

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20220339

千林[®]维生素E绿茶胶囊

【原料】 绿茶提取物、维生素E粉（d- α -醋酸生育酚、二氧化硅、玉米淀粉、聚丙烯酸树脂II）

【辅料】 微晶纤维素、二氧化硅、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经混合、装囊、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】 高密度聚乙烯瓶应符合GB 4806.7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	内容物呈棕黄色至棕色
滋味、气味	具有本品特有的滋味和气味，无异味
性状	硬胶囊，外观光洁，无破损，无粘结；内容物为粉末状
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
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
水分, %	≤ 9.0	GB 5009.3中“第一法 直接干燥法”
灰分, %	≤ 20	GB 5009.4
咖啡因, %	≤ 8.0	GB/T 5009.197
崩解时限, min	≤ 60	《中华人民共和国药典》

铅(以Pb计), mg/kg	≤2.0	GB 5009.12
总砷(以As计), mg/kg	≤1.0	GB 5009.11

【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	≤30000	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/g	≤0.92	GB 4789.3 “MPN计数法”
霉菌和酵母, CFU/g	≤50	GB 4789.15
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10中“第一法 金黄色葡萄球菌定性检验”
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4

【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
茶多酚, g/100g	≥20.48	GB/T 8313
维生素E (以 α -生育酚计), g/100g	11.2-20	1 维生素E的测定

1 维生素E的测定

1.1 原理: 试样的维生素E经皂化提取处理后, 将其从不可皂化部分提取至有机溶剂中。用高效液相色谱 C_{18} 反相柱将维生素E分离, 经紫外检测器检测, 并用内标法定量测定。

1.2 试剂

除非另有说明, 本方法所用试剂均为分析纯, 水为GB/T 6682规定的一级水。

1.2.1 无水乙醚。

1.2.2 无水乙醇。

1.2.3 无水硫酸钠。

1.2.4 甲醇(色谱纯)。

1.2.5 抗坏血酸溶液(100g/L): 临用前配制。

1.2.6 氢氧化钾溶液(1+1)。

1.2.7 维生素E标准液: α -生育酚(纯度95%), 用脱醛乙醇溶解 α -生育酚标准品, 使其浓度大约为1mL相当于1mg。临用前用紫外分光光度计分别标定 α -生育酚溶液的准确浓度。

1.2.8 内标溶液: 称取苯并[e]芘(纯度98%), 用脱醛乙醇配制成每1mL相当200 μ g苯并[e]芘的内标溶液。

1.2.9 pH1~14试纸。

1.3 仪器与设备

1.3.1 实验室常用仪器。

1.3.2 高效液相色谱仪带紫外分光检测器。

1.3.3 旋转蒸发器。

1.3.4 高速离心机

1.3.5 小离心管: 具塑料盖1.5mL-3.0mL塑料离心管(与高速离心机配套)。

- 1.3.6 高纯氮气。
- 1.3.7 恒温水浴锅。
- 1.3.8 紫外分光光度计。

1.4 分析步骤

1.4.1 试样处理

- 1.4.1.1 取胶囊10颗，将胶囊内容物置于小烧杯中，混合均匀。
- 1.4.1.2 精密称适量混合均匀的内容物于皂化瓶中，先加5mL水使其润湿，加30mL无水乙醇，摇匀。加5mL 10%抗坏血酸，苯并[e]芘标准液(200μg/mL)2mL，摇匀混匀，然后加入10mL氢氧化钾(1+1)，混匀。于沸水浴回流30min使皂化完全。皂化后立即放入冰水中冷却。
- 1.4.1.3 将皂化后的试样移入分液漏斗中，用10mL水分2次洗皂化瓶，洗液并入分液漏斗中。用约100mL乙醚分两次洗皂化瓶及其残渣，乙醚液并入分液漏斗中。振荡器强力振荡10min，静置分层，水层转入另一分液漏斗中，并加入100mL乙醚振荡提取10min，合并乙醚液。
- 1.4.1.4 于分液漏斗中的提取液中加入约50mL水，轻轻振荡，水洗醚层至中性。(用pH试纸检验直至水层不显碱性)
- 1.4.1.5 将提取液经过无水硫酸钠(约5g)滤入与旋蒸仪配套的球形蒸发瓶中，用约100mL乙醚冲洗分液漏斗及无水硫酸钠3次，并入蒸发瓶中，并将其接至旋蒸仪上，与55℃水浴中减压蒸馏并回收醚液，待瓶中剩约2mL醚液时，取下蒸发瓶，立即用氮气吹掉醚液，立即加入20mL无水乙醇，超声，溶解提取物，摇匀供色谱分析。
- 1.4.1.6 将乙醇液移入一小塑料离心管中离心5min(5000r/min)。上清液供色谱分析。如果试样中维生素含量过少，可用氮气将乙醇液吹干后，再用乙醇重新定容。并记下体积比。

