

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20050649

忘不了牌钙铁锌牛磺酸鱼油软胶囊

- 【原料】 大豆磷脂、鱼油、葡萄糖酸钙、花生四烯酸、葡萄糖酸亚铁、葡萄糖酸锌、牛磺酸、叶酸
- 【辅料】 明胶、纯化水、大豆油、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】 塑料瓶应符合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	囊皮透明呈淡黄色，内容物呈棕褐色
滋味、气味	味微甜，内容物气淡香、具弱鱼腥味，无异味
性状	软胶囊，完整，无破裂、粘结或变形等现象；内容物为粘稠液体
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
灰分，g/100g	≤5.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
酸价，mgKOH/g	≤4	GB 5009.229
过氧化值，meq/kg	≤12	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

【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
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
二十二碳六烯酸（DHA），g/100g	≥5.48	1 二十二碳六烯酸（DHA）和二十碳四烯酸（ARA）的测定
二十碳四烯酸（ARA），g/100g	≥3.1	1 二十二碳六烯酸（DHA）和二十碳四烯酸（ARA）的测定
磷脂，g/100g	≥5.4	GB 5009.168
牛磺酸，g/100g	≥2.08	2 牛磺酸的测定
叶酸，mg/100g	23.92~53.82	3 叶酸的测定
钙（以Ca计），g/100g	0.43~0.94	GB/T 5009.92 中“第二法 EDTA滴定法”
铁（以Fe计），g/100g	0.22~0.36	GB 5009.90
锌（以Zn计），g/100g	0.23~0.39	GB 5009.14

1 二十二碳六烯酸（DHA）和二十碳四烯酸（ARA）的测定 1.1 试剂

1.1.1 正庚烷：分析纯。

1.1.2 硫代硫酸钠：分析纯。

1.2 仪器

1.2.1 日本岛津气相色谱仪GC-14A。

1.2.2 数据处理机CR-6A。

1.3 仪器及性能要求

1.3.1 色谱柱：10% DEGS/chromosorb w HP 0.32mm×3m。

1.3.2 柱温：190℃。

1.3.3 进样口温度：245℃。

1.3.4 检测器温度：245℃。

1.3.5 载气流速 (N_2)：65mL/min。

1.3.6 氢气 (H_2)：0.5kg/cm₂。

1.3.7 空气：0.5kg/cm₂。

1.3.8 衰减：5。

1.3.9 纸速：2。

1.3.10 进样量1μL。

1.5 样品处理：称取0.1000g样品，加正庚烷2mL溶解摇匀离心，取上清液进样。

1.6 对照品的处理：精密称取DHA-E对照品适量，用正庚烷稀释成1mL约含2mg的溶液摇匀，即得。精密称取ARA对照品适量，用正庚烷稀释成1mL约含2mg的溶液摇匀，即得。

1.7 样品测定：量取1~2μL标准溶液及试样液分别注入色谱仪中，以保留时间定性，以试样峰高或峰面积与标准比较定量。

2 牛磺酸的测定

取本品约0.7g，精密称定，加水25mL，用氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）调节pH值至7.0，然后加入预先调节pH值至9.0的甲醛溶液15mL，摇匀，再用氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）滴定至pH值至9.0，并持续30s，以加入甲醛溶液后消耗的氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）的量（mL）计算，每1mL氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）相当于12.5mg的C₂H₇NO₃S。

3 叶酸的测定

3.1 原理：在食品样品中加入60%高氯酸溶液去蛋白过滤进样，流动相选用含10%乙腈，浓度为50mmol/L的磷酸二氢钾溶液（用50%磷酸调pH为3.5），流速为1mL/min，经ODSC18柱分离（柱温为常温），以0.5%的过二硫酸钾作衍生剂，其流速为0.3mL/min，反应温度为60℃，在荧光检测器中检测定量（EX：365nm，EM：450nm）。

