2 年多来,检测机构众多检验结果显示出现了一些重量差异或装量差异检测结果与生产企业自测的出厂检验结果不一致的情况,可能有不少生产企业未能完全理解重量差异和装量差异指标的具体分析算法和应用细节有关。由于重量差异和装量差异源自药品标准^[9],在药品质量检验方面研究很多^[10-15],对于应用于保健食品才刚开始,近年来也从未有过重量差异或装量差异用于保健食品质量控制的相关研究报道。本文着重对重量差异和装量差异测定方法的质控目的、限度设定、计算与判定方法进行详细解读,列举实测案例,以期帮助有需要的企业更好地理解重量差异和装量差异的指标特性和分析应用要点,规范制订保健食品标准,正确完成指标检验及判定。

2 重(装)量差异和净含量与负偏差指标的制订目的

保健食品的重(装)量差异指标设定思路源自于药品制剂的质量监控,检验方法一般也是按照《中国药典》,在质量控制的目的上和净含量与负偏差指标有所区别。净含量与负偏差主要用作防止短斤少两,限度只有低限没有高限,主要因为保健食品“不得对人体产生急性、亚急性或者慢性危害”的食品安全属性,而重(装)量差异主要是保障每次食用份量的均匀性,更多的考虑在于保健食品的功效。目前主流技术指引是食品类属的产品(如保健或功能饮料、保健酒、保健糖果等)以净含量与负偏差控制,制剂形态的产品(如片剂、胶囊剂等)以重(装)量差异控制。

3 重(装)量差异指标的比较基准与适用范围

重(装)量差异指标根据剂型的不同可以有 3 种细分形式,就是重量差异、装量差异和装量(又称最低装量)。参照《中国药典》制剂通则,重量差异适用于片剂、丸剂等,装量差异适用于硬胶囊、软胶囊(胶丸)等,装量(最低装量)适用于口服液等,具体《中国药典》附录有详细的操作法、限度和判断方法。与保健食品规格表述方式相应,重(装)

量差异有 2 种不同的比较基准形式,当规格以每片(粒、包、瓶等)的重量或体积表示,功效成分或标志性成分指标以百分含量(纯度)表示时,应以标示重量或体积作为重(装)量差异的比较基准;当规格以每片(粒、包、瓶等)中含某(些)成分的量表示,功效成分或标志性成分指标以每片(粒、包、瓶等)中的含有量表示时,应以平均每片(粒、包、瓶等)重量(装量)或体积作为重(装)量差异的比较基准。举例如下:

例 1: 左旋肉碱茶多酚片,规格为每片 1.0 g。这属于以上第一种规格表述形式,对应的重量差异应该以标示片重规格 1.0 g 作为比较基准测算每片的相对偏差(重量差异):

$$\text{重量差异} = (\text{各片的重量} - 1.0) \div 1.0 \times 100\%$$

按照《中国药典》片剂通则重量差异的要求取 20 片测定,限度是 $\pm 5\%$,不得多于 2 片超过限度,均不得超过限度的 1 倍。试样测定结果见表 1。判定结果:符合要求。

表 1 左旋肉碱茶多酚片重量差异测定和计算结果
Table 1 Determination and calculation results of weight variation of *L*-carnitine tea polyphenol tablets

序号	每片重量/g	重量差异	是否超过限度说明
1	1.0225	2.25%	限内
2	1.0032	0.32%	限内
3	0.9676	-3.24%	限内
4	1.0412	4.12%	限内
5	1.0564	5.64%	超过限度但未超过限度的 1 倍
6	0.9887	-1.13%	限内
7	0.9983	-0.17%	限内
8	1.0325	3.25%	限内
9	1.0049	0.49%	限内
10	0.9985	-0.15%	限内
11	0.9862	-1.38%	限内
12	1.0431	4.31%	限内
13	0.9788	-2.12%	限内
14	0.9659	-3.41%	限内
15	1.0332	3.32%	限内
16	1.0278	2.78%	限内
17	1.0312	3.12%	限内
18	0.9994	-0.06%	限内
19	0.9985	-0.15%	限内
20	1.0311	3.11%	限内
平均片重	1.0104	--	--

例2: 维生素E软胶囊, 规格为每粒含维生素E(以 α -生育酚计)200 mg。这属于以上第2种规格表述形式, 对应的装量差异应该以平均装量作为比较基准测算每囊的相对偏差(装量差异)。取20粒或规定的粒数按照《中国药典》胶囊剂通则装量差异方法进行测定, 算出平均装量和装量差异。

装量差异=(各囊的装量-平均装量) \div 平均装量 \times 100%

按照《中国药典》要求判断, 限度应是 \pm 7.5%, 不得多于2粒超过限度, 均不得超过限度的1倍。实样测定结果见表2。判定结果: 符合要求。

表2 维生素E软胶囊装量差异测定和计算结果
Table 2 Determination and calculation results of content variation of vitamin E soft capsules

