

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20220222

汤臣倍健®羊胎盘大豆提取物月见草油软胶囊

- 【原料】 月见草油、羊胎盘冻干粉（经辐照）、大豆提取物
- 【辅料】 明胶、纯化水、甘油、白蜂蜡、维生素E（d-α-醋酸生育酚）、焦糖色、二氧化钛、栀子黄
- 【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】 包装瓶应符合YBB00122002的规定，干燥剂应符合YBB00122005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	囊皮呈黄色至棕黄色，内容物呈黄色至棕褐色
滋味、气味	具有本品特有的滋味及气味，无异味
性状	软胶囊，表面应整洁，不得有粘连、变形或破裂现象；内容物为油状液体
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
维生素E, mg/100g	440-990	GB 5009.82
灰分, %	≤3.0	GB 5009.4
酸价, mgKOH/g	≤8.0	GB 5009.229
过氧化值, g/100g	≤0.25	GB 5009.227
崩解时限, min	≤60	《中华人民共和国药典》
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
栀子苷, g/kg	≤0.5	GB 7912

【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
蛋白质, g/100g	≥12.0	GB 5009.5
大豆异黄酮, mg/100g	≥316	GB/T 23788
大豆苷, mg/100g	≥240	GB/T 23788
大豆苷元, mg/100g	≥4.0	GB/T 23788
染料木素, mg/100g	≥0.4	GB/T 23788
染料木苷, mg/100g	≥72.4	GB/T 23788
γ-亚麻酸, g/100g	≥4.8	1 γ-亚麻酸的测定

1 γ-亚麻酸的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版）中保健食品中 α-亚麻酸、γ-亚麻酸的测定）

1.1 范围

本方法规定了保健食品中α-及γ-亚麻酸的测定方法。

本方法适用于油脂保健食品中α-及γ-亚麻酸含量的测定。

本标准还适用于油脂保健食品中C₁₆~C₂₂不饱和脂肪酸和角鲨烯含量的测定。

本方法最低检出量：γ-亚麻酸为0.050μg、α-亚麻酸为0.030μg。

本方法最佳线性范围：0~0.50mg/mL。

1.2 原理：将油脂试样（或试样提取的脂肪），经氢氧化钾皂化，在三氟化硼存在下甲醇酯化，然后用气相色谱仪分析，采用外标法定量。

1.3 试剂

所用试剂除注明外均为分析纯

1.3.1 正己烷：沸点68.7℃。

- 1.3.2 0.5mol/L氢氧化钾甲醇溶液：称取28g KOH溶于1000mL甲醇。
- 1.3.3 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。
- 1.3.4 α -亚麻酸甲酯>99.0%。
- 1.3.5 γ -亚麻酸甲酯>99.0%。
- 1.3.6 标准储备液：称0.0250g的 α -亚麻酸甲酯及0.0250g的 γ -亚麻酸甲酯标准品，分别用正己烷溶解，并定容于25mL容量瓶中，混匀，浓度分别为1.0mg/mL。
- 1.3.7 标准使用液：分别取 α -亚麻酸甲酯及 γ -亚麻酸甲酯标准储备液各5.0mL，置于10mL的容量瓶中，混匀， α -亚麻酸甲酯和 γ -亚麻酸甲酯的含量为0.5mg/mL。
- 1.4 仪器
 - 1.4.1 气相色谱仪：附氢火焰（FID）检测器。
 - 1.4.2 数据处理机或积分仪。
 - 1.4.3 分析天平：1/10000。
 - 1.4.4 分析天平：1/1000。
 - 1.4.5 加热式磁力搅拌器。
 - 1.4.6 标准磨口烧瓶（50mL）和直形冷凝管。
- 1.5 分析步骤
 - 1.5.1 试样制备
 - 1.5.1.1 脂肪的提取：按GB/T 5009.6中规定的方法提取。
 - 1.5.1.2 皂化：称取0.100g油脂（或脂肪）和磁力搅拌子一并放入50mL磨口烧瓶中（见图1），加入4mL 0.5mol/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 $65\pm 5^{\circ}\text{C}$ ，搅拌回流约15min。
 - 1.5.1.3 甲脂化：从冷凝管上部加入4mL三氟化硼甲醇溶液，搅拌（ $65\pm 5^{\circ}\text{C}$ ），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。
 - 1.5.2 气相色谱参考条件
 - 1.5.2.1 色谱柱：FFAP（改性聚乙二醇20M，30m $\times$ 0.25mm i.d. 0.25 μm ）。
 - 1.5.2.2 柱箱温度：215 $^{\circ}\text{C}$ 。
 - 1.5.2.3 进样口温度：250 $^{\circ}\text{C}$ 。
 - 1.5.2.4 检测器温度：260 $^{\circ}\text{C}$ 。
 - 1.5.2.5 氮气：50mL/min，30:1分流；氢气：45mL/min；空气：500mL/min。
 - 1.5.3 定性分析：在上述仪器条件下，分别取标准使用液和试样测定液1.0 μL ，注入气相色谱仪，以保留时间来确定 α -及 γ -亚麻酸甲酯。
 - 1.5.4 定量分析：试样中 α 或 γ -亚麻酸甲酯色谱峰面积或峰高与标准的比较定量。
- 1.6 分析结果：试样中 α 或 γ -亚麻酸测定结果按（1）式计算
 - 1.6.1 计算

$$\chi(\%) = \frac{A_1/A_2 \times \rho \times v}{m \times 1000} \times 0.952 \times 100\% \quad (1)$$

