

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20080479

无限极牌海豹油软胶囊

【原料】

【辅料】

【生产工艺】 本品经混合、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】

【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，内容物呈淡黄色至黄色
滋味、气味	具海豹油特殊的气味，无酸败味
性状	软胶囊，表面光滑，无破损；内容物为透明油状物
杂质	无肉眼可见的杂质

【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
维生素E，g/100g	0.4~0.9	GB/T 5009.82
灰分，g/100g	≤1	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》（2010年版）二部
酸价，mgKOH/g	≤2.5	GB/T 5009.37

过氧化值, meq/kg	≤15.0	GB/T 5009.37
铅（以Pb计）, mg/kg	≤1.5	GB 5009.12
砷（以As计）, mg/kg	≤1.0	GB/T 5009.11
汞（以Hg计）, mg/kg	≤0.3	GB/T 5009.17
镉（以Cd计）, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.15
胆固醇, mg/100g	≤120	GB/T 22220

【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/100g	≤40	GB/T 4789.3-2003
霉菌, cfu/g	≤25	GB 4789.15
酵母, cfu/g	≤25	GB 4789.15
致病菌（指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌、溶血性链球菌）	不得检出	GB 4789.4、GB 4789.5、GB 4789.10、GB/T 4789.11

【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
二十二碳六烯酸（DHA）, g/100g	≥6.0	1 二十碳五烯酸、二十二碳五烯酸和二十二碳六烯酸的测定
二十碳五烯酸（EPA）, g/100g	≥5.6	1 二十碳五烯酸、二十二碳五烯酸和二十二碳六烯酸的测定
二十二碳五烯酸（DPA）, g/100g	≥3.0	1 二十碳五烯酸、二十二碳五烯酸和二十二碳六烯酸的测定

1 二十碳五烯酸、二十二碳五烯酸和二十二碳六烯酸的测定

1.1 原理：样品用正己烷溶解，经氢氧化钾-甲醇溶液甲酯化后生成脂肪酸甲酯，定容，通过气相色谱氢离子火焰检测器检测，以保留时间定性，外标法定量分析。

1.2 试剂

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯或以上规格，水为GB/T 6682-2008规定的三级水。

1.2.1 氢氧化钾（KOH）：分析纯

1.2.2 正己烷（ $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}_3$ ）：色谱纯

1.2.3 甲醇 (CH_3OH) : 色谱纯

1.2.4 氢氧化钾甲醇溶液 (0.5 mol/L) : 称取2.8g氢氧化钾, 用甲醇溶解并稀释定容至100mL, 混匀。

1.2.5 对照品: EPA (C20:5n3) 甲酯, 纯度 $\geq 98.5\%$; DPA (C22:5n3) 甲酯, 纯度 $\geq 98.0\%$; DHA (C22:6n3) 甲酯, 纯度 $\geq 98.5\%$ 。购自美国SUPELCO公司或Sigma公司。

1.2.6 对照品溶液: 每毫升含EPA (C20:5n3) 甲酯、DPA (C22:5n3) 甲酯、DHA (C22:6n3) 甲酯各10mg。购自美国SUPELCO公司。

1.2.7 EPA (C20:5n3) 甲酯、DPA (C22:5n3) 甲酯、DHA (C22:6n3) 甲酯混合对照品储备溶液: 取约0.1g的EPA (C20:5n3) 甲酯、DPA (C22:5n3) 甲酯和DHA (C22:6n3) 甲酯对照品, 精密称定, 分别置于10mL容量瓶中, 加入适量的正己烷使分散溶解, 并用正己烷稀释至刻度, 摇匀。即得每毫升各约含EPA (C20:5n3) 甲酯、DPA (C22:5n3) 甲酯和DHA (C22:6n3) 甲酯各10mg的混合对照品储备溶液。[或选用每毫升含EPA (C20:5n3) 甲酯、DPA (C22:5n3) 甲酯、DHA (C22:6n3) 甲酯各10mg的对照品溶液作为对照品储备溶液, 此溶液应贮存于 -18°C 冰箱中。]

