

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G20200619

来益牌雨生红球藻提取物软胶囊

- 【原料】 雨生红球藻提取物
- 【辅料】 红花籽油、明胶、纯化水、甘油、维生素E
- 【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】 聚乙烯瓶应符合YBB00122002的规定，封口垫片应符合YBB00152005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    | 囊皮呈无色透明，内容物呈红色至暗红色          |
| 滋味、气味 | 微腥、有本品特有气味                  |
| 性状    | 椭圆形软胶囊，胶囊完整光洁，无粘连；内容物为油状混悬液 |
| 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（以 $\alpha$ -醋酸生育酚计），g/100g        | 0.60~1.04  | 1 维生素E的测定   |
| 灰分，%                                   | $\leq 0.6$ | GB 5009.4   |
| 崩解时限，min                               | $\leq 60$  | 《中华人民共和国药典》 |
| 铅（以Pb计），mg/kg                          | $\leq 2.0$ | GB 5009.12  |
| 总砷(以As计)，mg/kg                         | $\leq 1.0$ | GB 5009.11  |
| 总汞(以Hg计)，mg/kg                         | $\leq 0.3$ | GB 5009.17  |
| 黄曲霉毒素B <sub>1</sub> ， $\mu\text{g/kg}$ | $\leq 5$   | GB 5009.22  |

1 维生素E的测定

1.1 仪器

- 1.1.1 气相色谱仪，如AgiLent7890。
- 1.1.2 分析天平（精度为十万分之一）。

1.2 试剂

- 1.2.1 正己烷（色谱分析试剂）。
- 1.2.2 维生素E对照品应符合以下要求： 性状：无色至黄色粘性油状液体；含量：≥98.0%。

1.3 色谱条件

- 1.3.1 仪器：气相色谱仪。
- 1.3.2 色谱柱：100%二甲基聚硅氧烷毛细管柱，如DB-1，30m×0.32mm×0.25μm。
- 1.3.3 载气：氮气或氦气。
- 1.3.4 进样口温度：300℃。
- 1.3.5 检测器：FID，300℃。
- 1.3.6 柱温：265℃。
- 1.3.7 进样量：1μL。
- 1.3.8 分流比：约10：1。
- 1.3.9 载气流速：2.0mL/min。

1.4 标准品溶液制备：称取维生素E对照品约15mg，到100mL容量瓶中，用正己烷溶解稀释到刻度。

1.5 样品溶液制备：称取供试品内容物约1800mg（相当于含维生素E约15mg），到100mL容量瓶中，用正己烷溶解稀释到刻度。

1.6 测定：取标准品溶液和样品溶液分别进样，以峰面积按照外标法计算供试品中维生素E含量（以α-醋酸生育酚计），g/100g。

1.7 结果计算

$$X = \frac{A \times C_s \times V \times P}{A_s \times m}$$

式中：

- X—样品中维生素E（以α-醋酸生育酚计）的含量，g/100g；
- A—样品中维生素E的峰面积；
- Cs—标准溶液中维生素E标准品的浓度，mg/mL；
- As—标准溶液中维生素E标准品的峰面积；
- m—样品质量，mg；
- V—样品定容体积，mL；
- P—标准品的含量，%。

【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          |

|        |        |           |
|--------|--------|-----------|
| 副溶血性弧菌 | ≤0/25g | GB 4789.7 |
|--------|--------|-----------|

【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     |
|------------|---------|----------|
| 虾青素，g/100g | 1.5~2.5 | 1 虾青素的测定 |

1 虾青素的测定

1.1 原理：本品供试品及对照品均为虾青素酯，为对消实验中可能产生的误差，供试品及对照品的前处理过程完全一致，均为经丙酮溶液提取，胆固醇酯酶水解，使其中的虾青素酯转化成游离态的虾青素，经HPLC条件优化及色谱柱分离后，再用配有紫外检测器的液相色谱仪测定，检测时在供试品及对照品溶液中均添加胡萝卜醛作为内标物质，以内标法定量计算供试品中游离态虾青素的含量。

1.2 试剂

- 1.2.1 甲醇（色谱纯）。
- 1.2.2 叔丁基甲基醚（色谱纯）。
- 1.2.3 丙酮。
- 1.2.4 三（羟甲基）甲胺。
- 1.2.5 盐酸。
- 1.2.6 十水合硫酸钠。
- 1.2.7 无水硫酸钠。
- 1.2.8 石油醚。
- 1.2.9 磷酸。
- 1.2.10 胡萝卜醛。
- 1.2.11 胆固醇酯酶（100UN）。
- 1.2.12 标准品来源及纯度：虾青素酯对照品（来源：美国药典对照品；纯度：每mg本品水解定量产生相当于0.109mg虾青素）。

1.3 仪器

- 1.3.1 液相色谱仪。
- 1.3.2 分析天平（精度为十万分之一）。
- 1.3.3 恒温水浴锅。
- 1.3.4 高速离心机。
- 1.3.5 氮吹仪。

1.4 色谱条件

- 1.4.1 仪器：液相色谱仪。
- 1.4.2 色谱柱：YMC Carotenoid，5μm×4.6mm×250mm。
- 1.4.3 柱温：25℃。
- 1.4.4 波长：474nm。
- 1.4.5 流速：1.0mL/min。
- 1.4.6 进样体积：20μL。
- 1.4.7 流动相及洗脱梯度：

| 时间（min） | 甲醇（%） | 叔丁基甲基醚（%） | 1%磷酸水溶液（%） |
|---------|-------|-----------|------------|
| 0       | 81    | 15        | 4          |
| 15      | 66    | 30        | 4          |
| 23      | 16    | 80        | 4          |
| 27      | 16    | 80        | 4          |

|      |    |    |   |
|------|----|----|---|
| 27.1 | 81 | 15 | 4 |
| 35   | 81 | 15 | 4 |