式中：

- χ — α 或 γ -亚麻酸含量，%；
 A_1 —试样中 α 或 γ -亚麻酸甲酯色谱峰面积或峰高；
 A_2 —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。

脂肪试样再换算原保健食品试样中 γ -亚麻酸和 α -亚麻酸的量。

- 1.6.2 结果表述：计算结果保留三位有效数字。
- 1.7 技术参数：相对标准偏差<10%，回收率93.0%~101.7%。
- 1.8 色谱参考图

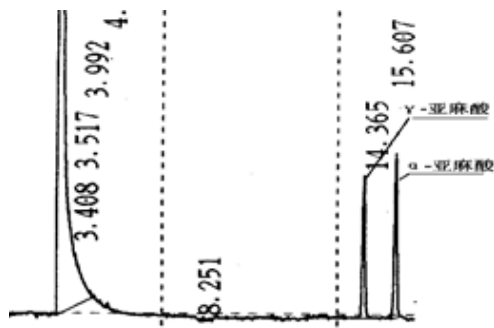


图1 标准色谱图

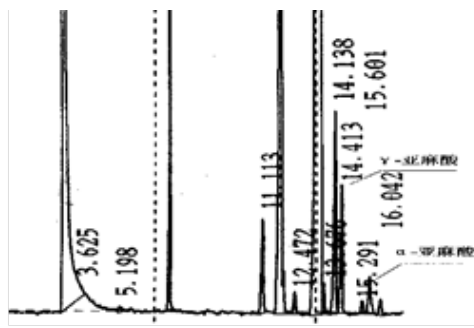


图2 试样色谱图

气相色谱参考条件

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

柱箱温度：215℃。

进样口温度：250℃。

检测器温度：260℃。

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

【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. 月见草油

项 目	指 标
来源	月见草籽
制法	经压榨、脱胶、水洗、脱色（活性炭和白土搅拌30 min）、冷冻、脱臭（180-220℃，-0.1MPa）、包装等工艺加工制成
感官要求	室温下为黄色澄清油状液体，无异味
水分及挥发物，%	≤0.2
酸价，mg/g	≤2.0
过氧化值，meq/kg	≤10.0
皂化值，mg/g	≤199.0
不皂化物，%	≤2.0
棕榈酸（C16:0），%	≥5.0
硬脂酸（C18:0），%	≤3.0
油酸（C18:1），%	≤10.0
亚油酸（C18:2），%	≥68.0
γ-亚麻酸（C18:3），%	≥9.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
镉，mg/kg	≤0.2
冷冻试验	0℃，5.5h后，澄清透明

2. 羊胎盘冻干粉（经辐照）

项 目	指 标
来源	羊胎盘
制法	经清洗、打浆、过滤、冷冻干燥（冷冻温度-4 0℃，真空度约-0.05MPa，物料温度<40℃）、粉碎、辐照灭菌（ ⁶⁰ Co，3kGy）、包装等主要工艺加工制成
感官要求	棕黄色粉末，无结块，具有羊胎和胎盘特有的膻腥味，无杂质

粗蛋白（N×6.25），%	≥60
水分，%	≤6.0
灰分，%	≤9.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
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. 大豆提取物

项 目	指 标
来源	大豆
制法	经榨油、提取（70%乙醇溶液回流提取2次，第一次8倍量，浸泡0.5h，提取2h，第二次7倍量提取2h）、浓缩、分离、真空干燥（-0.08~0.1MPa，60~80℃）、包装等主要工艺加工制成
收率，%	6±4
感官要求	浅黄色至黄褐色粉末，具有该产品的特殊气味，无肉眼可见杂质
大豆异黄酮（总量），%	≥10
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
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

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《中华人民共和国药典》的规定。

7. 白蜂蜡：应符合GB/T 24314《蜂蜡》的规定。

8. 维生素E（d-α-醋酸生育酚）：应符合GB 1886.233《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素E》的规定。

9. 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》的规定。

10. 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。

11. 栀子黄

项 目	指 标
来源	栀子黄、麦芽糊精、柠檬酸
制法	经配料、混合等主要工艺加工制成
感官要求	黄色的粉末
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0

总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
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
