

国家市场监督管理总局  
保健食品产品技术要求

国食健注G20080210

## 绿脉牌蚕蛹油红花油维生素E软胶囊

【原料】 蚕蛹油、红花油、维生素E( d- $\alpha$ -醋酸生育酚 )

【辅料】 明胶、甘油、纯化水

【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】 口服固体药用聚酯瓶应符合YBB00262002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    | 囊皮呈无色至淡黄色透明，内容物呈黄色，色泽均匀 |
| 滋味、气味 | 具有本品应有的滋味、气味，无异味        |
| 性状    | 软胶囊，完整光洁，内容物为油状液体       |
| 杂质    | 无正常视力可见外来杂质             |

【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, %   | $\leq 5.0$ | GB 5009.4    |
| 崩解时限, min                                     | $\leq 60$  | 《中华人民共和国药典》  |
| 酸价(以脂肪计), mgKOH/g                             | $\leq 3.0$ | GB 5009.229  |
| 过氧化值(以脂肪计), meq/kg                            | $\leq 8.0$ | GB 5009.227  |
| 铅(以Pb计), mg/kg                                | $\leq 2.0$ | GB 5009.12   |
| 总砷(以As计), mg/kg                               | $\leq 1.0$ | GB 5009.11   |
| 总汞(以Hg计), mg/kg                               | $\leq 0.3$ | GB 5009.17   |
| 六六六, mg/kg                                    | $\leq 0.1$ | GB/T 5009.19 |
| 滴滴涕, mg/kg                                    | $\leq 0.1$ | GB/T 5009.19 |
| 黄曲霉毒素B <sub>1</sub> , $\mu\text{g}/\text{kg}$ | $\leq 10$  | 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 |
|-----|-----|
|-----|-----|

| 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         | ≤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                    |
|-----------------------|--------|-------------------------|
| 亚油酸, g/100g           | ≥10.0  | 1 亚油酸、 $\alpha$ -亚麻酸的测定 |
| $\alpha$ -亚麻酸, g/100g | ≥23.0  | 1 亚油酸、 $\alpha$ -亚麻酸的测定 |
| 维生素E, mg/100g         | 50~150 | GB 5009.82              |

1 保健食品中亚油酸、 $\alpha$ -亚麻酸的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版）中“保健食品中 $\alpha$ -亚麻酸、 $\gamma$ -亚麻酸的测定”）

#### 1.1 范围

本方法规定了保健食品中 $\alpha$ -及 $\gamma$ -亚麻酸的测定方法。

本方法适用于油脂保健食品中 $\alpha$ -及 $\gamma$ -亚麻酸含量的测定。

本标准还适用于油脂保健食品中C<sub>16</sub>~C<sub>22</sub>不饱和脂肪酸和角鲨烯含量的测定。

本方法最低检出量： $\gamma$ -亚麻酸为0.050 $\mu$ g、 $\alpha$ -亚麻酸为0.030 $\mu$ g。

本方法最佳线性范围：0~0.50mg/mL。

1.2 原理：将油脂试样（或试样提取的脂肪），经氢氧化钾皂化，在三氟化硼存在下甲醇酯化，然后用气相色谱仪分析，采用外标法定量。

#### 1.3 试剂

所用试剂除注明外均为分析纯

1.3.1 正己烷：沸点68.7℃。

1.3.2 0.5mol/L氢氧化钾甲醇溶液：称取28g KOH溶于1000mL甲醇。

1.3.3 三氟化硼甲醇溶液（1+4）：取40%三氟化硼乙醚溶液1份，加甲醇4份，混匀即可。

1.3.4  $\alpha$ -亚麻酸甲酯>99.0%。

1.3.5  $\gamma$ -亚麻酸甲酯>99.0%。

1.3.6 标准储备液：称0.0250g的 $\alpha$ -亚麻酸甲酯及0.0250g的 $\gamma$ -亚麻酸甲酯标准品，分别用正己烷溶解，并定容于25mL容量瓶中，混匀，浓度分别为1.0mg/mL。

1.3.7 标准使用液：分别取 $\alpha$ -亚麻酸甲酯及 $\gamma$ -亚麻酸甲酯标准储备液各5.0mL，置于10mL的容量瓶中，混匀， $\alpha$ -亚麻酸甲酯和 $\gamma$ -亚麻酸甲酯的含量为0.5mg/mL。

#### 1.4 仪器

1.4.1 气相色谱仪：附氢火焰（FID）检测器。

1.4.2 数据处理机或积分仪。

1.4.3 分析天平：1/10000。

1.4.4 分析天平：1/1000。

1.4.5 加热式磁力搅拌器。

1.4.6 标准磨口烧瓶（50mL）和直形冷凝管。

#### 1.5 分析步骤

##### 1.5.1 试样制备

1.5.1.1 脂肪的提取：按GB/T 5009.6中规定的方法提取。

1.5.1.2 皂化：称取0.100g油脂（或脂肪）和磁力搅拌子一并放入50mL磨口烧瓶中（见图1），加入4mL0.5mol/L氢氧化钾甲醇溶液，上部连接回流冷凝管，并固定于磁力搅拌器上，由冷凝管上口向溶液导入氮气；使反应瓶中始终充满氮气。开启磁力搅拌器，并加热使反应液保持65±5℃，搅拌回流约15min。

