

国家市场监督管理总局  
保健食品产品技术要求

国食健注G20100251

## 红润牌多种维生素牛磺酸锌DHA胶囊

【原料】 DHA微胶囊粉、牛磺酸、维生素C（L-抗坏血酸）、乳酸锌、维生素B<sub>1</sub>（盐酸硫胺素）、维生素B<sub>6</sub>（盐酸吡哆醇）、维生素A（醋酸视黄酯）

【辅料】 无

【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】 药用塑料瓶应符合YBB00122002的规定；塑料防盗瓶盖应符合GB/T 17876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	内容物呈淡黄色
滋味、气味	味淡，具产品应有的滋味和气味，无异味
状态	硬胶囊，内容物为粉末，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
水分，%	≤7.0	GB 5009.3
灰分，%	≤5.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤20	《中华人民共和国药典》
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	≤0.92	GB 4789.3 “MPN计数法”
霉菌, CFU/g	≤25	GB 4789.15
酵母, CFU/g	≤25	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
牛磺酸, g/100g	≥13.10	GB 5009.169
锌(以Zn计), mg/100g	660.75~110 1.25	GB 5009.14
维生素A, mg/100g	33.6~75.6	GB 5009.82
维生素B <sub>1</sub> , mg/100g	55.68~125.2 8	GB/T 5009.197
维生素B <sub>6</sub> , mg/100g	39.52~88.92	GB/T 5009.197
维生素C, mg/100g	3.61~8.12	GB 5009.86
二十二碳六烯酸(DHA), g/100g	≥7.36	1 二十碳五烯酸(EPA)、二十二碳六烯酸(DHA)的测定
二十碳五烯酸(EPA), g/100g	≥1.13	1 二十碳五烯酸(EPA)、二十二碳六烯酸(DHA)的测定

### 1 二十碳五烯酸(EPA)、二十二碳六烯酸(DHA)的测定

本方法适用于以鱼油为主要成分的保健食品中的EPA和DHA的检测

本方法EPA的最低检出量为20μg/mL, DHA的最低检出量为60μg/mL。

1.1 方法提要: 样品经三氯化硼甲醇酯化后, 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

除注明者外, 所有试剂均为分析纯; 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, 加入到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：EPA和DHA标准品采用Sigma公司标准品（cis-5, 8, 11, 14, 17-Pentaenoic Acid Methyl Ester, Approx. , 含量为98%）。准确称取0.050g EPA和0.100g DHA, 用正己烷溶解并定容至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 样品处理：按GB/T 5009.6中规定的方法进行提取, 吸取20 $\mu$ L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 $^{\circ}$ C水浴中（约10min）至小油滴完全消失。加入三氯化硼甲醇溶液2mL, 混匀, 于60 $^{\circ}$ C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, 加入少量无水硫酸钠, 充氮气, 于4 $^{\circ}$ C冰箱中保存, 备色谱分析。

1.5 色谱条件

1.5.1 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）H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>固定液的60~80目Chromosorb W. AW. DWCS。

1.5.2 气流流速：载气N<sub>2</sub>50mL/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）。

1.5.3 温度：进样口210 $^{\circ}$ C, 检测器210 $^{\circ}$ C, 柱温190 $^{\circ}$ C。

1.5.4 进样量：1 $\mu$ L。

1.6 标准曲线的绘制：用微量进样器准确取1 $\mu$ L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。

1.7 样品测定：准确吸取1 $\mu$ L样品溶液进样, 测得的峰高与标准曲线比较定量。

1.8 结果计算

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

式中：

X—样品中二十碳五烯酸（EPA）、二十二碳六烯酸（DHA）的含量, mg/100g;

m<sub>1</sub>—测定用样品液中的质量,  $\mu$ g;

m—样品质量, g;

V<sub>1</sub>—加入正己烷的体积,  $\mu$ L;

V<sub>2</sub>—测定时进样的体积,  $\mu$ L。

**【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. DHA微胶囊粉：应符合SC/T 3505《鱼油微胶囊》的规定, 且DHA含量不得少于10%, EPA含量不得少于1.5%。

2. 牛磺酸：应符合GB 14759《食品安全国家标准 食品添加剂 牛磺酸》的规定。

3. 维生素C（L-抗坏血酸）：应符合GB 14754《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素C（抗坏血酸）》的规定。

4. 乳酸锌：应符合GB 1903.11《食品安全国家标准 食品营养强化剂 乳酸锌》的规定。

5. 维生素B<sub>1</sub>（盐酸硫胺素）：应符合GB 14751《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素B<sub>1</sub>（盐酸硫胺素）》的规定。

6. 维生素B<sub>6</sub>（盐酸吡哆醇）：应符合GB 14753《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素B<sub>6</sub>（盐酸吡哆醇）》的规定。

7. 维生素A（醋酸视黄酯）：应符合GB 14750《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素A》的规定。

8. 明胶空心胶囊：应符合《中华人民共和国药典》的规定。