

团 体 标 准

T/ACCEM XXXX—2024

天然薄荷脑生产技术规范

Technical specifications for producing of natural menthol

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

2024 - XX - XX 发布

2024 - XX - XX 实施

中国商业企业管理协会 发 布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 基本要求 1

5 工艺流程 2

6 关键过程控制 2

7 产品要求 4

附录 A（规范性） 天然薄荷脑生产工艺流程 5

前 言

本文件按照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》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由南通仟仟惠家化有限公司提出。

本文件由中国商业企业管理协会归口。

本文件起草单位：南通仟仟惠家化有限公司、南通阿克米日用品有限公司、南通天岚化妆品有限公司。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX。

天然薄荷脑生产技术规范

1 范围

本文件规定了天然薄荷脑生产的基本要求、工艺流程、关键过程控制、产品包装、运输和贮存。
本文件适用于天然薄荷脑的生产过程的控制和检查。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB 1886.199 食品安全国家标准 食品添加剂 天然薄荷脑
GB 29924 食品安全国家标准 食品添加剂标识通则
GB 31647 食品安全国家标准 食品添加剂生产通用卫生规范
《药品生产质量管理规范》

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 基本要求

4.1 设施设备

- 4.1.1 天然薄荷脑生产设施和设备的性能(包括可靠性、耐久性、稳定性、节能性等)参数及功能应满足生产质量控制与管理要求。与原料直接接触面的材质不应影响天然薄荷脑的质量特性。
- 4.1.2 应定期校验保温、冷藏和冷冻设施设备，以及计量器具和仪器仪表。
- 4.1.3 生产设施与设备应定期进行保养维护。
- 4.1.4 应建立设施和设备运行失效时的应急预案、临时性维修以及开机调试管理程序，并及时有效处理相关状况，保证其稳定性。
- 4.1.5 记录并保存以下设施和设备信息：
 - a) 设施和设备清单；
 - b) 设施和设备性能信息；
 - c) 设施和设备更新情况；
 - d) 设施和设备的保养维护信息；
 - e) 其他应记录的信息。

4.2 生产卫生

4.2.1 一般规定

天然薄荷脑的生产卫生要求应符合 GB 31647 的规定。

4.2.2 洁净区

天然薄荷脑的生产洁净区应符合《药品生产质量管理规范》中 D 级洁净区的要求。洁净区空间应定期消毒，各消毒剂定期交替轮换使用。

5 工艺流程

天然薄荷脑的生产工艺流程见图 A.1。

6 关键过程控制

6.1 生产准备

6.1.1 应按生产计划申领薄荷原油，领用前应确认并记录原料的批次和进货日期。

6.1.2 生产前应检查所有设施设备，应运作正常。

6.1.3 将薄荷原油置于静置罐内，保持温度 40℃~60℃，静置时间为 (24 ± 1) h，静置完成后分离底部的水分和杂质。

6.2 冻析

6.2.1 一次冻析

6.2.1.1 将静置后的薄荷原油与之前冷却结晶后产生的冰油混合后输入冻析器，进油量在冻析器上层排管以上 10 cm 处。

6.2.1.2 冻析器进油完成后，开启冷媒泵，给冻析器降温。当冻析器管壁周围出现絮状时应控制冷媒的降温速度为 $(0.5\sim0.8)$ ℃/h，保持 3 h~4 h，然后继续以 $(1.0\sim1.5)$ ℃/h 速度降温。

6.2.1.3 待油温降至 -5℃ 以下时，根据结晶情况，停止降温，打开沥油阀门，沥出二次油，贮存备用。

6.2.1.4 冻析时，应每小时记录一次油温和冷媒温度。

6.2.2 二次冻析

6.2.2.1 将二次油输入冻析器，进油量在冻析器上层排管以上 10 cm 处。

6.2.2.2 冻析器进油完成后，开启冷媒泵，给冻析器降温。当冻析器管壁周围出现絮状时应控制冷媒的降温速度为 $(0.5\sim0.8)$ ℃/h，保持 3 h~4 h，然后继续以 $(1.0\sim1.5)$ ℃/h 速度降温。

6.2.2.3 待油温度降到 -32℃ 以下时，根据结晶情况，停止降温，打开沥油阀门，沥出毛素油，对沥出的毛素油分段取样、分析检验合格后，将毛素油贮存。

6.2.2.4 沥油结束后，关闭冻析器冷媒进出口阀门，仅开启热盐水进口阀门，开启热盐水循环泵，热盐水温度控制在 80℃ 以下，冻析器内油温温度控制在 50℃~60℃，使初脑油和二初脑油全部熔融后，用泵打入脱水罐进行脱水或打入储罐贮存。