3.2 试剂

3.2.1 乙腈：HPLC级。

3.2.2 磷酸二氢钾：AR级。

3.2.3 磷酸：AR级。

3.2.4 氨水：AR级。

3.2.5 叶酸标准品：纯度97%（购自Sigma公司）。

3.2.6 过二硫酸钾：AR级。

3.2.7 高氯酸：AR级。

3.2.8 0.5%过二硫酸钾溶液：称取过二硫酸钾2.5g，加水溶解并定容至500mL，用0.45μm的滤膜过滤。

3.2.9 50%氨水：吸取氨水50mL，加水稀释至100mL。

3.2.10 60%高氯酸：量取60mL高氯酸，加水溶解并稀释至100mL。

3.2.11 50%磷酸：吸取磷酸50mL，加水稀释至100mL。

3.2.12 50mmol/L的磷酸二氢钾溶液（pH=3.5）：称取磷酸二氢钾6.8g，加水溶解，并用50%磷酸调pH=3.5，然后定容至1000mL，用0.45μm的滤膜过滤。

3.2.13 流动相配制：用50mM磷酸二氢钾溶液与乙腈按适当比例混合（以上溶液配制均用重蒸水）。

3.3 仪器

3.3.1 Inertsil ODS3色谱柱，5μm，4.6×250mm。

3.3.2 HPLC-2475荧光检测器。

3.4 仪器条件

3.4.1 柱前

3.4.1.1 流动相：含乙腈10%的50mmol/L的磷酸二氢钾溶液。

3.4.1.2 流速：1mL/min。

3.4.1.3 柱温：常温。

- 3.4.1.4 激发波长：365nm。
- 3.4.1.5 发射波长：450nm。
- 3.4.2 柱后
- 3.4.2.1 衍生剂：0.5%过二硫酸钾。
- 3.4.2.2 流速：0.3mL/min。
- 3.4.2.3 反应温度：60℃。
- 3.5 标准品的制备
- 3.5.1 标准储备液的制备：称取0.0100g叶酸，用水溶解，加数滴50%的氨水至叶酸完全溶解，然后定容至100mL，浓度为100μg/mL，于冰箱中保存备用，注意避光（叶酸在光照下极不稳定应现用现配）。
- 3.5.2 标准工作液的制备：测定时将标准储备液稀释1000倍，浓度为0.1μg/mL配制好的溶液过0.45μm的滤膜过滤后作进样用。
- 3.6 样品处理：准确称取粉碎混匀样品（内含叶酸5μg以上）于50mL容量瓶中，加水溶解混匀并超声15min，将样品溶液在10000r/min下离心10min，取中间液过0.45μm的滤膜过滤后作进样用。
- 3.7 样品测定：在下述仪器条件下进样品处理液10μL，以相对保留时间定性，峰面积定量7~8min左右出峰。
- 3.8 结果计算
- $$X = (C \times 50 \times 100) / M$$

式中：

X—样品中叶酸含量，μg/100g；

C—从标准曲线上查得的样品处理液中叶酸的浓度，μg/mL；

M—取样量，g。

【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. 大豆磷脂：应符合GB 28401《食品安全国家标准 食品添加剂 磷脂》的规定。
2. 鱼油：应符合SC/T 3503《多烯鱼油制品》的规定。
3. 葡萄糖酸钙：应符合GB 15571《食品安全国家标准 食品添加剂 葡萄糖酸钙》的规定。
4. 花生四烯酸：应符合GB 26401《食品安全国家标准 食品添加剂 花生四烯酸（发酵法）》的规定。
5. 葡萄糖酸亚铁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
6. 葡萄糖酸锌：应符合GB 8820《食品安全国家标准 食品添加剂 葡萄糖酸锌》的规定。
7. 牛磺酸：应符合GB 14759《食品安全国家标准 食品添加剂 牛磺酸》的规定。
8. 叶酸：应符合GB 15570《食品安全国家标准 食品添加剂 叶酸》的规定。
9. 明胶：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
10. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
11. 大豆油：应符合GB/T 1535《大豆油》中一级品的规定。
12. 甘油：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

确认打印

显示0661.cad编辑区

返回上一页修改