

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20220270

金膳坊牌雨生红球藻葡萄籽维生素E软胶囊

【原料】 雨生红球藻提取物、葡萄籽提取物、维生素E（d1- α -生育酚）

【辅料】 明胶、纯化水、红花籽油、甘油、蜂蜡、可可壳色、二氧化钛

【生产工艺】 本品经混合、均质、压丸、干燥、包装等主要工艺加工制成。

【直接接触产品包装材料种类、名称及标准】 口服固体药用高密度聚乙烯瓶应符合YBB00122002的规定。

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	囊皮呈浅灰色，内容物呈暗红色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	软胶囊，表面光洁，无粘连、变形、漏囊等现象；内容物为混悬液
杂质	无正常视力可见外来异物

【鉴别】 无

【理化指标】 应符合表2的规定。

表2 理化指标

项 目	指 标	检测方法
灰分，%	≤ 3.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤ 60	《中华人民共和国药典》
酸价，mgKOH/g	≤ 3.0	GB 5009.229
过氧化值，g/100g	≤ 0.25	GB 5009.227
铅（以Pb计），mg/kg	≤ 1.5	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	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19

【微生物指标】应符合表3的规定。

表3 微生物指标

项 目	指 标	检测方法
菌落总数, CFU/g	≤1000	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/g	≤0.43	GB 4789.3 “MPN计数法”
霉菌和酵母, MPN/g	≤50	GB 4789.15
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10

【标志性成分含量测定】应符合表4的规定。

表4 标志性成分含量测定

项 目	指 标	检测方法
虾青素, g/100g	≥0.8	1 虾青素的测定
维生素E (d1-α-生育酚), g/100g	7.9~17.7	《中华人民共和国药典》中“维生素E软胶囊”项下“含量测定”规定的方法
原花青素, g/100g	≥15	2 原花青素的测定

1 虾青素的测定

1.1 适用范围：本方法适用于油脂类保健食品中虾青素含量的方法。本方法的检出限为0.07mg/L。

1.2 试剂

1.2.1 乙腈：色谱纯。

1.2.2 提取剂（0.5g/L）：取2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚（BHT，分析纯）0.25g溶解于500mL乙腈中。

1.2.3 虾青素标准溶液（400mg/L）：称取虾青素标准品（纯度98%）0.0100g于25mL棕色容量瓶，用乙腈溶解后定容，置于-18℃避光保存（可使用3d）。使用时用乙腈稀释配成所需质量浓度（现用现配）。

1.2.4 正己烷：色谱纯。

1.2.5 三氯甲烷：色谱纯。

1.2.6 无水硫酸钠：分析纯，650℃灼烧4h，贮于干燥器内冷却后备用。

1.3 仪器

1.3.1 Waters 2695高效液相色谱仪，配Waters-2996二极管阵列检测器。

1.3.2 BS323分析天平。

1.3.3 超声波提取器。

1.3.4 离心机。

1.4 色谱条件

1.4.1 色谱柱：Dikma C18色谱柱（4.6mm×250mm，5μm）。

1.4.2 柱温：35℃。

1.4.3 流动相：A为乙腈，B为水，梯度洗脱程序：0min，A为95%；10min，A为100%；12min，A为95%。

1.4.4 进样量：10μL。

1.4.5 检测波长479nm。

1.5 测定步骤

1.5.1 样品处理：称取试样约2g于50mL离心管中，加入提取剂0.5g/L BHT乙腈溶液30mL和无水硫酸钠10g，涡旋混合1min，在35℃以下水浴超声提取10min，以3000r/min转速离心5min，上清液移入预置有20mL正己烷的125mL分液漏斗中，振摇3min，静置分层，收集下层乙腈相，正己烷相留在分液漏斗中待试样后续脱脂使用。按上述步骤对离心管中的残留物用提取剂0.5g/L BHT乙腈溶液20mL重复提取两次，所得提取液用上述正己烷相依次脱脂，合并三次脱脂后所收集的乙腈相，于40℃以下旋转蒸发浓缩至经干，用乙腈溶解并定容至5mL，经0.22μm滤膜过滤后，在色谱条件下进行测定（操作过程应避免强光且连续进行）。

1.5.2 样品测定和标准曲线的绘制：准确吸取样品溶液和标准溶液各10μL，注入高效液相色谱仪。在上述仪器条件下分析。以虾青素标准溶液的质量浓度为横坐标，相应的峰面积为纵坐标绘制标准曲线，虾青素的质量浓度在30.0~300mg/L范围内与其峰面积呈线性关系，线性回归方程为 $y=9600x-16400$ ，相关系数为0.9999。

1.6 结果计算

$$X = \frac{C \times V}{m \times 10000}$$

式中：

X—试样中虾青素的含量，mg/g；

C—试样溶液的浓度，mg/mL；

V—试样溶液的总体积，mL；

m—样品的质量，g。

2 原花青素的测定

2.1 仪器

2.1.1 分光光度计。

2.1.2 恒温水浴锅。

2.2 试剂

2.2.1 原花青素（化学对照品）、无水乙醇（分析纯）、正丁醇（分析纯）、浓盐酸（分析纯）、硫酸高铁铵（分析纯）、无离子水。

2.2.2 20%硫酸高铁铵：称10g $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 用2mol/L的盐酸溶解定容至50mL。

