

国家市场监督管理总局  
保健食品产品技术要求

国食健注G20060709

爱力森<sup>®</sup>角鲨烯西洋参蜂王浆软胶囊

【原料】 角鲨烯、西洋参提取物、蜂王浆冻干粉

【辅料】 大豆油、蜂蜡、明胶、纯化水、甘油、棕氧化铁

【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】 药用铝箔应符合YBB00152002的规定；聚氯乙烯固体药用硬片应符合YBB00212005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	囊皮呈棕褐色，内容物呈淡黄色
滋味、气味	内容物味甘微苦，有涩、辛辣味
性状	软胶囊，外观整洁，无粘结、无变形、无漏囊；内容物为油状物
杂质	无正常视力可见外来杂质

【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，%	≤2.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
酸价，mgKOH/g	≤4	GB 5009.229
过氧化值，meq/kg	≤12	GB 5009.227
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	≤0.1	GB/T 5009.19
黄曲霉毒素B <sub>1</sub> , μg/kg	≤5.0	GB 5009.22

【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
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10

【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
角鲨烯, g/100g	≥30.2	1 角鲨烯的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计）, g/100g	≥1.43	2 总皂苷的测定
10-羟基-2-癸烯酸, g/100g	≥0.17	3 10-羟基-2-癸烯酸的测定

## 1 角鲨烯的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

### 1.1 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C<sub>16</sub>~C<sub>22</sub>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 $\mu$ g、 $\alpha$ -亚麻酸为0.030 $\mu$ g。

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  $\alpha$ -亚麻酸甲酯>99.0%。

1.3.5  $\gamma$ -亚麻酸甲酯>99.0%。

1.3.6 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。

1.3.7 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。

### 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×0.25mm i.d. 0.25 $\mu\text{m}$ ）。

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

1.5.4 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。

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

1.6.1 计算

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

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，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 $\gamma$ -亚麻酸和 $\alpha$ -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 $93.0\% \sim 101.7\%$ 。

1.8 色谱参考图

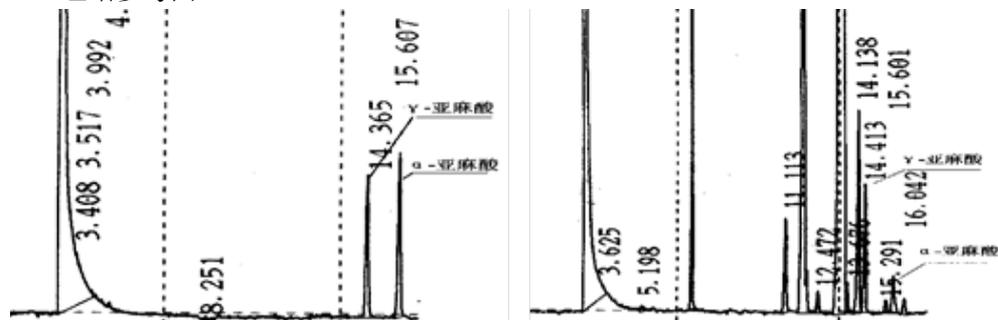


图1 标准色谱图 图2 试样色谱图

## 气相色谱参考条件

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

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。

## 2 总皂苷的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

### 2.1 试剂

2.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂，Sigma化学公司、U.S.A.。

2.1.2 正丁醇：分析纯。

2.1.3 乙醇：分析纯。

2.1.4 中性氧化铝：层析用，100~200目。

2.1.5 人参皂苷Re：购自中国食品药品检定研究院。

2.1.6 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。

2.1.7 高氯酸：分析纯。

2.1.8 冰乙酸：分析纯。

2.1.9 人参皂苷Re标准溶液：精确称取人参皂苷Re标准品0.020g，用甲醇溶解并定容至10.0mL，即每毫升含人参皂苷Re2.0mg。

### 2.2 仪器

2.2.1 比色计。

2.2.2 层析柱。

### 2.3 实验步骤

#### 2.3.1 试样处理

2.3.1.1 固体试样：称取1.000g左右的试样（根据试样含人参量定），置于100mL容量瓶中，加少量水，超声30min，再用水定容至100mL，摇匀，放置，吸取上清液1.0mL进行柱层析。

2.3.1.2 液体试样：含乙醇的补酒类保健食品，吸取1.0mL试样放水浴挥干，用水浴溶解残渣，用此液进行柱层析。

非乙醇类的液体试样：吸取1.0mL试样（假如浓度高、或颜色深，需稀释一定体积后再取1.0mL）进行柱层析。

2.3.2 柱层析：用10mL注射器作层析管，内装3cmAmberlite-XAD-2大孔树脂，上加1cm中性氧化铝。先用25mL70%乙醇洗柱，弃去洗脱液，再用25mL水洗柱，弃去洗脱液，精确加入1.0mL已处理好的试样溶液（见2.3.1），用25mL水洗柱，弃去洗脱液，用25mL70%乙醇洗脱人参皂苷，收集洗脱液于蒸发皿中，置于60℃水浴挥干。以此作显色用。

