

国家市场监督管理总局  
保健食品产品技术要求

国食健注G20220099

## 总统牌植物甾烷醇酯紫苏籽油软胶囊

【原料】 植物甾烷醇酯、紫苏籽油

【辅料】 明胶、纯化水、甘油、蜂蜡、焦糖色、二氧化钛

【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】 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	囊皮呈棕色，内容物呈乳白色至黄色
滋味、气味	具有产品应有的滋味和气味，无异味
性状	软胶囊，胶囊整洁，无粘结、变形、漏囊等现象，内容物为油状物
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, %	≤6.0	GB 5009.4
酸价, mgKOH/g	≤5.0	GB 5009.229
过氧化值, g/100g	≤0.25	GB 5009.227
植物甾烷醇, g/100g	≥20	1 植物甾烷醇的测定
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 <sub>1</sub> , μg/kg	≤5.0	GB 5009.22
六六六, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19

## 1 植物甾烷醇的测定

1.1 原理：样品在内标物的存在的情况下被氢氧化钾醇皂化，不被皂化的物质用庚烷（或己烷）提取。不被皂化物中含有的植物甾烷醇和植物甾醇以甲硅烷基生物的形式用气相色谱法进行分析。无论是酯化或未酯化的植物甾醇和甾烷醇都可以用此方法进行测定。此方法获得的结果是，总植物甾烷醇和/或植物甾醇或样品中的个体植物甾烷醇或植物甾醇的含量。

### 1.2 试剂

1.2.1 乙醇，Aa，99%。

1.2.2 庚烷（或己烷），HPLC级。

1.2.3 氢氧化钾，2M乙醇（1.2.1）溶液。

1.2.4 内标5β-胆甾-3α-醇（5-β-cholestan-3-α-ol）：精确称量150mg标准品/250mL n-丙醇（1.2.7）或同等浓度。在使用一瓶新的标准品前或有必要时，需测定标准物的纯度：称取约1mg内标粉末于一个自动进样瓶中，加入200μL甲硅烷基化试剂（1.2.6）和100μL吡啶（1.2.8）。在70℃下甲基化反应15分钟，然后用气相色谱分析。内标的纯度是指其GC区域的%纯度。用其纯度校正内标的重量。当一个新的标准溶液配好后，需要证实其中不含杂质或污染物：将500μL标准溶液转移至自动进样瓶，用真空炉或氮吹的方法蒸干。加入200μL甲硅烷基化试剂（1.2.6）和100μL吡啶（1.2.8），在70℃下甲基化反应15分钟，然后由气相色谱分析。如果溶液中含有杂质或污染物，丢弃重配。

1.2.5 去离子水。

1.2.6 甲硅烷基化试剂：含1%三甲基氯硅烷（TMCS）的Bis（三甲基硅烷）-三氟乙酰胺（BSTFA）。

1.2.7 n-丙醇，HPLC级。

1.2.8 吡啶、甲硅烷基化级。

1.2.9 四氢呋喃（THF），HPLC级。

### 1.3 仪器

1.3.1 超声波浴缸。

1.3.2 加热柜/炉。

1.3.3 气相色谱。

1.3.4 真空炉。

1.3.5 分析天平。

### 1.4 步骤

除非另有指示，否则样品要进行重复分析。

1.4.1 皂化：准确称取一定量的融化脂肪或油脂样品，转移到25毫升容量瓶，并溶解在THF（1.2.9）中。超声处理该溶液约15分钟。超声处理后，容量瓶冷却到环境温度（约1小时），再添加溶剂到刻度线。将500μL内标溶液（1.2.4）和500微升充分混合好的样品溶液转移到一个螺口试管中。在中等氮气流中或在真空烘箱中（不超过80℃）蒸干。可选地，在添加样品溶液之前，可将内标溶液（1.2.4）转移到试管中并蒸干。加2.5mL2MKOH溶液（1.2.3）至干样品中，盖紧试管，混匀，超声波浴缸中最低60℃回流1h。加2mL水（1.2.5）和3mL庚烷（或己烷）（1.2.2），涡旋混匀1min，离心分层。将庚烷（或己烷）部分转移至另一个测试管，并再用3mL庚烷（或己烷）重复提取水相。收集庚烷（或己烷）部分至相同的试管，在中等氮气流中蒸干。蒸发过程中，试管可以加热（约70℃）。

1.4.2 甲硅烷基生物物的准备：在含有标品的干样品中加入200μL甲硅烷基化试剂（1.2.6）和100μL吡啶（1.2.8）70℃反应15min进行甲硅烷基化。然后将甲硅烷基化样品转移至自动进样瓶，用气象色谱分析。

1.4.3 甲硅烷基化甾醇的气相色谱分析：

1.4.3.1 温度程序：300℃15min（=恒温）。

1.4.3.2 柱：HP-5（长30m，内径0.32mm，薄膜厚度0.25μm）或同等产品。

1.4.3.3 注射器：分流/不分流，分流比1:50，温度300℃，注射体积1μL。

1.4.3.4 检测器：FID，温度310℃。

1.4.3.5 载气：氮气。

### 1.5 计算

甾醇量（g甾醇/100g样品）计算公式如下：

$$\text{甾醇 (g/100g)} = \frac{A_s \times m_{\text{std}} \times 100}{A_{\text{std}} \times m_s}$$

式中：

$A_s$ —甾醇峰面积；

$A_{\text{std}}$ —内标物峰面积；

$m_s$ —样品量，mg；

$m_{\text{std}}$ —内标物量，mg。

【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
α-亚麻酸, g/100g	≥20.5	GB 28404

【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. 植物甾烷醇酯: 应符合《关于批准塔格糖等6种新食品原料的公告》(2014年第10号)的规定。
  2. 紫苏籽油: 应符合LS/T 3254《紫苏籽油》的规定。
  3. 明胶: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
  4. 纯化水: 应符合《中华人民共和国药典》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. 焦糖色: 应符合GB 1886.64《食品安全国家标准 食品添加剂 焦糖色》规定。
  8. 二氧化钛: 应符合GB 25577《食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化钛》的规定。
-