

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G20210085

美乐家®辅酶Q₁₀维生素E软胶囊

- 【原料】 辅酶Q₁₀、维生素E（D- α -醋酸生育酚）
- 【辅料】 米糠油、明胶、纯化水、蜂蜡、甘油、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】
- 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	囊皮呈白色，内容物呈橙黄色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	软胶囊，外观完整，无破裂、变形；内容物为油状混悬物
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
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
灰分，%	≤2.0	GB 5009.4
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0	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
酸价，mgKOH/g	≤4.0	GB 5009.229
黄曲霉毒素B ₁ ，μg/kg	≤10	GB 5009.22

【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
沙门氏菌	$\leq 0/25g$	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25g$	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
辅酶Q ₁₀ , g/100g	8.2~10	《中华人民共和国药典》中“辅酶Q ₁₀ 软胶囊”项下“含量测定”规定的方法
维生素E(以 α -生育酚计), g/100g	6.3~10.5	1 维生素E的检测

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C₁₈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/T6682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%)。用脱醛乙醇溶解以上维生素E标准品, 使其浓度大约为1mg/L相当于1mg。临用前用紫外分光光度计分别标定维生素E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10 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

1.3.4.1 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)。

1.3.5 高纯氮气。

1.3.6 恒温水浴锅。

1.3.7 紫外分光光度计。

1.4 分析步骤

1.4.1 试样处理: 取软胶囊20粒, 剪开, 挤出内容物于小烧杯中, 再将胶囊皮剖开, 将附于胶皮内壁的

内容物刮下合并于烧杯中。

1.4.1.1 皂化：准确称取1g~10g试样（含维生素E各异构体约为40μg）于皂化瓶中，加30mL无水乙醇，进行搅拌，直到颗粒物分散均匀为止。加5mL10%抗坏血酸，苯并[e]芘标准液2.00mL混匀。10mL氢氧化钾（1+1），混匀。于沸水浴回流30min使皂化完全。皂化后立即放入冷水中冷却。

1.4.1.2 提取：将皂化后的试样移入分液漏斗中，用50mL水分2次~3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。如有残渣，可将此液通过有少许脱脂棉的漏斗滤入分液漏斗。轻轻振摇分液漏斗2min，静置分层，弃去水层。

1.4.1.3 洗涤：用约50mL水洗分液漏斗中的乙醚层，用pH试纸检验直至水层不显碱性（最初水洗轻摇，逐次振摇强度可增加）。

1.4.1.4 浓缩：将乙醚提取液经过无水硫酸钠（约5g）滤入与旋转蒸发器配套的250mL~300mL球形蒸发瓶内，用约100mL乙醚冲洗分液漏斗及无水硫酸钠3次，并入蒸发瓶内，并将其接至旋转蒸发器上，于55℃水浴中减压蒸馏并回收乙醚，待瓶中剩下约2mL乙醚时，取下蒸发瓶，立即用氮气吹掉乙醚。立即加入2.00mL乙醇，充分混合，溶解提取物。

1.4.1.5 将乙醇液移入一小塑料离心管中（1.3.4.1）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 维生素E标准浓度的标定：取维生素E标准液若干微升，分别稀释至3.00mL乙醇中，并按给定波长测定各维生素的吸光值。用比吸光系数计算出该维生素的浓度。测定条件如下表所示。

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

浓度计算按式（1）：

$$C1 = \frac{A}{E} \times \frac{1}{100} \times \frac{3.00}{V \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C1—维生素浓度，g/mL；

A—维生素的平均紫外吸光值；

V—加入标准液的量，μL；

E—某种维生素1%比吸光系数；

3.00/（V×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。维生素标准曲线绘制是以维生素峰面积与内标物峰面积之比为纵坐标，维生素浓度为横坐标绘制，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: 根据色谱图求出某种维生素峰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)。

$$X = \frac{C}{m} \times V \times \frac{100}{1000} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X—维生素的含量, mg/100g;

C—由标准曲线上查到某种维生素含量, $\mu\text{g/mL}$;

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. 辅酶Q₁₀: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 维生素E (D- α -醋酸生育酚): 应符合GB 1886.233《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素E》的规定。

3. 米糠油: 应符合GB/T 19112《米糠油》的规定。

4. 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。

5. 纯化水: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 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。

7. 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。

8. 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。
