

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200355

纽崔莱®辅酶Q₁₀维生素E软胶囊

- 【原料】 辅酶Q₁₀、维生素E（d-α-生育酚、大豆油）
- 【辅料】 米糠油、明胶、甘油、蜂蜡、磷脂、纯化水、迷迭香提取物、焦糖色
- 【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】
聚乙烯塑料瓶应符合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	囊皮呈黑色，内容物呈红色
滋味、气味	内容物具米糠油的特有气味，略带蜂蜜样香气，味微甘
性状	软胶囊，外观整洁，无变形、破裂；内容物为粘稠状液体
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【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，%	≤1.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤45	《中华人民共和国药典》
酸价，mgKOH/g	≤5.0	GB 5009.229
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

【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	≤0.92	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
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
辅酶Q ₁₀ (以内容物计), g/100g	9.66~12.07	1 辅酶Q ₁₀ 和维生素E的测定
维生素E (d-α-生育酚, 以内容物计), g/100g	2.10~4.71	1 辅酶Q ₁₀ 和维生素E的测定

1 辅酶Q₁₀和维生素E的测定

1.1 原理: 根据辅酶Q₁₀和维生素E不溶于水, 易溶于正己烷、苯、乙醇等有机溶剂的特性, 采取正己烷与乙醇混合液提取试样中辅酶Q₁₀和维生素E, 无水乙醇稀释过滤后, 采用高效液相色谱分离, 由紫外检测其检测, 根据保留时间和峰面积进行定量。

1.2 仪器

1.2.1 高效液相色谱仪, 配置紫外检测器或二极管阵列检测器。

1.2.2 液相色谱柱: Nova-PakC₁₈ (150mm×3.9mm, 4μm), 或同类型色谱柱。

1.2.3 分析天平 (感量为0.01mg)。

1.2.4 纯水发生器。

1.2.5 针头式过滤器。

1.2.6 实验室标准玻璃器皿。

1.3 试剂

1.3.1 纯水。

1.3.2 正己烷, 色谱纯。

1.3.3 无水乙醇, 色谱纯。

1.3.4 三氯化铁。

1.3.5 乙腈, 色谱纯。

1.3.6 四氢呋喃, 色谱纯。

1.3.7 辅酶Q₁₀, Sigma或等同对照品。

1.3.8 维生素E (d-α-生育酚), Sigma或等同对照品。

1.3.9 流动相: 乙腈-四氢呋喃-水=55: 40: 5 (体积比), 混合均匀后脱气待用。

1.3.10 萃取液的配制: 正己烷-无水乙醇=5: 2 (体积比), 混合均匀。

1.3.11 0.1%三氯化铁的无水乙醇溶液: 称取三氯化铁0.2g, 加入无水乙醇200mL, 超声溶解后备用。

1.4 对照品溶液的制备

1.4.1 对照品储备液配制: 称取辅酶Q₁₀对照品25.0mg置25mL容量瓶, 加入无水乙醇超声溶解, 定容摇匀, 得辅酶Q₁₀对照品储备液。称取维生素E对照品适量 (使d-α-生育酚为9.0mg) 置25mL容量瓶, 加入无水乙醇超声溶解, 定容摇匀, 得维生素E对照品储备液。(注: 对照品储备液在冰箱中只能保存两周)。

1.4.2 对照品工作液配制: 精密量取以上两个对照品储备液各2mL至10mL容量瓶, 用无水乙醇定容至刻度, 得对照品工作溶液。(注: 对照品工作液准需用现配)。

1.5 供试品溶液配制

1.5.1 取辅酶Q₁₀软胶囊两粒 (内含物约0.414g/Cap), 置于50mL离心管中, 用剪刀破碎胶囊, 加入萃取溶液20mL, 经超声波振荡器中超声处理20min, 取出后放至室温。1.5.2 精密量取5mL溶液 (1.5.1) 置50mL容量瓶, 以萃取溶液定容后摇匀。

1.5.3 取5mL溶液 (1.5.2) 用无水乙醇定容为10mL后, 经0.45μm微孔滤膜过滤, 此为维生素E供试品溶液。

1.5.4 另取5mL溶液 (1.5.2) 至置10mL容量瓶中, 加1mL0.1%三氯化铁的无水乙醇溶液, 然后用无水乙醇定容至刻度, 样品经0.45μm微孔滤膜过滤即得, 此样品为辅酶Q₁₀供试品溶液。

1.6 测定

1.6.1 液相色谱参数

1.6.1.1 流动相: 乙腈-四氢呋喃-水=55: 40: 5 (体积比)。1.6.1.2 波长: 辅酶Q₁₀: 275nm; 维生素E: 300nm。

1.6.1.3 进样量: 10μL。

1.6.1.4 运行时间: 辅酶Q₁₀出峰时间的两倍。

1.6.2 辅酶Q₁₀和维生素E标准曲线的绘制: 将辅酶Q₁₀ (维生素E) 对照品工作液 (1.4.2) 注入液相色谱仪中, 得到峰面积, 峰面积为纵坐标, 以辅酶Q₁₀ (维生素E) 对照品工作液浓度为横坐标绘制辅酶Q₁₀ (维生素E) 标准测定的标准曲线。

1.6.3 供试品的测定: 将维生素E供试品溶液 (1.5.3) 和辅酶Q₁₀供试品溶液 (1.5.4) 分别注入液相色谱仪中, 得到峰面积, 根据标准曲线得到供试品溶液中辅酶Q₁₀和维生素E的浓度。

1.7 计算

1.7.1 对照品工作液浓度的计算

$$C_{\text{std}} = \frac{m \times p}{V \times \text{DF}}$$

式中:

C_{std} —对照品溶液的浓度, mg/mL;

m —称样量, mg;

p —对照品的纯度;

DF —对照品的中间稀释倍数 (如无中间稀释过程, 则为1);

V —对照品溶液的体积, mL。

1.7.2 校正因子的计算

$$\text{RF} = \frac{A_{\text{std}}}{C_{\text{std}}}$$

式中:

A_{std} —对照品溶液峰的吸收面积;

C_{std} —对照品溶液的浓度，mg/mL。 1.7.3 辅酶 Q_{10} （维生素E）的计算

$A \times V \times DF$

$X = \frac{\quad}{\quad}$

$RF \times m \times AFW \times 10$

式中：

X—供试品中辅酶 Q_{10} （维生素E）的含量，g/100g；

A—供试品溶液中辅酶 Q_{10} （维生素E）的峰的吸收面积；

DF—供试品的中间稀释倍数（如无中间稀释过程，则为1）；

V—供试品溶液的体积，mL；

m—供试品粒数，cap，如按照本方法操作，则为2；

AFW—试品胶囊平均装量，g/cap；

10—单位转换系数，将mg/g转换为g/100g。

【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 Q_{10} ：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 维生素E（d- α -生育酚、大豆油）：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 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. 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。
 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. 磷脂：应符合GB 28401《食品安全国家标准 食品添加剂 磷脂》的规定。
 8. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 9. 迷迭香提取物：应符合GB 1886.172《食品安全国家标准 食品添加剂 迷迭香提取物》的规定。
 10. 焦糖色素：应符合GB 1886.64《食品安全国家标准 食品添加剂 焦糖色》的规定。
-