序号	每囊整囊重/g	囊壳重/g	每囊装量/g	装量差异	是否超过限度
1	0.7702	0.2723	0.4979	-1.50%	限内
2	0.7802	0.2691	0.5111	1.11%	限内
3	0.7683	0.2689	0.4994	-1.21%	限内
4	0.7807	0.2599	0.5208	3.03%	限内
5	0.7723	0.2709	0.5014	-0.81%	限内
6	0.7748	0.2792	0.4956	-1.96%	限内
7	0.7734	0.2634	0.5100	0.89%	限内
8	0.7727	0.2639	0.5088	0.65%	限内
9	0.7822	0.2718	0.5104	0.97%	限内
10	0.7685	0.2638	0.5047	-0.16%	限内
11	0.7625	0.2731	0.4894	-3.18%	限内
12	0.7758	0.2682	0.5076	0.42%	限内
13	0.7693	0.2617	0.5076	0.42%	限内
14	0.7777	0.2672	0.5105	0.99%	限内
15	0.7767	0.2727	0.5040	-0.30%	限内
16	0.7717	0.2665	0.5052	-0.06%	限内
17	0.7680	0.2729	0.4951	-2.06%	限内
18	0.7753	0.2722	0.5031	-0.47%	限内
19	0.7838	0.2670	0.5168	2.24%	限内
20	0.7779	0.2669	0.5110	1.09%	限内
平均装量	--	--	0.5055	--	--

4 不合格的原因分析及对策

4.1 不合格原因分析

重量差异或装量差异指标出现不合格的原因可以源自主观认识和技术投入等多方面。

(1)认为重量差异或装量差异指标简单未有足够重视, 或者个别保健食品生产厂规模较小技术力量不足, 在未组织专业技术人员认真解读充分理解重量差异、装量差异与之前沿用的净含量与负偏差指标特性区别的情况下, 应对主管部门新要求修改企业标准, 简单地把净含量与负偏差指标替换成重量差异或装量差异指标, 对自己的产品也未进行过企业标准变更前后的实样测定比较考察。

(2)未修改标准前用的净含量与负偏差指标只控制偏差下限, 个别“厚道”的生产企业习惯于多装一些来“保证合格”, 标准改成重量差异或装量差异指标后, 超出偏差上限则判为不合格, 尤其是在以标示重量或装量作为比较基准的情形, 容易导致重量差异或装量差异结果超过上限不合格。

(3)压片、胶囊装填或包装等工艺不过关有可能导致每片(粒、包、瓶等)的重量或装量均匀性不好导致重量差异或装量差异超过限度。

(4)未完全掌握正确的计算方法, 本来应该按标称重量或装量作为比较基准, 采用了平均片重或平均装量作为比较基准, 可能得出错误结果误判合格放行。

(5)习惯了按净含量与负偏差指标的做法按整瓶或整包计算净含量, 只要总量达到要求, 瓶或包内粒或包大不均匀不影响结果; 而重量差异或装量差异是按每片(粒、包、瓶等)计算重量或装量偏差, 如在工艺上不注意控制或改进则有可能导致不合格。

4.2 避免不合格的对策

(1)保健食品企业应重视对重量差异和装量差异指标的技术解读, 尤其是和净含量与负偏差的区别, 企业标准修改前应进行实测考察。

(2)按不同的保健食品类别正确选择比较基准和计算方法。

(3)工艺上保证每片(粒、包、瓶等)的重量或装量均匀性, 达不到要求需升级压片、胶囊装填或包装设备。

(4)作为保健食品注重功效原则, 胶囊剂以每粒内容物的量标示净含量和计算装量差异, 不应与普通食品以“可食用部分”计混淆。

5 结语

(1)保健食品生产企业在制订企业标准时, 应按照国家不同剂型类属选择重量差异、装量差异、装量或净含量与负偏差指标。片剂应制订重量差异指标, 胶囊剂(包括硬胶囊、软胶囊等)应制订装量差异指标, 颗粒剂、粉剂等应制订装量差异指标(如命名为固体饮料等食品类属名称时可制订净含量与负偏差指标), 口服液等应制订装量指标(如命名为饮料等食品类属名称时可制订净含量与负偏差指标)。

(2)保健食品标准中的重量差异或装量差异指标跟净含量与负偏差指标的质控目的略有不同,净含量与负偏差指标主要控制不得短斤少两,而重量差异或装量差异指标除此之外同时控制每片(粒、包、瓶等)之间的均匀性。