6.2.3 质量控制

应符合如下要求：

- a) 一次冻析油温控制在 -3℃~-10℃；
- b) 二次冻析油温控制在 -32℃~-36℃；
- c) 综合毛素油 L-薄荷脑含量 $\leq 31\%$ 。

6.3 真空脱水

- 6.3.1 将初脑油及二初脑油置于脱水罐内，进油量不超过脱水罐容积的四分之三。
- 6.3.2 使罐内温度缓慢上升至 $(90\pm 2)^{\circ}\text{C}$ ，控制真空度在 $-0.08\text{ Mpa}\sim -0.085\text{ Mpa}$ ，保持30 min。
- 6.3.3 脱水结束后，恢复脱水罐内的正常气压，静置15 min，将脱水罐中的水分与油分分离。

6.4 过滤

- 6.4.1 过滤内容物包括：
 - a) 初脑油；
 - b) 二初脑油；
 - c) 上一批物料烘脑过程中沥出的烘脑油；
 - d) 上一批物料晾脑过程中分离出的脑头、脑脚和脑块经加热熔化形成的熔化混合油。
- 6.4.2 过滤时，油温应维持在 $(60\pm 2)^{\circ}\text{C}$ ，压力小于0.4 Mpa。

6.5 配料

- 6.5.1 按配料比例进行配料，配料锅油温控制在 $(60\pm 2)^{\circ}\text{C}$ ，搅拌时间为0.5 h~1 h。
- 6.5.2 配好的物料油应油质清晰、不浑浊、无沉淀、无杂物。

6.6 结晶

- 6.6.1 将配好的物料油置于结晶桶中，用 $-3^{\circ}\text{C}\sim -8^{\circ}\text{C}$ 的盐水进行降温，盐水流量由小增大，结晶时间为14 d。
- 6.6.2 结晶完成后，将结晶桶中的冰油分离，储存备用，结晶桶中留下的结晶为湿脑。

6.7 烘脑

- 6.7.1 将装有湿脑的结晶桶置于烘房中，调节烘房温度缓慢升至 $28^{\circ}\text{C}\sim 30^{\circ}\text{C}$ 后开始烘脑。
- 6.7.2 控制烘房及结晶桶内的温度，烘房温度不高于 44°C ，结晶桶内温度不高于 40.5°C ，并收集烘脑过程中沥出的烘脑油。
- 6.7.3 烘脑过程共五个阶段40 h，每阶段8 h：
 - a) 第一阶段沥出的油与冰油合并；
 - b) 第二阶段起沥出油与烘脑油合并；
 - c) 第二阶段起烘房内温度不低于 38°C 。

6.8 晾脑

- 6.8.1 将薄荷脑从结晶桶中倒出置于晾脑台上，进行加工处理。
- 6.8.2 处理后将薄荷脑放入晾晒区域进行晾晒，并满足如下要求：
 - a) 摊晾厚度不超过2 cm；
 - b) 环境温度 $18^{\circ}\text{C}\sim 26^{\circ}\text{C}$ ；
 - c) 环境湿度45%~65%；
 - d) 晾脑时间20 h~26 h。

6.9 包装

- 6.9.1 应按订货要求进行包装，包装净含量偏差为 $\pm 1\%$ 。
- 6.9.2 包装容器外应标明如下内容：
 - a) 产品名称；
 - b) 净含量；

- c) 贮存要求及有效期；
- d) 生产批号；
- e) 生产日期。

6.10 入库检验

随机抽取 2 个最小包装单位进行入库检验，应符合表 1 的规定。

表 1 入库检验

检验项目	指标	检测方法
外观	色泽均一，无异物	目测
性状	淡黄色至黄色液体，有薄荷的特殊香气	目测、鼻嗅

6.11 过程检查

6.11.1 应对关键过程的操作情况进行检查，检查频率见表 2。

表 2 关键过程检查频率

项目		频率
工序	监控内容	1 次/每批
备料	核对物料状态、质量	
原油烘房	烘房温度、保温温度、静置时间	
冻析	一次冻析时间、温度，二次冻析时间、温度	
脱水	温度、真空度、时间	
配料	温度、含量	
过滤	温度、压力	
结晶	温度、时间	
烘脑	烘房温度、烘脑时间	
晾脑	时间	
包装	净含量、批号、标签内容	随时抽检

