

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20060532

亚宝牌卵磷脂鱼油大豆油软胶囊

- 【原料】 卵磷脂、鱼油、大豆油
- 【辅料】 明胶、纯化水、甘油
- 【生产工艺】 本品经配料、装囊、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】 聚对苯二甲酸乙二醇酯塑料瓶应符合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	囊皮呈微黄色至黄色，内容物呈棕黄色
滋味、气味	具特殊滋味和气味，无异味、无异臭
性状	软胶囊，外观应完整光洁，不得有黏结、变形、渗漏或囊壳破裂等现象；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
灰分，%	≤5.0	GB 5009.4
酸值，mg/g	≤5.0	GB/T 5009.37
过氧化值，mmol/kg	≤6.0	GB/T 5009.37
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5	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	≤0.10	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.10	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	≤1000	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/g	≤0.40	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
二十二碳六烯酸（DHA），g/100g	≥16.36	1 二十二碳六烯酸（DHA）、二十碳五烯酸（EPA）的测定
二十碳五烯酸（EPA），g/100g	≥4.30	1 二十二碳六烯酸（DHA）、二十碳五烯酸（EPA）的测定

1 二十二碳六烯酸（DHA）、二十碳五烯酸（EPA）的测定

1.1 原理：样品经三氯化硼甲醇甲酯化后，用正己烷提取，经DEGS气相色谱柱分离，并附氢火焰离子化检测器测定，用相对保留时间定性，与标准系列的峰高比较定量。

1.2 仪器

1.2.1 气相色谱仪：附氢火焰离子化检测器。

1.2.2 超级恒温水浴：精度（±0.1℃）。

1.2.3 Eppendorf管（EP管）：0.5~1.0mL。

1.3 试剂

所用试剂除注明者外，均为分析纯；水为重蒸馏水。

1.3.1 0.5mol/L氢氧化钠甲醇溶液：称取2.0g氢氧化钠溶于少量无水甲醇中，并稀释定容至100mL。

1.3.2 饱和氯化钠溶液：称取72g氯化钠溶解于200mL蒸馏水中。

1.3.3 三氯化硼甲醇溶液：量取浓度约为47%三氯化硼乙醚溶液30mL，加入到75mL无水甲醇中，混匀。

1.3.4 正己烷。

1.3.5 甲醇：优级纯。

1.3.6 EPA和DHA的甲酯标准储备液：采用Sigma公司标准品（cis-5, 8, 11, 14, 17-Pentaenoic Acid Methyl Ester, Approx. 99% .cis-4, 7, 10, 13, 16, 19-Docosahxaenoic Acid Methyl Ester, Approx. 98%）。准确称取0.050g EPA和0.100g DHA用正己烷溶解，并定容于10mL容量瓶，此标准储备液EPA浓度为5.0mg/mL，DHA浓度为10.0 mg/mL。

1.3.7 EPA和DHA的甲酯标准使用液：将标准储备液用正己烷稀释成EPA浓度为1.00、2.00、3.00、4.00、5.00mg/mL，DHA浓度为2.00、4.00、6.00、8.00、10.00mg/mL。

1.4 样品处理：准确吸取10~20μL本品于10mL具塞比色管中，加入0.5mol/L氢氧化钠甲醇溶液2mL，充氮气，加塞，于60℃水浴中（约10min）至小油滴完全消失。加入三氯化硼甲醇溶液2mL，混匀，于60℃水浴中放置30min，取出冷却至室温，加入饱和氯化钠2mL和正己烷0.5mL，充分振荡萃取，静置分层。取上层正己烷液于EP管中，加少量无水硫酸钠，充氮气，于4℃冰箱中保存，备色谱分析。

- 1.5 色谱条件
- 1.5.1 色谱柱：玻璃柱或不锈钢柱，内径3mm，长2m。内充填涂以8%（质量分数）DEGS+1%（质量分数）H₃PO₄固定液的60~80目ChromosorbW. AW. DWCS。
- 1.5.2 气体流速：载气N₂ 50mL/min（氮气、空气和氢气之比按各仪器型号不同选择最佳比例）。
- 1.5.3 温度：进样口210℃，检测器210℃，柱温190℃。
- 1.5.4 进样量：1μL。
- 1.6 标准曲线的绘制：用微量进样器准确取1μL标准系列各浓度标准使用液注入气相色谱仪，以测得的不同浓度的EPA和DHA的峰高为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。
- 1.7 样品测定：准确吸取1μL样品溶液进样，测得的峰高与标准曲线比较定量。
- 1.8 结果计算

$$X = \frac{m_1}{m \times V_2 / V_1 \times 100}$$

式中：

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

m₁—测定用样品液中的质量，μg；

m—样品质量，g；

V₁—加入正己烷的体积，μL；

V₂—测定时进样的体积，μL。

【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. 卵磷脂

项 目	指 标
来源	蛋黄
制法	经二氧化碳进行超临界萃取（25~35MPa，45~60℃，2~5h）、超滤、真空干燥（0.07MPa，不超过60℃）、抽提分离、真空干燥（0.07MPa，不超过60℃）等主要工艺制成。
感官要求	浅黄色至棕褐色
干燥失重，%	≤5.0
炽灼残渣，%	≤10.0
丙酮不溶物，%	≥80
乙醇可溶物，%	≥95.0
酸值，mg/g	≤20.0
碘值，g/100g	≥40
氮（N），%	1.2~2.0
磷（P），%	≥2.60
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.0
总砷（以As计），mg/kg	≤0.1
总汞（以Hg计），mg/kg	≤1.0
菌落总数，CFU/mL	≤1000
大肠菌群，MPN/mL	≤0.40
霉菌和酵母，CFU/mL	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

2. 鱼油

项 目	指 标

来源	沙丁鱼、凤尾鱼、三文鱼、金枪鱼等海鱼
制法	经酯交换（乙醇，100℃，8 h）、分子蒸馏提纯（100～150℃）、脱脂、酯交换（乙醇）、分子蒸馏提纯（100～150℃）、冷冻（活性炭）、分子蒸馏提纯（100～150℃）、精制（活性炭）、充氮灌装、包装等主要工艺制成。
感官要求	浅黄色或橙红色，澄清透明，无沉淀物，稍有鱼油特有的腥味，无鱼油酸败味
水分及挥发物，%	≤0.1
二十二碳六烯酸（DHA），%	≥45
二十碳五烯酸（EPA），%	≥11
酸值，mg/g	≤1.0
过氧化值，mmol/kg	≤5
不皂化物，%	≤1.0
碘值，g/100g	≥120
菌落总数，CFU/mL	≤1000
大肠菌群，MPN/mL	≤0.40
霉菌和酵母，CFU/mL	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25mL
沙门氏菌	≤0/25mL

3. 大豆油、明胶、纯化水、甘油：应符合《中华人民共和国药典》的规定。