

附2

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20210071

巴沙[®]鳕鱼肝油软胶囊**【原料】** 鳕鱼肝油**【辅料】** 明胶、纯化水、甘油、维生素E（d1- α -生育酚醋酸酯）**【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	囊皮呈透明，内容物呈淡黄色
滋味、气味	具有本品特有的滋味、气味，无异味
性状	软胶囊，完整光洁，无粘结；内容物为油状物
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
维生素A, mg/100g	40-80	GB 5009.82
维生素E, mg/100g	313-720	GB 5009.82
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
灰分, %	≤ 2.0	GB 5009.4
铅（以Pb计）, mg/kg	≤ 0.3	GB 5009.12

总砷(以As计), mg/kg	≤0.3	GB 5009.11
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.02	GB 5009.17
镉(以Cd计), mg/kg	≤0.5	GB 5009.15

【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 5009.15
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10
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
维生素D, mg/100g	0.8-2.0	GB 5009.82
二十二碳六烯酸(DHA), g/100g	≥8.0	1 EPA和DHA的测定
二十碳五烯酸(EPA), g/100g	≥6.0	1 EPA和DHA的测定

1 EPA和DHA的测定

1.1 原理：样品经三氯化硼甲醇甲酯化后，用正己烷提取，经DEGS气相色谱柱分离，并附氢火焰离子化检测器测定，用相对保留时间定性，与标准系列的峰高比较定量。

1.2 仪器

1.2.1 气相色谱仪：附氢火焰离子化检测器。

1.2.2 超级恒温水浴：精度(±0.1℃)。

1.2.3 Eppendorf管(EP管)：0.5~1.0mL。

1.3 试剂

所用试剂除注明者外，均为分析纯；水为重蒸馏水。

1.3.1 0.5mol/L氢氧化钠甲醇溶液：称取2.0g氢氧化钠溶于少量无水甲醇中，并稀释定容至100mL。

1.3.2 饱和氯化钠溶液：称取72g氯化钠溶解于200mL蒸馏水中。

1.3.3 三氯化硼甲醇溶液：量取浓度约为47%三氯化硼乙醚溶液30mL，加入75mL无水甲醇中，混匀。

1.3.4 正己烷。

1.3.5 甲醇：优级纯。

1.3.6 EPA和DHA的甲酯标准储备液：采用Sigma公司标准(cis-5,8,11,14,17-Pentaenoic Acid Methyl Ester, Approx.99%, cis-4,7,10,13,16,19-Docosahxaenoic Acid Methyl Ester, Approx.98%)。准确称取0.050gEPA和0.100gDHA用正己烷溶解，并定容于10mL容量瓶，此标准储备液EPA浓度为5.0mg/mL，DHA浓度为10.0mg/mL。

1.3.7 EPA和DHA的甲酯标准使用液：将标准储备液用正己烷稀释成EPA浓度为1.00、2.00、3.00、4.00、5.00mg/mL，DHA浓度为2.00、4.00、6.00、8.00、10.00mg/mL。

1.4 测定步骤

1.4.1 样品处理：准确吸取10~20μL样品于10mL具塞比色管中，加入0.5mol/L氢氧化钠甲醇溶液2mL，充氮气，加塞，于60℃水浴中心(约10min)至小油滴完全消失。加入三氯化硼甲醇溶液2mL，混匀，于6

0℃水浴中放置30min, 取出冷却至室温, 加入饱和氯化钠2mL和正己烷0.5mL, 充分振荡萃取, 静置分层。取上层正己烷液于EP管中, 加少量无水硫酸钠, 充氮气, 于4℃冰箱中保存, 备色谱分析。

1.4.2 色谱参考条件

1.4.2.1 色谱柱: 玻璃柱或不锈钢柱, 内径3mm, 长2m。内充填涂以8% (质量分数) DEGS+1% (质量分数) H₃PO₄固定液的60~80目Chromosorb W. AW. DMCS。

1.4.2.2 气体流速: 载气N₂50mL/min (氮气和空气和氢气之比按各仪器型号不同选择最佳比例)。

1.4.2.3 温度: 进样口210℃, 检测器210℃, 柱温190℃。

1.4.2.4 进样量: 1μL。

1.4.3 标准曲线的绘制: 用微量进样器准确取1μL标准系列各浓度标准使用液注入气相色谱仪, 以测得的不同浓度的EPA和DHA的峰高为纵坐标, 浓度为横坐标, 绘制标准曲线。

1.4.4 样品测定: 准确吸取1μL样品溶液进样, 测得的峰高与标准曲线比较定量。

1.5 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times 100}{m \times V_2 / V_1 \times 1000}$$

式中:

X-样品中EPA、DHA的含量, mg/100g;

m₁-测定用样品液中的质量, μg;

m-样品的质量, g;

V₁-加入正己烷的体积, μL;

V₂-测定时进样的体积, μL。

【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. 鳕鱼肝油

项 目	指 标
来源	鳕鱼肝
制法	经水解(20%NaOH调节pH值8~9、温度80℃)、盐析、离心、脱胶、中和、脱臭、脱色等主要工艺制成
感官要求	淡黄色油状液体
维生素A, iu/g	1710~1890
维生素D, iu/g	570~630
EPA, %	≥8.0
DHA, %	≥10.0
游离脂肪酸, %	≤0.25
过氧化值meq. O ₂ /kg	≤10.0
总砷(以As计), mg/kg	≤0.3
铅(以Pb计), mg/kg	≤0.3
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.02
镉(以Cd计), mg/kg	≤0.01
菌落总数, CFU/g	≤30000
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

2. 明胶: 应符合GB 6783《食品安全国家标准 食品添加剂 明胶》的规定。

3. 纯化水: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

4. 甘油: 应符合GB 29950《食品安全国家标准 食品添加剂 甘油》的规定。

5. 维生素E(d1-α-生育酚醋酸酯): 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