6.11.2 检查过程中发现的异常情况，应及时记录并汇报。

7 产品要求

- 7.1 产品的质量应符合 GB 1886.199 的规定。
- 7.2 产品的标识应符合 GB 29924 的相关规定。
- 7.3 产品应贮存在阴凉、干燥、通风的仓库内，避免杂气污染，远离火源。
- 7.4 在符合规定的贮存条件、包装完整、未经启封的情况下，保质期应不少于 12 个月。

附录 A
(规范性)
天然薄荷脑生产工艺流程

A.1 天然薄荷脑生产工艺流程见图 A.1。

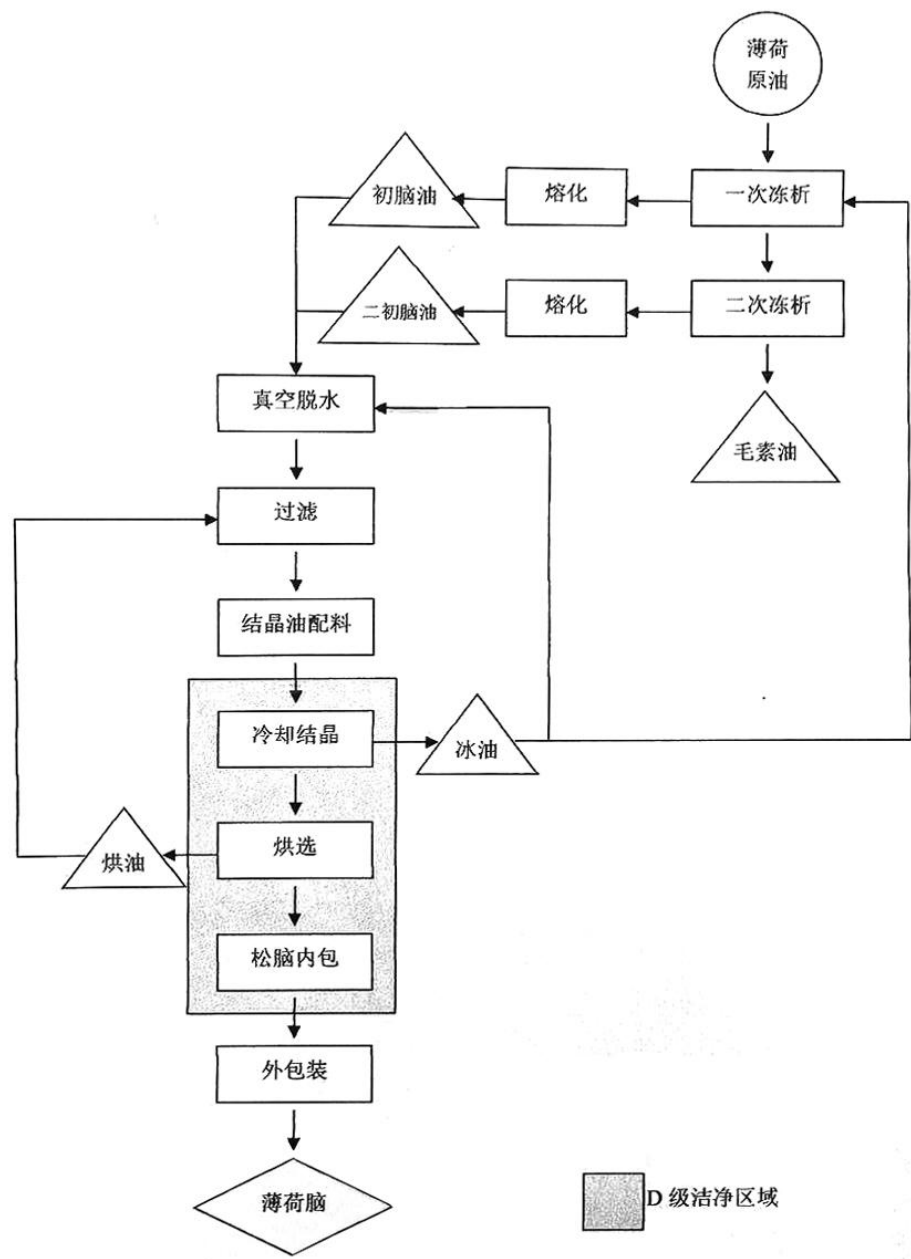


图 A.1 天然薄荷脑生产工艺流程图