

国家市场监督管理总局  
保健食品产品技术要求

国食健注G20110223

金日牌葡萄籽月见草油软胶囊

- 【原料】 月见草油、胶原蛋白、葡萄籽提取物
- 【辅料】 纯化水、明胶、甘油、大豆油、蜂蜡、巧克力棕
- 【生产工艺】 本品经过筛、混合、均质、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】 口服固体药用高密度聚乙烯瓶应符合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    | 囊皮呈棕色，内容物呈棕色     |
| 滋味、气味 | 具月见草油特有滋味和气味，无异味 |
| 性状    | 软胶囊，内容物为油状粘稠物    |
| 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，g/100g         | ≤5    | GB 5009.4   |
| 崩解时限，min          | ≤60   | 《中华人民共和国药典》 |
| 酸价（以脂肪计），mgKOH/g  | ≤3    | GB 5009.229 |
| 过氧化值（以脂肪计），g/100g | ≤0.25 | 1 过氧化值的测定   |
| 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                  | <0.2 | GB/T 5009.19 |
| 滴滴涕, mg/kg                  | <0.2 | GB/T 5009.19 |
| 黄曲霉毒素B <sub>1</sub> , µg/kg | ≤5   | GB 5009.22   |

# 1 过氧化值的测定

1.1 样品预处理：取样品内容物（混合均匀）2.0g，加石油醚（沸程30℃～60℃）20mL，摇匀超声5min，静置0.5h后，用快速滤纸过滤后，减压回收溶剂，得到油脂。

1.2 余同GB 5009.227规定的方法。

【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       |
|---------------|-------|------------|
| 原花青素, g/100g  | ≥9.80 | 1 原花青素的测定  |
| γ-亚麻酸, g/100g | ≥3.15 | 2 γ-亚麻酸的测定 |

# 1 原花青素的测定

1.1 原理：用铁盐催化比色法测定总量，利用硫酸高铁胺的催化作用，以盐酸水解将之转变为红色的花青素，花青素在550nm处有最大吸收峰，比色法测定其吸光度值，与原花青素化学对照品比较，可定量计算出样品中原花青素的含量。

## 1.2 仪器

1.2.1 分光光度计。

1.2.2 恒温水浴锅。

## 1.3 试剂

1.3.1 原花青素对照品。

1.3.2 无水乙醇：分析纯。

1.3.3 正丁醇：分析纯。

1.3.4 浓盐酸：分析纯。

1.3.5 硫酸高铁胺：分析纯。

1.3.6 去离子水。

1.3.7 20%硫酸高铁胺：取10g FeNH<sub>4</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·12H<sub>2</sub>O，用2mol/L盐酸溶解定容至50mL。

1.3.8 反应混合液：取正丁醇、浓HCl、20%FeNH<sub>4</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·12H<sub>2</sub>O溶液，按85:5:0.4（v/v）比例混合均匀，备用。

1.4 标准溶液的配制：准确称取经干燥的原花青素对照品52mg（精确至0.0001g），用无水乙醇溶解，准确定容至100mL，制得浓度为0.52mg/mL的标准溶液。再用无水乙醇稀释配制成浓度为0、26.0、52.00、10

4.0、208.0、312.0、416.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准系列使用液。

1.5 工作曲线的绘制：分别移取上述不同浓度系列使用液1.00mL，于10mL刻度试管中，加入9mL反应混合液，置于沸水浴中加热，待水浴温度恢复至98~100℃时开始计时，并塞紧塞子（勿摇匀），准确加热40min后，立即取出用冰水快速冷却至室温，以正丁醇定容至刻度线，塞紧后充分摇匀，在550nm处以空白管调零扣除背景，测定吸光值 $\text{OD}_{550}$ ，并以最小二乘法绘制原花青素浓度（ $\mu\text{g}$ ）-吸光值 $\text{OD}_{550}$ 曲线。