1.4.2 标准曲线的制备

- 1.4.2.1 α-生育酚标准浓度的标定：取α-生育酚标准液若干微升，分别稀释至3.00mL乙醇中，并按给定波长测定α-生育酚的吸光值。用比吸光系数计算出α-生育酚的浓度。测定条件如表5所示。

表5

标准	加入标准液的量V/μL	比吸光系数 $E_{cm}^{1\%}$	波长λ/nm
α-生育酚	100.0	71	294

浓度计算按式(1)：

$$C_1 = \frac{A \times 1 \times 3.00}{E \times 100 \times V \times 10^{-3}} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- C_1 —α-生育酚浓度，g/mL；
- A—α-生育酚的平均紫外吸光值；
- V—加入标准液的量，μL；
- E—α-生育酚1%比吸光系数；
- $3.00/(V \times 10^{-3})$ —标准液稀释倍数。

- 1.4.2.2 标准曲线的制备：本标准采用内标法定量。把一定量的α-生育酚及内标苯并[e]芘液混合均匀。选择合适灵敏度，使上述物质的各峰高均为满量程70%，为高浓度点。高浓度的1/2为低浓度点(其内标苯并[e]芘的浓度值不变)，用此种浓度的混合标准进行色谱分析。α-生育酚标准曲线绘制是以α-生育酚面积与内标物峰面积之比为纵坐标，α-生育酚浓度为横坐标绘制，或计算直线回归方程。如有微处理机装置，则按仪器说明用二点内标法进行定量。

1.4.3 高效液相色谱分析

1.4.3.1 色谱条件(参考条件)

- 1.4.3.1.1 预柱：ultrasphere ODS 10μm, 4mm×4.5cm。
- 1.4.3.1.2 分析柱：ultrasphere ODS 5μm, 4.6mm×25cm。
- 1.4.3.1.3 流动相：甲醇+水=98+2。混匀。临用前脱气。
- 1.4.3.1.4 紫外检测器波长：300nm。量程0.02。
- 1.4.3.1.5 进样量：20μL。
- 1.4.3.1.6 流速：1.7mL/min。

- 1.4.4 试样分析：取试样浓缩液20μL，待绘制出色谱图及色谱参数后，再进行定性和定量。

1.4.4.1 定性：用标准物色谱峰的保留时间定性。

1.4.4.2 定量：根据色谱图求出 α -生育酚面积与内标物峰面积的比值，以此值在标准曲线上查到其含量。或用回归方程求出其含量。

1.5 结果计算

见式（2）

$$X = \frac{C \times V \times 100}{m \times 1000000} \dots\dots\dots(2)$$

式中：

X—维生素E（以 α -生育酚计）的含量， g/100g；

C—由标准曲线上查到 α -生育酚含量， $\mu\text{g/mL}$ ；

V—试样浓缩定容体积， mL；

m—试样质量， g。

计算结果表示到三位有效数字。

1.6 精密度：在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对值不得超过算术平均值的10%。

【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. 绿茶提取物

项 目	要 求
来源	绿茶
制法	经提取（10倍量水95-100℃提取3次，每次15min）、浓缩、喷雾干燥（进风温度175℃，出口温度95℃）、包装等工艺制得
提取率，%	约10
感官要求	黄色或棕色粉末，具有本品特有的滋味和气味，无异味
茶多酚，%	≥50.0
水分，%	≤10.0
总灰分，%	≤10.0
咖啡因，%	≤10.0
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
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母菌，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

2. 维生素E粉（d- α -醋酸生育酚、二氧化硅、玉米淀粉、聚丙烯酸树脂II）

项 目	指 标
来源	d- α -醋酸生育酚、二氧化硅、玉米淀粉、聚丙烯酸树脂II
制法	经吸附（60℃，加入二氧化硅吸附）、微囊化（加入聚丙烯酸树脂II包衣制粒）、干燥（60℃，4h）、包装等工艺制得
感官要求	白色粉末
d- α -生育酚醋酸酯含量，%	≥51.5
比旋度，°	≥+24

干燥失重, %	≤5.0
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
菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母菌, CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

3. 微晶纤维素: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

4. 硬脂酸镁: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

5. 二氧化硅: 应符合GB 25576《食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化硅》的规定。

