

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20220028

以岭牌葡萄籽油软胶囊

- 【原料】 葡萄籽油
- 【辅料】 明胶、纯化水、甘油
- 【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】 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	囊皮呈淡黄色，内容物呈浅绿色或浅黄绿色（破开后）
滋味、气味	无气味，无异味（破开后）
性状	软胶囊，橄榄形，粒状；内容物为液体
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，%	≤3.0	GB 5009.4
酸价，mgKOH/g	≤3.0	GB 5009.229
过氧化值，mmol/kg	≤9.8	GB 5009.227
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

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
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
油酸, g/100g	≥9.0	1 油酸、亚油酸的测定
亚油酸, g/100g	≥45.0	1 油酸、亚油酸的测定

1 油酸、亚油酸的测定

1.1 原理：脂肪酸的沸点高，高温下不稳定，易裂解，分析中易造成损失。因此，对脂肪酸中成分进行分析时，先将脂肪酸与甲醇反应，制备脂肪酸甲酯，降低沸点，提高稳定性。甲酯化过程：油脂中的甘油酯在氢氧化钠甲醇溶液中皂化，生成脂肪酸盐与三氟化硼甲醇溶液反应生成甲酯。

1.2 试剂

1.2.1 氢氧化钠：分析纯。

1.2.2 无水甲醇：分析纯。

1.2.3 三氟化硼甲醇溶液（质量分数12%-15%）：分析纯。

1.2.4 氯化钠：分析纯。

1.2.5 无水硫酸钠：分析纯。

1.2.6 异辛烷：色谱纯。

1.2.7 纯净水、氢气、氮气等。

1.2.8 油酸甲酯对照品（Sigma公司，含量≥98%，含量测定用）。

1.2.9 亚油酸甲酯对照品（Sigma公司，含量≥98%，含量测定用）。

1.3 仪器

1.3.1 电子天平。

1.3.2 气相色谱仪。

1.4 实验步骤：

1.4.1 气相色谱条件

1.4.1.1 色谱柱：Agilent J&W Scientific DB-WAX石英毛细管柱(30m*0.32mm, 0.25μm)。

1.4.1.2 流速：N₂, 1mL/min。

1.4.1.3 柱温：190℃。

1.4.1.4 进样口温度：250℃。

1.4.1.5 检测器温度：250℃。

1.4.1.6 分流比：1:50。

1.4.1.7 进样量：1μL。

1.4.1.8 检测器空气：氢气=450:45。

1.4.2 油酸甲酯对照品溶液配制：称取油酸甲酯对照品适量，精密称定，用异辛烷配置成浓度2mg/mL的对照品溶液，摇匀备用。

1.4.3 亚油酸甲酯对照品溶液配制：称取亚油酸甲酯对照品适量，精密称定，用异辛烷配置成浓度10mg/mL的对照品溶液，摇匀备用。

1.4.4 样品溶液的配制：取葡萄籽油软胶囊内容物0.4g，精密称定，置50mL烧瓶中，加入氢氧化钠甲醇溶液6mL及沸石，水浴回流10min，每30s缓缓摇动烧瓶，以防止氢氧化钠形成的固态附着在瓶壁上，然后用移液管从冷凝器顶部加入7mL三氟化硼甲醇溶液于沸腾的溶液中，继续回流3min后，从冷凝器顶部加入异辛烷5mL于沸腾的混合溶液中，取下冷凝器，拿出烧瓶，立即加入20mL饱和氯化钠溶液，塞住烧瓶，猛烈振摇15s，转移置100mL分液漏斗中，烧瓶用5mL异辛烷分两次洗涤，合并洗涤液至分液漏斗中，静置分层，弃掉下层水溶液，上层异辛烷溶液置25mL量瓶中，漏斗用5mL异辛烷分两次洗涤，洗涤液合并于25mL量瓶中，用异辛烷定容，加入适量无水硫酸钠吸取溶液中痕量的水，摇匀，过0.22μm微孔滤膜，即得。

1.4.5 样品测定：精密吸取对照品溶液和样品溶液各1μL，注入气相色谱仪，测定峰面积。

1.5 结果计算

$$(\text{亚})\text{油酸含量 (g/100g)} = \frac{A_{\text{样}} \times C_{\text{对}} \times V_{\text{样}} \times M_1}{A_{\text{对}} \times m \times 10 \times M_2}$$

式中：

$A_{\text{样}}$ —样品中（亚）油酸甲酯峰面积；

$A_{\text{对}}$ —（亚）油酸甲酯对照品峰面积；

$C_{\text{对}}$ —（亚）油酸甲酯对照品溶液浓度，mg/mL；

$V_{\text{样}}$ —样品溶液体积，mL；

M_1 —（亚）油酸分子量；

M_2 —（亚）油酸甲酯分子量；

m —样品取样量，g。

计算结果保留小数点后一位。

【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. 葡萄籽油：应符合GB/T 22478《葡萄籽油》的规定。

2. 明胶：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

3. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

4. 甘油：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