1.6 待测样品溶液的制备：精确称取胶囊内容物0.5~1.0g，加无水乙醇溶解（可取本品整粒称重后用小刀割破，用超声波以乙醇多次提取），定容至100mL，摇匀，即得到样品储备液。再移取5~10mL储备液（根据提取物浓度高低确定具体的量，使待测液原花青素浓度在0.05~0.20mg/mL范围内），定容至50mL，摇匀得到待测样品液。

1.7 样品测定：移取1.00mL待测液依照1.5同样操作，测定 $\text{OD}_{550}$ ，查标准曲线，并计算原花青素的含量。

1.8 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times V_2 \times n}{1000 \times m \times V_1} \times 100\%$$

式中：

X—样品中原花青素的含量，%

$m_1$ —根据工作曲线查得的样品液 $\text{OD}_{550}$ 对应的原花青素的含量， $\mu\text{g}$ ；

$V_1$ —待测样液的取样体积，mL；

$V_2$ —样品溶液的体积，mL；

m—样品称取的质量，g；

n—样品溶液稀释倍数。

## 2 $\gamma$ -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））

### 2.1 范围

本方法规定了保健食品中 $\alpha$ -及 $\gamma$ -亚麻酸的测定方法。

本方法适用于油脂保健食品中 $\alpha$ -及 $\gamma$ -亚麻酸含量的测定。

本标准还适用于油脂保健食品中 $\text{C}_{16}$ ~ $\text{C}_{22}$ 不饱和脂肪酸和角鲨烯含量的测定。

本方法最低检出量： $\gamma$ -亚麻酸为0.050 $\mu\text{g}$ 、 $\alpha$ -亚麻酸为0.030 $\mu\text{g}$ 。

本方法最佳线性范围：0~0.50mg/mL。

2.2 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。

### 2.3 试剂

所用试剂除注明外均为分析纯

2.3.1 正己烷：沸点68.7℃。

2.3.2 0.5mol/L氢氧化钾甲醇溶液：称取28g KOH溶于1000mL甲醇。

2.3.3 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。

2.3.4  $\alpha$ -亚麻酸甲酯>99.0%。

2.3.5  $\gamma$ -亚麻酸甲酯>99.0%。

2.3.6 标准储备液：称0.0250g的 $\alpha$ -亚麻酸甲酯及0.0250g的 $\gamma$ -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。

2.3.7 标准使用液：分别取 $\alpha$ -亚麻酸甲酯及 $\gamma$ -亚麻酸甲酯标准储备液各5.0mL，置于10mL的容量瓶中，混匀， $\alpha$ -亚麻酸甲酯和 $\gamma$ -亚麻酸甲酯的含量为0.5mg/mL。

### 2.4 仪器

2.4.1 气相色谱仪：附氢火焰（FID）检测器。

2.4.2 数据处理机或积分仪。

2.4.3 分析天平：1/10000。

2.4.4 分析天平：1/1000。

2.4.5 加热式磁力搅拌器。

2.4.6 标准磨口烧瓶（50mL）和直形冷凝管。

### 2.5 分析步骤

#### 2.5.1 试样制备

2.5.1.1 脂肪的提取：按GB/T 5009.6中规定的方法提取。

2.5.1.2 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。

2.5.1.3 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。

2.5.2 气相色谱参考条件

2.5.2.1 色谱柱：FFAP（改性聚乙二醇20M， $30\text{m}\times 0.25\text{mm i.d. } 0.25\mu\text{m}$ ）。

2.5.2.2 柱箱温度： $215^{\circ}\text{C}$ 。

2.5.2.3 进样口温度： $250^{\circ}\text{C}$ 。

2.5.2.4 检测器温度： $260^{\circ}\text{C}$ 。

2.5.2.5 氮气： $50\text{mL/min}$ ，30:1分流；氢气： $45\text{mL/min}$ ；空气： $500\text{mL/min}$ 。

2.5.3 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 $1.0\mu\text{L}$ ，注入气相色谱仪，以保留时间来确定 $\alpha$ -及 $\gamma$ -亚麻酸甲酯。