#### 1.5 样品处理（避光操作）

1.5.1 缓冲溶液：称取6.06g三（羟甲基）甲胺，用750mL水溶解，用1M盐酸（9mL→100mL）调节pH值为7.0，加水到1000mL。

1.5.2 溶液A：用缓冲溶液溶解胆固醇酯酶，配制成4U/mL的溶液（使用当天配制）。

1.5.3 内标溶液：称取胡萝卜醛（Apocarotenal）适量，用丙酮溶解，配制成37.5μg/mL溶液。

1.5.4 标准储备溶液：称取虾青素酯对照品适量（相当于虾青素约2mg），准确称量，置于100mL棕色容量瓶中，用丙酮溶解稀释到刻度。

1.5.5 标准溶液：取2.0mL标准储备液与1.0mL内标溶液，置于离心管中，加入3.0mL溶液A，混匀，于37℃水浴加热反应45min，加热反应期间，每隔10min振摇一次。反应完毕后，加1g十水合硫酸钠和2mL石油醚，振摇30秒，然后以3000转/min离心3min。将石油醚层转移到玻璃瓶中，加入1g无水硫酸钠除水。室温下氮气吹干石油醚，加3mL丙酮，超声溶解，过滤。

1.5.6 供试品储备液：称取供试品内容物100mg（相当于虾青素约2mg）到100mL棕色容量瓶中，用丙酮溶解稀释到刻度。

1.5.7 供试品溶液：取2.0mL供试品储备液与1.0mL内标溶液，置于离心管中，加入3.0mL溶液A，混匀，于37℃水浴加热反应45min，加热反应期间，每隔10min振摇一次。反应完毕后，加1g十水合硫酸钠和2mL石油醚，振摇30秒，然后以3000转/min离心3min。将石油醚层转移到玻璃瓶中，加入1g无水硫酸钠除水。室温下氮气吹干石油醚，加3mL丙酮，超声溶解，过滤。

1.6 样品测定：分别取标准溶液与供试品溶液，各进样20μL，记录色谱图。13-cis-虾青素RT约为9min，反式虾青素RT约为10min，9-cis-虾青素RT约为14min，胡萝卜醛内标物RT约为17min。以峰面积按照内标法计算虾青素含量。

#### 1.7 结果计算

以下式分别计算标准溶液和供试品溶液中总虾青素峰面积与内标峰面积比值：

$$\text{比值}(R) = (1.3P_{13\text{-cis}} + P_{\text{trans}} + 1.1P_{9\text{-cis}}) / P_{\text{is}}$$

式中：

$P_{13\text{-cis}}$ —13-cis-虾青素峰面积；

$P_{\text{trans}}$ —反式虾青素峰面积；

$P_{9\text{-cis}}$ —9-cis-虾青素峰面积；

$P_{\text{is}}$ —胡萝卜醛内标物峰面积。

以下式计算虾青素含量（g/100g）：

$$\text{虾青素含量}(\text{g}/100\text{g}) = (R_U/R_S) \times (C_S/C_U) \times 100$$

式中：

$R_U$ —供试品溶液色谱图中总虾青素峰面积与内标峰面积比值；

$R_S$ —标准溶液色谱图中总虾青素峰面积与内标峰面积比值；

$C_S$ —标准溶液中虾青素浓度，mg/mL；

$C_U$ —供试品溶液浓度，mg/mL。

**【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. 雨生红球藻提取物

| 项 目 | 指 标                     |
|-----|-------------------------|
| 来源  | 绿藻门、团藻目、红球藻科、红球藻属、雨生红球藻 |

|                               |                                                                                                                                                                                  |
|-------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 制法                            | 经藻种纯化、绿藻阶段提高密度、红藻阶段积累虾青素（培养温度：15~30℃，培养时间：15~30 d）、收集、离心、喷雾干燥（进风温度：120~160℃，出风温度：60~75℃）、制粒、超临界CO <sub>2</sub> 萃取（CO <sub>2</sub> 作为载体，25~30Mpa，30~50℃）、浓缩、调配（调节至所需浓度）、包装等主要工艺制成 |
| 提取率（或得率），%                    | 15~40                                                                                                                                                                            |
| 感官要求                          | 暗红色油状液体；无焦臭、酸败及其他气味；无肉眼可见外来杂质                                                                                                                                                    |
| 虾青素，%                         | ≥2.0                                                                                                                                                                             |
| 全反式虾青素，%                      | ≥1.0                                                                                                                                                                             |
| 水分及挥发物，%                      | ≤6                                                                                                                                                                               |
| 灰分，%                          | ≤5                                                                                                                                                                               |
| 铅（以Pb计），mg/kg                 | ≤1.0                                                                                                                                                                             |
| 总砷（以As计），mg/kg                | ≤1.0                                                                                                                                                                             |
| 总汞（以Hg计），mg/kg                | ≤0.1                                                                                                                                                                             |
| 菌落总数，CFU/g                    | ≤1000                                                                                                                                                                            |
| 大肠菌群，MPN/100g                 | ≤40                                                                                                                                                                              |
| 霉菌，CFU/g                      | ≤25                                                                                                                                                                              |
| 酵母菌，CFU/g                     | ≤25                                                                                                                                                                              |
| 致病菌（沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌、副溶血性弧菌） | 不得检出                                                                                                                                                                             |

2. 红花籽油：应符合GB/T 22465《红花籽油》的规定。

3. 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。

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《中华人民共和国药典》的规定。

6. 维生素E：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。