

国家食品药品监督管理总局

保健食品产品技术要求

BJG20130779

悦亮软胶囊

yueliangruanjiacnang

【配方】 越橘提取物、牛磺酸、天然β-胡萝卜素、叶黄素、亚麻籽油、蜂蜡、磷脂、明胶、纯化水、甘油、二氧化钛、焦糖色、亮蓝、诱惑红

【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。

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	囊皮呈蓝紫色，内容物呈棕色至棕褐色
滋味、气味	具本品固有的滋味、气味，无异味
性状	软胶囊，内容物为混悬油状物
杂质	无肉眼可见外来杂质

【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，%	≤8.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》（2010年版）二部
酸价，mgKOH/g	≤4.0	GB/T 5009.56
过氧化值，g/100g	≤0.25	GB/T 5009.56
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5	GB 5009.12
砷（以As计），mg/kg	≤1.0	GB/T 5009.11
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3	GB/T 5009.17
六六六，mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19

黄曲霉毒素B1, µg/kg	≤10	GB/T 5009.22
亮蓝, g/kg	≤0.30	GB/T 5009.35
诱惑红, g/kg	≤0.30	1 诱惑红的测定

- 1 诱惑红的测定
- 1.1 原理：样品经溶解、稀释、过滤后，使用具有紫外检测器的高效液相色谱仪测定诱惑红，根据色谱峰的保留时间定性，外标法峰面积定量。
- 1.2 试剂
- 1.2.1 甲醇：色谱纯
- 1.2.2 聚酰胺粉：过100目筛
- 1.2.3 乙酸铵溶液（0.02mol/L）：称取1.54g乙酸铵加水至1000mL，溶解，经0.45µm滤膜过滤。
- 1.2.4 甲醇-甲酸（6+4）溶液：量取甲醇60mL、甲酸40mL，混匀。
- 1.2.5 无水乙醇-氨水-水（7+2+1）溶液：量取无水乙醇70mL、氨水20mL、水10mL，混匀。
- 1.2.6 柠檬酸溶液：称取20g柠檬酸，加水至100mL，混匀。
- 1.2.7 pH6的水：水加柠檬酸溶液调pH值至6
- 1.2.8 诱惑红标准溶液：准确称取0.1g诱惑红标准品，置于100.0mL容量瓶中，用纯水溶解、定容，配成1.00mg/mL储备液，备用。临用前用水稀释成所需使用液。
- 1.3 仪器：高效液相色谱仪（附紫外检测器）
- 1.4 色谱条件
- 1.4.1 色谱柱：250×4.6mm，5µm ODS C₁₈柱。
- 1.4.2 流动相：甲醇-乙酸氨溶液（0.02mol/L）（35:65）梯度洗脱，甲醇：20～35%，3%/min；35～98%，9%/min；98%继续6min。
- 1.4.3 检测波长：254nm
- 1.4.4 柱温：室温
- 1.4.5 流速：1mL/min
- 1.5 样品处理：取样品3粒，精密称取，放入100mL烧杯中，加水30mL，置60℃水浴使其完全溶解。
- 1.6 样品测定：样品溶液加柠檬酸溶液调pH值至6，加热至60℃，将1g聚酰胺粉加少许水调成粥状，倒入样品溶液中，搅拌片刻，以G3垂融漏斗抽滤，用60℃的水（pH4.0）洗涤3～5次，然后用甲醇-甲酸混合溶液洗涤3～5次，再用水洗至中性，用无水乙醇-氨水-水混合溶液解吸3～5次，每次5mL，收集解吸液，加乙酸中和，蒸发至近干，加水溶解并定容至5mL，经0.45µm滤膜过滤，取10µL进高效液相色谱仪。
- 1.7 样品测定：分别取1µL标准液及样品处理液注入色谱仪中，以保留时间定性峰面积定量。
- 1.8 结果计算

$$X = \frac{A_1 \times C \times V}{A_2 \times M}$$

式中：

X—样品中诱惑红的含量，mg/kg；

A₁—样品的峰面积；

A₂—标准的峰面积；

C—标准溶液的浓度，mg/L；

V—样品稀释体积，mL；

M—样品称取量，g。

【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/100g	≤40	GB/T 4789.3-2003
霉菌, cfu/g	≤25	GB 4789.15
酵母, cfu/g	≤25	GB 4789.15
致病菌（指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌、溶血性链球菌）	不得检出	GB 4789.4、GB 4789.5、GB 4789.10、GB/T 4789.11

【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
原花青素, g/100g	≥5.95	《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版）中“保健食品中原花青素的测定”
牛磺酸, g/100g	≥8.50	1 牛磺酸的测定
β-胡萝卜素, g/100g	0.425~1.50	2 β-胡萝卜素的测定
叶黄素, g/100g	≥0.51	3 叶黄素的测定