2.5.4 定量分析：试样中 $\alpha$ 或 $\gamma$ -亚麻酸甲酯色谱峰面积或峰高与标准的比较定量。

2.6 分析结果：试样中 $\alpha$ 或 $\gamma$ -亚麻酸测定结果按（1）式计算

2.6.1 计算

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

式中：

$\chi$ — $\alpha$ 或 $\gamma$ -亚麻酸含量，%；

$A_1$ —试样中 $\alpha$ 或 $\gamma$ -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；

$\rho$ —标准使用液浓度， $\text{mg/mL}$ ；

$v$ —正己烷定容体积， $\text{mL}$ ；

$m$ —试样质量， $\text{g}$ ；

0.952—亚麻酸换算系数。

脂肪试样再换算原保健食品试样中 $\gamma$ -亚麻酸和 $\alpha$ -亚麻酸的量。

2.6.2 结果表述：计算结果保留三位有效数字。

2.7 技术参数：相对标准偏差 $<10\%$ ，回收率 $93.0\%\sim 101.7\%$ 。

2.8 色谱参考图

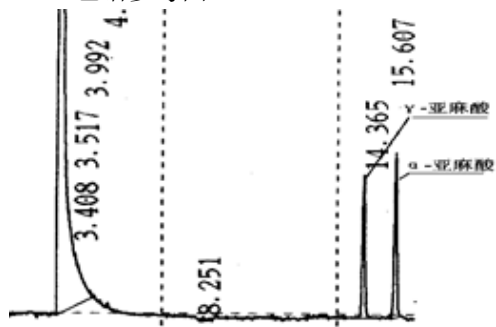


图1 标准色谱图

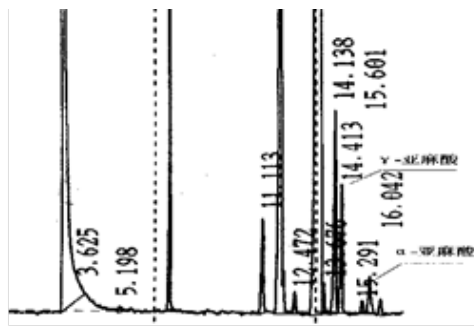


图2 试样色谱图

气相色谱参考条件

色谱柱：FFAP（改性聚乙二醇20M， $30\text{m}\times 0.25\text{mm i.d. } 0.25\mu\text{m}$ ）。

柱箱温度： $215^{\circ}\text{C}$ 。

进样口温度： $250^{\circ}\text{C}$ 。

检测器温度： $260^{\circ}\text{C}$ 。

氮气： $50\text{mL/min}$ ，30:1分流；氢气： $45\text{mL/min}$ ；空气： $500\text{mL/min}$ 。

【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：应符合WS-10001-（HD-0598）-2002及下列规定：

| 项 目                  | 指 标                                    |
|----------------------|----------------------------------------|
| 来源                   | 柳叶菜科植物月见草的种子                           |
| 制法                   | 经压榨、水化、分油、碱化、分油、脱色、粗滤、贮藏、精滤、包装等工艺加工而成。 |
| 感官要求                 | 黄色澄清液体，无异常气味，无正常视力可见外来异物               |
| $\gamma$ -亚麻酸，g/100g | $\geq 7.5$                             |
| 相对密度（25℃）            | 0.915～0.935                            |
| 折光率                  | 1.472～1.483                            |
| 碘值                   | 136～165                                |
| 皂化值                  | 185～200                                |
| 酸值                   | $\leq 2.5$                             |
| 过氧化值                 | 2g样品消耗的硫代硫酸钠滴定液（0.01mol/L）不得过2.4mL。    |

