

附2

国家市场监督管理总局 保健食品产品技术要求

国食健注G20220124

中科汉康牌红曲植物甾醇软胶囊

【原料】 α -亚麻酸、植物甾醇酯、红曲粉

【辅料】 明胶、纯化水、甘油、蜂蜡、可可壳色、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】 口服固体药用高密度聚乙烯瓶应符合YBB00122002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	囊皮呈棕色至深棕色，内容物呈红色至棕红色
滋味、气味	具有本品应有的滋味、气味，无异味
性状	软胶囊，胶囊整洁，无粘结、变形、漏囊现象；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》
酸价, mgKOH/g	≤ 5.0	GB 5009.229
过氧化值, g/100g	≤ 0.25	GB 5009.227
桔青霉素, mg/kg	≤ 0.05	GB 5009.222
黄曲霉毒素B ₁ , $\mu\text{g}/\text{kg}$	≤ 10	GB 5009.22
灰分, %	≤ 8.0	GB 5009.4
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
六六六, mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.2	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	≤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	1 α-亚麻酸的测定

1 α-亚麻酸的测定

1.1 试剂

所用试剂除注明外均为分析纯

1.1.1 正己烷: 沸点68.7℃。

1.1.2 0.5mol/L氢氧化钾甲醇溶液: 称取28g KOH溶于1000mL甲醇。

1.1.3 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。

1.1.4 α-亚麻酸甲酯>99.0%。

1.1.5 标准储备液: 称0.0250g的α-亚麻酸甲酯标准品, 用正己烷溶解, 并定容于25mL容量瓶中, 混匀, 浓度为1.0mg/mL。

1.1.6 标准使用液: 取α-亚麻酸甲酯标准储备液5.0mL置于10mL的容量瓶中, 混匀, α-亚麻酸甲酯的含量为0.5mg/mL。

1.2 仪器与设备

1.2.1 气相色谱仪, 附氢火焰(FID)检测器。

1.2.2 数据处理机, 或积分仪。

1.2.3 分析天平: 1/10000。

1.2.4 分析天平: 1/1000。

1.2.5 加热式磁力搅拌器。

1.2.6 标准磨口烧瓶(50mL)和直形冷凝管。

1.3 分析步骤

1.3.1 试样制备

1.3.1.1 皂化: 称取0.100g~0.500g内容物和磁力搅拌子一并放入50mL磨口烧瓶中, 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中导入氮气; 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。

1.3.1.2 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。

1.3.2 气相色谱参考条件

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

1.3.2.2 柱箱温度：215℃。

1.3.2.3 进样口温度：250℃。

1.3.2.4 检测器温度：260℃。

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

1.3.3 定量分析

试样中α-亚麻酸甲酯色谱峰面积或峰高与标准的比较定量。

1.4 分析结果

试样中α-亚麻酸测定结果按下式计算。

1.4.1 计算

$$X = \frac{A_1/A_2 \times \rho \times V}{M \times 1000} \times 0.952 \times 100\%$$

式中：

X—α-亚麻酸含量，%；

A₁—试样中α-亚麻酸甲酯色谱峰面积或峰高；

A₂—标准使用液色谱峰面积或峰高；

ρ—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。

【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. α-亚麻酸

项 目	指 标
来源	亚麻籽
制法	经压榨（低于60℃）、过滤、脱胶（55~70℃，2~3%NaCl，30~40min）、脱酸（适量NaOH，60~70℃，静置6~8h）、水洗（70℃，8~10%水）、脱色（1%活性炭和活性白土，85~100℃，20~30min）、脱臭（180~250℃，0.6kPa以下，2.5~4h）、脱蜡、包装等主要工艺制成
感官要求	淡黄色至黄色，具有产品固有的滋味和气味，无异味
α-亚麻酸，%	≥50
透明度	澄清、透明
色泽（罗维朋比色槽25.4mm），%	≤黄45 红4.5
水分及挥发物，%	≤0.1
酸价，mgKOH/g	≤1.0
过氧化值，meq/kg	≤6.0
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

2. 植物甾醇酯：应符合下表规定，其余指标应符合《关于批准DHA藻油、棉籽低聚糖等7种物品为新资源食品及其他相关规定的公告》（2010年第3号）的规定。

项 目	指 标
-----	-----

菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

3. 红曲粉: 应符合QB/T 2847《功能性红曲米(粉)》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GB 29950《食品安全国家标准 食品添加剂 甘油》的规定。
 7. 蜂蜡: 应符合GB/T 24314《蜂蜡》的规定。
 8. 可可壳色: 应符合GB 1886.30《食品安全国家标准 食品添加剂 可可壳色》的规定。
 9. 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。
-