1.2.8 EPA (C20:5n3) 甲酯、DPA (C22:5n3) 甲酯和DHA (C22:6n3) 甲酯混合对照品工作溶液: 精密吸取混合对照品贮备溶液0.05、0.1、0.2、0.4、1.0、1.6、2.0mL, 分别置于10mL容量瓶中, 加入正己烷溶液使分散, 并以正己烷稀释至刻度, 摇匀, 即得浓度约分别为50、100、200、400、1000、1600、2000 $\mu\text{g/mL}$ 的EPA甲酯、DPA甲酯、DHA甲酯的混合对照品工作溶液。[如采用含EPA (C20:5n3) 甲酯、DPA (C22:5n3) 甲酯、DHA (C22:6n3) 甲酯分别为10mg/mL的对照品溶液, 则各精密吸取对照品溶液各0.05、0.1、0.2、0.4、1.0、1.6、2.0mL, 分别置于10mL容量瓶中, 加入适量正己烷溶液使分散, 并以正己烷稀释至刻度, 摇匀, 即得EPA甲酯、DPA甲酯、DHA甲酯浓度分别为50、100、200、400、1000、1600、2000 $\mu\text{g/mL}$ 的混合对照品工作溶液, 此溶液应贮存于 -18°C 冰箱中。]

1.3 仪器

1.3.1 气相色谱仪 (附氢火焰离子化检测器)

1.3.2 天平: 感量为0.001g和0.0001g

1.3.3 离心机: 转速 $\geq 4000\text{r/min}$

1.3.4 旋转蒸发器

1.3.5 漩涡混合器

1.3.6 恒温水浴锅

1.4 色谱条件

1.4.1 色谱柱: 键合/交联聚乙二醇固定相, (内径为0.32mm, 柱长为30m, 膜厚度为0.5 μm) 或同等性能的色谱柱,

1.4.2 柱温为程序升温, 起始温度为 180°C , 以每分钟 10°C 的速率升温至 220°C , 再以每分钟 8°C 的速率升温至 250°C , 保持13min。

1.4.3 进样口温度: 250°C

1.4.4 检测器温度: 270°C

1.4.5 载气: 氮气 ($\geq 99.99\%$)

1.4.6 分流比: 20:1

1.4.7 载气流速: 1.0mL/min

1.4.8 空气: 450mL/min

1.4.9 氢气: 40mL/min

1.4.10 进样量: 1.0 μL

1.4.11 各成分峰的分离度应大于1.5

1.4.12 理论塔板数: 分别以二十碳五烯酸 (EPA) 甲酯峰、二十二碳五烯酸 (DPA) 甲酯峰、二十二碳六烯酸 (DHA) 甲酯峰计算, 应均不低于50000。

1.5 待甲酯化溶液制备：取样品，混合均匀，精密称定0.3g，置于25mL容量瓶中，加正己烷5mL轻摇使分散溶解，并加入正己烷稀释至刻度，得待甲酯化的溶液，按1.6项甲酯化处理。

1.6 甲酯化处理：吸取待甲酯化的溶液2.0mL，置于10mL具塞刻度试管中，加氢氧化钾甲醇溶液2.0mL，立即移至漩涡混合器上振荡混合5min，静置5min，加蒸馏水6mL，上下振摇0.5min，静置分层后，弃去下层溶液，上层溶液用少量蒸馏水反复洗涤，并用吸管吸去水层，直至洗涤液呈中性（若上层溶液显浑浊，则以4000r/min的转速，离心10min）。上层正己烷溶液作为供试品溶液，供上机测试用。（注：若使用塑料离心管或塑料刻度试管进行试样的甲酯化处理，则须同步进行空白对照试验。）

1.7 测定：分别精密吸取1.0μL的各浓度的混合甲酯标准工作溶液，注入气相色谱仪中，可测得相应的峰面积响应值（pA×S），以浓度为横坐标，相应的峰面积响应值为纵坐标，绘制标准曲线。精密吸取1.0μL供试品溶液同样测定，以保留时间定性，测得峰面积响应值（pA×S），根据标准曲线得到各供试液的组分浓度。

1.8 结果计算

$$X = \frac{C \times V \times 100}{M \times 1000} \times F$$

式中：

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

C—从各脂肪酸甲酯的标准曲线中得出对应的浓度，mg/mL；

V—供试品溶液的定容体积，mL；

M—样品称取量，g；

F—各脂肪酸甲酯转化为脂肪酸的换算系数；

0.9557—EPA甲酯与EPA脂肪酸的转换系数；

0.9592—DPA甲酯与DPA脂肪酸的转换系数；

0.9590—DHA甲酯与DHA脂肪酸的转换系数。

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】

【原辅料质量要求】