1 牛磺酸的测定

1.1 色谱条件与系统适应性

1.1.1 色谱柱：用十八烷基硅烷键合硅胶（C₁₈）为填充剂

1.1.2 流动相：磷酸盐缓冲液（pH7.0）-乙腈-水=70:15:15，必要时可适当调整乙腈和水的比例。

1.1.3 检测波长：360nm

1.1.4 理论板数：按牛磺酸衍生物峰计不低于1500，牛磺酸衍生物与2,4-二硝基氟苯乙腈峰的分离度应符合要求（R>1.5）。

1.2 磷酸盐缓冲溶液（pH7.0）的配制：取磷酸二氢钾6.8g，加0.1mol/L的氢氧化钠溶液291mL，用水稀释至1000mL，即得。

1.3 测定：取样品20粒，剪开囊皮，挤出内容物于干净、干燥小烧杯中，同时将囊皮剖开，将附着于囊皮内表面的内容物刮下，合并于小烧杯中，混合均匀。精密称取样品内容物0.4g，置于100mL容量瓶中，加入约70mL水，振摇，使内容物分散，将此容量瓶置于60℃水浴中保温15min，并时时振摇，使牛磺酸充分溶解到水中。取出，放置至室温，加水至刻度，摇匀，精密量取溶液1mL，置于10mL容量瓶中，加入0.5mol/L碳酸氢钠溶液（pH9.0）1mL、1%2,4-二硝基氟苯乙腈溶液0.5mL，摇匀，置60℃水浴中加热1h后取出，冷却至室温，加磷酸盐缓冲液（pH7.0）稀释至刻度，精密量取10μL注入液相色谱仪，记录色谱图。另取牛磺酸对照品适量，精密称定，加水制成每1mL中含牛磺酸0.5mg的溶液，同法测定，按外标法峰面积计算，即得。

2 β-胡萝卜素的测定

2.1 原理：样品中的β-胡萝卜素与标准对照品的正己烷溶液用分光光度计于450nm波长处测定吸光度值，比色定量。

2.2 试剂

2.2.1 氯仿：分析纯

2.2.2 正己烷：分析纯

2.2.3 β-胡萝卜素标准品：Fluka，纯度>97.0%（UV）

2.3 仪器：可见分光光度计

2.4 样品测定：准确称取0.3g均匀样品（精确至0.0001g），加氯仿超声溶解并定容至50mL，吸取上清液1.00mL于25mL棕色容量瓶中，用正己烷定容至25mL，于450nm波长处测定吸光度值，应在

0.3~0.7之间。

2.5 标准溶液的配制及测定：精密称取10.0mgβ-胡萝卜素标准品溶解于50mL氯仿中。参照GB/T 5009.83-2003吸取0.10mL上述标准溶液，加入到10.0mL正己烷溶液中，于450nm波长处，以正己烷做空白调零，测定其吸光度值，连续测定三次取其平均值，按下式计算标准溶液的浓度：

$$X = \frac{A}{E} \times \frac{10.1}{0.1}$$

式中：

X—β-胡萝卜素标准溶液浓度，μg/mL；

A—吸光度值；

E—β-胡萝卜素在正己烷溶液中，入射光波长450nm，比色杯厚度1cm，溶液浓度为1mg/L的吸光系数，为0.2638；

$\frac{10.1}{0.1}$ —测定过程中稀释倍数的换算系数。

2.6 标准曲线的绘制：用正己烷作溶剂，配成0、0.5、1.0、1.5、2.0、2.5μg/mL的标准曲线系列，于450nm波长处测定并记录相应的吸光度值，绘制标准曲线图。

2.7 结果计算

$$\text{样品中}\beta\text{-胡萝卜素含量 (g/100g)} = \frac{\text{样品相当标准} (\mu\text{g/mL}) \times 50\text{mL} \times (25/1.00) \times 100}{\text{样品重量 (g)} \times 1000000}$$

3 叶黄素的测定

3.1 色谱条件与系统适应性

3.1.1 色谱柱：用硅胶为填充剂，粒径5μm，4.6mm×25cm。

3.1.2 流动相：正己烷-乙酸乙酯=75:25

3.1.3 检测波长：446nm

3.1.4 流速：1.0mL/min，注入标准溶液，记录色谱图，重复进样，其RSD不大于2.0%。

3.2 试剂

3.2.1 溶剂：正己烷-丙酮-甲苯-无水乙醇=10:7:7:6

3.2.2 标准溶液：取叶黄素对照品适量，加流动相稀释使其浓度约为150μg/mL。

3.2.3 供试品溶液：吸取总胡萝卜素测定中的供试储备液1mL，氮气吹干，加流动相1mL超声溶解。

3.3 测定：吸取供试品溶液10μL，注入色谱仪中，记录色谱图。

$$X = T (r_I/r_S)$$

式中：

X—样品中叶黄素含量；

T—总类胡萝卜素的百分含量；

r_I —叶黄素的峰面积；

r_S —总的峰面积。

3.4 总类胡萝卜素的含量（全程避光）

3.4.1 试剂

3.4.1.1 溶剂：正己烷-丙酮-甲苯-无水乙醇=10:7:7:6

3.4.1.2 供试品储备液：取样品20粒，剪开囊皮，挤出内容物于干净、干燥小烧杯中，同时将囊皮剖开，将附着于囊皮内表面的内容物刮下，合并于小烧杯中，混合均匀。称取样品内容物（含叶黄素约30mg），精密称定，置于100mg容量瓶中，加溶剂溶解并稀释到刻度。

3.4.1.3 供试品溶液：精密移取测试储备液1mL，置于100mL容量瓶中，加无水乙醇稀释至刻度，使其浓度约为3μg/mL。

3.4.2 测定：以无水乙醇为空白溶液，于446nm波长处测定供试品溶液的吸光度值。

3.4.3 结果计算

$$T = 10000A/2550W$$

式中：

T—总类胡萝卜素的含量；
A—吸光度值；
W—样品称取量，g；
2550—百分吸光系数。

【保健功能】 缓解视疲劳

【适宜人群】 视力易疲劳的成人和8~17岁青少年

【不适宜人群】 7岁以下儿童

【食用方法及食用量】 每日1次，每次2粒，口服

【规格】 0.45g/粒

【贮藏】 密封，置阴凉干燥处

【保质期】 24个月