(3)在重量差异或装量差异测定计算时,应注意正确选择比较基准。当规格以每片(粒、包、瓶等)的重量或体积表示,功效成分或标志性成分指标以百分含量(纯度)表示时,应以标示重量或体积作为比较基准;当规格以每片(粒、包、瓶等)中含某(些)成分的量表示,功效成分或标志性成分指标以每片(粒、包、瓶等)中的含有量表示时,应以平均每片(粒、包、瓶等)重量(装量)或体积作为比较基准。

参考文献

- [1] GB 16740-2014 食品安全国家标准 保健食品[S].
GB 16740-2014 National food safety standard-Health (functional) food [S].
- [2] Anna JG, Danuta G, Maciej B, *et al.* Recent progress in the use of functional foods for older adults: A narrative review [J]. *Compr Rev Food Sci F*, 2010, 19: 835-856.
- [3] Farag MA, Abdelwareth A, Sallam IE, *et al.* Metabolomics reveals impact of seven functional foods on metabolic pathways in a gut microbiota model [J]. *J Adv Res*, 2020, 23: 47-59.
- [4] 王萍, 刘晴晴. 欧盟保健食品综合治理考察与经验借鉴[J]. *中国健康法制*, 2020, 28(2): 62-66.
Wang P, Liu QQ. Investigation and experience reference of EU health food comprehensive management [J]. *China Health Law*, 2020, 28(2): 62-66.
- [5] JJF 1070-2005 定量包装商品净含量计量检验规则[S].
JJF 1070-2005 Rules of metrological testing for net quantity of products in prepackages with fixed content [S].
- [6] 曾祥云, 仇仁春, 曹志强. 极参 1 号牌人参片产品质量标准[J]. *人参研究*, 2018, 2: 34-36.
Zeng XY, Qiu RC, Cao ZQ. Quality standard of Jisengyihao jinseng tablets [J]. *Jinseng Res*, 2018, 2: 34-36.
- [7] 谭宇. 定量包装商品净含量计量检验探讨[J]. *科技风*, 2019, 11: 220.
Tan Y. Research of measurement of net content of quantitatively packed goods [J]. *Wind Sci*, 2019, 11: 220.
- [8] 马欣. 定量包装商品净含量计量检验要点和测量结果的影响因素分析[J]. *南方农机*, 2019, 11: 248.
Ma X. Key point and influencing factor analysis for measurement of net content of quantitatively packed goods [J]. *South Agric Mach*, 2019, 11: 248.
- [9] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015.
Chinese pharmacopoeia committee. Pharmacopoeia of the People's republic of China [M]. Beijing: China Medicine Science and Technology Press, 2015.
- [10] 贾超, 朱琳, 王守涛. 对执行《中国药品检验标准操作规范》2010 年版装量差异检查方法的探讨[J]. *中国药事*, 2013, 27(5): 475-478.
Jia C, Zhu L, Wang ST. Discussion of the weight variation test in <standard operation procedure for China drug test>2010 (edition) [J]. *Chin Pharm Affair*, 2013, 27(5): 475-478.
- [11] 谈大川. 浅谈散剂的装量差异检查和最低装量检查[J]. *首都医药*, 2014, 11: 112.
Tan DC. Discussion of the weight variation test and minimum content test [J]. *Capit Med*, 2014, 11: 112.
- [12] 刘元江, 缪经纬, 陈景勇, 等. 三种儿童服用药片磨粉分包装量差异及合格率评价[J]. *儿科药理学杂志*, 2011, 17(4): 39-41.
Liu YJ, Miao JW, Chen JY. Evaluation of weight variation and conformity percentage of pulverizing method of dividing three tablets of children [J]. *J Pediatr Pharm*, 2011, 17(4): 39-41.
- [13] 王菲, 谢沐风. 浅谈对 2010 年版《中国药典》含量均匀度检查法和重量(装)量差异检查法的认识[J]. *中国药品标准*, 2011, 12(4): 245-246.
Wang F, Xie MF. Discussion about the uniformity of dosage units and weight variation in Chinese pharmacopoeia 2010 edition [J]. *Drug Stand China*, 2011, 12(4): 245-246.
- [14] 贾春建. 检查药品装(重)量差异限度方法的改进[J]. *中国药师*, 2010, 13(5): 752-753.
Jia CJ. Improvement of content (weight) variation test of drugs [J]. *China Pharm*, 2010, 13(5): 752-753.
- [15] 富爱鹏. 熊胆胶囊装量差异影响因素的研究[J]. *企业导报*, 2015, 3: 196.
Fu AP. Research of influencing factors of the content variation of bear bile capsules [J]. *Enterp Guid*, 2015, 3: 196.

(责任编辑: 于梦娇)

作者简介



关日晴, 主任药师, 主要研究方向为食品、保健食品和药品检测与方法标准研究。
E-mail: guanriqing@gdda.gov.cn