2.3.3 显色：在上述已挥干的蒸发皿中准确加入0.2mL5%香草醛冰乙酸溶液，转动蒸发皿，使残渣都溶解，再加0.8mL高氯酸，混匀后移入5mL带塞刻度离心管中，60℃水浴上加热10min，取出，冰浴冷却后，准确加入冰乙酸5.0mL，摇匀后，以1cm比色池于560nm波长处与标准管一起进行比色测定。

2.3.4 标准管：吸取人参皂苷Re标准溶液（2.0mg/mL）100 μL放蒸发皿中，放在水浴挥干（低于60℃），或热风吹干（勿使过热），以下操作从“2.3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

### 2.4 计算：

$$X = \frac{A_1}{A_2} \times \frac{V}{m} \times \frac{1000}{1000} \times \frac{1}{C} \times \frac{1000}{1000} \times \frac{1000}{1000}$$

式中：

X—试样中总皂苷含量（以人参皂苷Re计），g/100g；

A<sub>1</sub>—被测液的吸光度值；

A<sub>2</sub>—标准液的吸光度值；

C—标准管人参皂苷Re的量，μg；

V—试样稀释体积，mL；

m—试样质量，g。

计算结果保留二位有效数字。

### 3 10-羟基-2-癸烯酸的测定

3.1 原理：样品中10-羟基-2-癸烯酸（10-HDA）用甲醇或二氯甲烷提取，于高压液相色谱仪中反相分离后，紫外检测，外标法定量。

#### 3.2 仪器

3.2.1 BIO-ROD700高压液相色谱仪：附UV1706多波长紫外检测器。

3.2.2 超声振荡器。

3.2.3 微孔过滤器（滤膜0.45μm）。

#### 3.3 试剂

3.3.1 甲醇：色谱纯。

3.3.2 水：三蒸水，经Milli-Q超纯处理。

3.3.3 二氯甲烷：分析纯。

3.3.4 磷酸：优级纯。

3.3.5 10-羟基-2-癸烯酸（10-HDA）标准品：购自中国食品药品检定研究院。

3.3.6 30%氢氧化钠。

3.3.7 1mol/L盐酸。

3.3.8 标准溶液：准确称取10-羟基-2-癸烯酸标准品12.5mg于25mL容量瓶中，用甲醇溶解摇匀并稀释至刻度，此储备液每1mL含10-羟基-2-癸烯酸为0.5mg。

#### 3.4 色谱条件

3.4.1 色谱柱：Hypersil ODS<sub>2</sub>，4.6mm×200mm，5μm。

3.4.2 流动相：甲醇-水-磷酸=50:50:0.2（v/v）。

3.4.3 检测波长：210nm。

3.4.4 灵敏度：0.001。

3.4.5 流速：1mL/min。

3.4.6 进样量：10~20μL。

3.5 标准曲线的绘制：分别准确吸取标准储备液0.1、0.2、0.3、0.4、0.6mL于10mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，使10-HAD浓度为5、10、15、20、30μg/mL，各取10μL注入HPLC中，以10-HAD峰面积为纵坐标，标准溶液浓度为横坐标，绘制标准曲线。

3.6 样品处理：准确称取100~200mg样品于25mL容量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度，超声助溶，过滤，弃去初滤液，准确吸取0.1~0.2mL于10mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度。

3.7 样品测定：以上样品提取液经0.45μm滤膜精滤后，取10~20μL于HPLC进样测定，记录组分峰面积，在标准曲线上查出相应的10-HAD的质量。

#### 3.8 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times n}{m \times 1000000} \times 100$$

式中：

X—

样品中10-羟基-2-癸烯酸的含量，%；

m<sub>1</sub>—由标准曲线上查出相应的10-羟基-2-癸烯酸质量，μg；

n—稀释倍数；

m—样品质量，g；

1000000—μg换算成g。

**【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. 角鲨烯

项目	指标
来源	鲨鱼肝脏

制法	经捣碎、减压蒸馏（220~250℃，0.1~0.3kPa）、皂化（80℃下，2mol/L 氢氧化钠溶液调PH=9）、分离油层、洗涤（水洗至中性）、等量乙醇回流、分离油层、减压蒸馏（218~230℃，0.1kPa）等工艺制成
感官要求	微黄色至无色透明油状液体，略有特有的芳香味
含量，%	>99
水分，%	≤9.0
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
折光率	1.4955~1.4975
酸值	≤0.2
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

## 2. 西洋参提取物

项 目	指 标
来源	五加科西洋参的干燥根 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
制法	粉碎、提取（10倍量70%乙醇回流提取4次，每次1h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风口温度190℃，出风口温度75℃）等主要工艺制成。
提取率，%	10~20
感官要求	黄褐色细粉，有香气，无异味
皂甙，%	≥8
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤6.0
粒度	80目
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
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

## 3. 蜂王浆冻干粉：应符合GB/T 21532《蜂王浆冻干粉》的规定。

4. 大豆油：应符合GB/T 1535《大豆油》的规定。
  5. 蜂蜡：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
  6. 明胶：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
  7. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
  8. 甘油：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
  9. 棕氧化铁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-