2.2.3 反应混合液：取正丁醇、浓盐酸、20% $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$ 溶液按（85:：5: 0.4，体积分数）比例混合均匀，备用。

2.2.4 标准溶液配置：精确称取经干燥的原花青素化学对照品52mg（精确称取至0.0001g），用无水乙醇溶解，并准确定容至100mL，制得浓度为大约为0.52mg/L的标准溶液。再用无水乙醇稀释配制成浓度为0、26.00、52.00、104.0、208.0、312.0、416.0μg/mL的标准系列使用液。

2.2.5 工作曲线的绘制：分别移取上述不同浓度标准使用液1.00mL于10mL刻度试管中，加入9mL反应混合液，置于沸水浴中加热，待水浴温度恢复至（99±1℃）时开始计时，并塞紧塞子（勿摇匀），准确加热40min后，立即取出用冰水快速冷却至室温，以正丁醇定容至刻度线，塞紧后充分摇匀，在550nm处以空白管调零扣除背景，测定吸光值 OD_{550} ，并以最小二乘法绘制原花青素浓度（μg）吸光值 OD_{550} 曲线

2.3 测定步骤

2.3.1 待测样品液的制备：对于软胶囊取整颗粒称重后再用小刀制破，用超声波以乙醇多次提取定容至100mL（ V_2 ），摇匀，即得到样品储备液。再移取5~1mL储备液定容至50mL，摇匀得到待测样品液。

2.3.2 样品测定：移取1.00mL（ V_1 ）待测液依照2.2.5同样操作，测定样品测定液 OD_{550} ，查标准曲线，并计算原花青素的含量。

2.4 结果计算

$$X = \frac{C \times V_2 \times n}{1000 \times m \times V_1 \times (1-W)}$$

式中：

X—样品中原花青素的含量，g/100g；

C—查工作曲线样品液 OD_{550} 对应的原花青素的质量，μg；

V_1 —待测样品液的取样体积，mL；

V_2 —样品溶液的体积，mL；

M—样品称取的质量，g；

W—样品的含水量，%；

N—样品溶液稀释倍数。
结果保留3位有效数字

【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“胶囊剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 雨生红球藻提取物

项 目	指 标
来源	绿藻门、团藻目、红球藻属，雨生红球藻 (<i>Haematococcus pluvialis</i>)
制法	经BBM培养基培养30d (pH7~9, 37℃)、分离(沉淀和离心)、浓缩(水分控制在75%)、细胞破壁(碾磨)、巴氏杀菌(80℃, 2min)、喷雾干燥(进口温度180~200℃, 出口温度75~95℃)、超临界CO ₂ 萃取(50~70MPa; 40~80℃; 循环气速3.5kg/h, 80min)、低温低压分离CO ₂ (5~20MPa, 15~30℃)、调配(红花籽油)、包装、检验、入库等主要工艺制成
提取率(雨生红球藻类油脂), %	25
感官要求	暗红色油状
虾青素, %	≥5
铅(以Pb计), mg/kg	≤0.1
总砷(以As计), mg/kg	≤1.0
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.025
镉(以Cd计), mg/kg	≤0.025
六六六, mg/kg	≤0.1
滴滴涕, 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
致病菌(指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌和溶血性链球菌)	不得检出

2. 葡萄籽提取物

项 目	指 标
来源	葡萄科植物葡萄 <i>Vitis vinifera</i> L. 干燥成熟种子
制法	经粗粉碎、提取(10倍量70%乙醇回流提取2h)、过滤、浓缩、静置、层析(上清液上聚酰胺柱, 分别用水和70%乙醇洗脱(流速30~40L/h), 收集70%的乙醇洗脱液)、真空浓缩、喷雾干燥(进风口温度160~170℃, 出风口温度80~95℃)、粉碎、过筛、包装等主要工艺制成
得率, %	10
感官要求	棕红色精细粉末
目数	80
原花青素, %	≥95.0
干燥失重, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
重金属, ppm	≤10
六六六, mg/kg	≤0.1
滴滴涕, mg/kg	≤0.1
菌落总数, CFU/g	≤1000
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
大肠菌群, MPN/100g	≤40

致病菌（指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌和溶血性链球菌）

不得检出

3. 维生素E（d1- α -生育酚）：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 4. 明胶：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 5. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 6. 红花籽油：应符合GB/T 22465《红花籽油》的规定。
 7. 甘油：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 8. 蜂蜡：应符合GB 1886.87《食品安全国家标准 食品添加剂 蜂蜡》的规定。
 9. 可可壳色：应符合GB 1886.30《食品安全国家标准 食品添加剂 可可壳色》的规定。
 10. 二氧化钛：应符合GB 25577《食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化钛》的规定。
-