1.5.1.3 甲酯化：从冷凝管上部加入4mL三氟化硼甲醇溶液，搅拌（65±5℃），回流约2min，冷至室温，从冷凝管上部加入5mL正己烷继续搅拌5min，移去冷凝管，加入5mL饱和氯化钠水溶液，摇动数分钟，转移至25mL分液漏斗中分离水与有机相，再加3mL正己烷洗水相，分离，弃水相，合并有机相并定容至10mL（浓度低时吹氮浓缩至1.0mL）。供测定用。

### 1.5.2 气相色谱参考条件

1.5.2.1 色谱柱：FFAP（改性聚乙二醇20M，30m×0.25mm i.d. 0.25μm）。

1.5.2.2 柱箱温度：215℃。

1.5.2.3 进样口温度：250℃。

1.5.2.4 检测器温度：260℃。

1.5.2.5 氮气：50mL/min，30:1分流；氢气：45mL/min；空气：500mL/min。

1.5.3 定性分析：在上述仪器条件下，分别取标准使用液和试样测定液1.0μL，注入气相色谱仪，以保留时间来确定α-及γ-亚麻酸甲酯。

1.5.4 定量分析：试样中α或γ-亚麻酸甲酯色谱峰面积或峰高与标准的比较定量。

1.6 分析结果：试样中α或γ-亚麻酸测定结果按（1）式计算

#### 1.6.1 计算

$$\chi(\%) = \frac{A_1/A_2 \times \rho \times v}{m \times 1000} \times 0.952 \times 100\% \quad (1)$$

式中：

$\chi$ —α或γ-亚麻酸含量，%；

$A_1$ —试样中α或γ-亚麻酸甲酯色谱峰面积或峰高；

$A_2$ —标准使用液色谱峰面积或峰高；

$\rho$ —标准使用液浓度，mg/mL；

$v$ —正己烷定容体积，mL；

$m$ —试样质量，g；

0.952—亚麻酸换算系数。

脂肪试样再换算原保健食品试样中γ-亚麻酸和α-亚麻酸的量。

1.6.2 结果表述：计算结果保留三位有效数字。

1.7 技术参数：相对标准偏差<10%，回收率93.0%~101.7%。

#### 1.8 色谱参考图

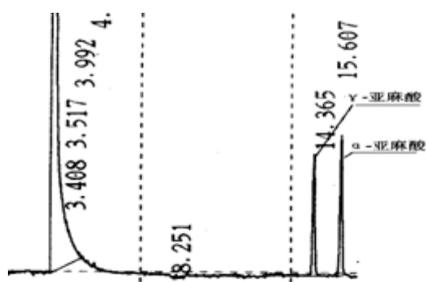


图1 标准色谱图

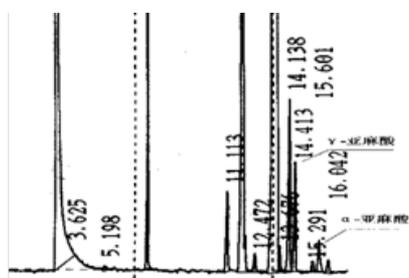


图2 试样色谱图

#### 气相色谱参考条件

色谱柱：FFAP（改性聚乙二醇20M，30m×0.25mm i.d. 0.25μm）。

柱箱温度：215℃。

进样口温度：250℃。

检测器温度：260℃。

氮气：50mL/min，30:1分流；氢气：45mL/min；空气：500mL/min。

#### 【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. 蚕蛹油

| 项 目            | 指 标   |
|----------------|---|
| 来源             | 新鲜蚕蛹  |
| 制法             | 经拣选、漂洗、烘干、破碎、CO <sub>2</sub> 超临界萃取（25MPa，35℃，CO <sub>2</sub> 流量28~32L/h，时间80min）、碱炼（加入5~10%NaOH溶液，碱炼温度30~60℃，水洗3~5次）、脱色、脱臭等工艺制备而成 |
| 感官要求           | 黄色油状液体，具有蚕蛹固有的气味及滋味，无异味   |
| 亚油酸，g/100g     | ≤7.0  |
| α-亚麻酸，g/100g   | ≤36.0   |
| 水分及挥发物，g/100g  | ≤0.1  |
| 酸价，mg KOH /g   | ≤3  |
| 过氧化值，meq/kg    | ≤8.0  |
| 铅（以Pb计），mg/kg  | ≤1.0  |
| 总砷（以As计），mg/kg | ≤0.5  |
| 总汞（以Hg计），mg/kg | ≤0.3  |
| 菌落总数，CFU/g     | ≤1000   |
| 大肠菌群，MPN/g     | ≤0.92   |
| 霉菌及酵母菌，CFU/g   | ≤50   |
| 沙门氏菌           | ≤0/25g  |
| 金黄色葡萄球菌        | ≤0/25g  |

2. 红花油：应符合GB/T 22465《红花籽油》的规定。
  3. 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。
  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. 甘油：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-