2. 胶原蛋白

| 项 目              | 指 标                                                                                                                                 |
|------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 来源               | 鱼皮、鱼鳞等                                                                                                                              |
| 制法               | 经破碎均浆、酶解（地衣芽孢杆菌蛋白酶、木瓜蛋白酶，45±5℃，约3h）、灭酶（115～135℃，保持时间≥15s）、分离提纯、浓缩、过滤、灭菌（115～135℃，保持时间≥15s）、喷雾干燥（进风温度150～170℃、出风温度75～95℃）、包装等主要工艺制成。 |
| 提取率（或得率），%       | 5～6                                                                                                                                 |
| 感官要求             | 白色或淡黄色粉末，无结块；具产品特有的滋味和气味，无其他异味；无肉眼可见的外来杂质                                                                                           |
| 水分，%             | $\leq 7.0$                                                                                                                          |
| 灰分，g/100g        | $\leq 5.0$                                                                                                                          |
| 蛋白质（以干基计），g/100g | $\geq 90$                                                                                                                           |
| 无机砷（以As计），mg/kg  | $\leq 0.5$                                                                                                                          |
| 铅（以Pb计），mg/kg    | $\leq 0.5$                                                                                                                          |
| 汞（以Hg计），mg/kg    | $\leq 0.5$                                                                                                                          |
| 镉（以Cd计），mg/kg    | $\leq 0.1$                                                                                                                          |
| 铬（以Cr计），mg/kg    | $\leq 2.0$                                                                                                                          |
| 菌落总数，CFU/g       | $\leq 1000$                                                                                                                         |
| 大肠菌群，MPN/g       | $\leq 0.92$                                                                                                                         |
| 霉菌和酵母，CFU/g      | $\leq 50$                                                                                                                           |
| 金黄色葡萄球菌          | $\leq 0/25g$                                                                                                                        |
| 沙门氏菌             | $\leq 0/25g$                                                                                                                        |

3. 葡萄籽提取物

| 项 目 | 指 标                                             |
|-----|-------------------------------------------------|
| 来源  | 葡萄籽                                             |
| 制法  | 经提取（5倍量50～70%乙醇83～88℃提取2次，每次2h）、过滤、分离纯化、浓缩、喷雾干燥 |

|                  |                                              |
|------------------|----------------------------------------------|
|                  | (进风温度150~195℃, 出风温度95~105℃)、混合、过筛、包装等主要工艺制成。 |
| 提取率(或得率), %      | 约4                                           |
| 感官要求             | 黄棕色至红棕色粉末状, 气微、微涩, 无结块, 无正常视力可见外来异物          |
| 原花青素, g/100g     | ≥95.0                                        |
| 水分, g/100g       | ≤5.0                                         |
| 灰分, g/100g       | ≤5.0                                         |
| 重金属(以Pb计), mg/kg | ≤20.0                                        |
| 铅(以Pb计), mg/kg   | ≤0.5                                         |
| 砷(以As计), mg/kg   | ≤0.3                                         |
| 汞(以Hg计), mg/kg   | ≤0.3                                         |
| 六六六, mg/kg       | ≤0.1                                         |
| 滴滴涕, mg/kg       | ≤0.1                                         |
| 菌落总数, CFU/g      | ≤1000                                        |
| 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. 纯化水: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

5. 明胶: 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. 大豆油: 应符合GB/T 1535《大豆油》的规定。

8. 蜂蜡: 应符合GB/T 24314《蜂蜡》的规定。

9. 巧克力棕

| 项 目              | 指 标                                |
|------------------|------------------------------------|
| 来源               | 胭脂红、日落黄、亮蓝                         |
| 制法               | 经混合、干燥、包装等主要工艺制成。                  |
| 感官要求             | 红色至棕色粉末, 具本品固有气味, 无结块, 无正常视力可见外来异物 |
| 强度(分), %         | 为标准品的100±3                         |
| 色调               | 为标准品近似                             |
| 干燥减重, %          | ≤10.0                              |
| 水不溶物, %          | ≤0.50                              |
| 砷(以As计), mg/kg   | ≤1                                 |
| 重金属(以Pb计), mg/kg | ≤10                                |