

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20220276

含康牌甾醇红曲软胶囊

【原料】 植物甾醇酯、红曲米、山楂提取物、黑木耳提取物

【辅料】 亚麻籽油、明胶、纯化水、甘油、蜂蜡、茶多酚、氧化铁黑

【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。

【直接接触产品包装材料种类、名称及标准】 塑料瓶应符合GB 4806.7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	囊皮呈黑色，内容物呈棕色或棕黑色
滋味、气味	具有本品固有的滋味和气味，无异味
性状	软胶囊，完整光洁；内容物为油性膏状物
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, %	≤6.0	GB 5009.4
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
酸价, mgKOH/g	≤8.0	GB 5009.229
过氧化值, %	≤0.25	GB 5009.227

六六六, mg/kg	≤0.3	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.3	GB/T 5009.19
黄曲霉毒素B ₁ , μg/kg	≤10	GB 5009.22
桔青霉素, μg/kg	≤50	GB 5009.222

【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
植物甾醇, g/100g	≥10	1. 植物甾醇的测定
洛伐他丁, g/100g	0.0025-0.25	2 洛伐他丁的测定

1 植物甾醇的测定

1.1 仪器与试剂

1.1.1 主要仪器：气相色谱仪：附有氢火焰离子化检测器（FID）。

1.1.2 试剂和材料

1.1.2.1 氢氧化钾。

1.1.2.2 无水乙醇。

1.1.2.3 叔丁基（甲）醚（TBME）。

1.1.2.4 正庚烷。

1.1.2.5 叔丁基甲醚-乙醇-氢氧化钾试剂：将14.0g氢氧化钾溶解于10mL纯化水中，用无水乙醇稀释到100mL，加入20mL叔丁基甲醚TBME，混合，置于-18℃保存。

1.1.3 标准溶液

1.1.3.1 定性标准溶液：分别精密称取菜油甾醇、菜籽甾醇、豆甾醇对照品各10mg至50mL容量瓶中，用正庚烷溶解定容至刻度，摇匀，作定性用。

1.1.3.2 定量标准溶液：精密称取β-谷甾醇标准品约10mg至50mL容量瓶中，用正庚烷溶解并定容至刻度，摇匀，作定量用。

1.2 样品预处理：精确称取约100mg测试样品到18mL带螺旋盖的玻璃小瓶中，加入2.5mL叔丁基甲醚-乙醇-氢氧化钾溶液，盖紧，并充分振摇样品瓶约10s。于70℃水浴下皂化样品70min，每10min振摇一次，以使样液充分混匀。取出，冷却到室温，加入2mL纯化水和5mL正庚烷，密封反应瓶，充分振摇，静置5min后，将上层液（正庚烷相）移到25mL容量瓶。再用正庚烷萃取样液两次，每次5mL，合并正庚烷到25mL容量瓶，用正庚烷定容至刻度，摇匀，待测。

1.3 色谱条件

1.3.1 色谱柱：HP-5（30m×0.32mm×0.25μm）弹性石英毛细管柱。

1.3.2 柱温100℃，以12℃/min程序升温至280℃，保持10min。

- 1.3.3 进样口温度270℃，检测器温度300℃，载气N₂。
- 1.3.4 柱流量1.0mL/min，分流比10：1，进样量1.0μL。
- 1.4 计算公式

$$\text{植物甾醇含量 (\%)} = (\Sigma A \times mS \times VX) / (AS \times mX \times VS)$$

式中：

- ΣA—样品溶液中菜油甾醇、菜籽甾醇、豆甾醇、β-谷甾醇峰面积和；
AS—定量对照品溶液中β-谷甾醇峰面积；
mS—定量对照品溶液中β-谷甾醇取样量，mg；
mX—样品取样量，mg；
VS—定量对照品溶液的定容体积，mL；
VX—样品溶液的定容体积，mL。

2 洛伐他丁的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版）中“保健食品中洛伐他丁含量测定”）

2.1 范围

本方法规定了保健食品中洛伐他丁含量的测定方法。

本方法适用于洛伐他丁作为功效成分添加于片剂、胶囊以及红曲发酵原料等试样类型中含量的测定。

本方法的最低检出量2.0mg/kg。

本方法的最佳线性范围2.00~300μg/mL。

2.2 原理：将酸性介质中的试样使用三氯甲烷进行提取，挥干提取溶剂，以流动相定容，根据高效液相色谱紫外检测器在238nm处的响应进行定性定量。

2.3 试剂

2.3.1 甲醇：色谱纯。

2.3.2 三氯甲烷：分析纯。

2.3.3 磷酸：分析纯。

2.3.4 洛伐他丁标准储备液：准确称量洛伐他丁标准品0.0400g，加入检测用流动相并定容至100mL。此溶液每1mL含0.4mg洛伐他丁。

2.3.5 洛伐他丁标准使用液：将洛伐他丁标准储备溶液用流动相稀释10倍。此溶液每1mL含40μg洛伐他丁。

2.4 仪器设备

2.4.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）。

2.4.2 超声波清洗器。

2.4.3 涡旋混匀器。

2.4.4 离心机。

2.4.5 真空泵。

2.5 分析步骤

2.5.1 试样处理：将片剂、胶囊或红曲发酵产物试样粉碎并混合均匀，根据试样中洛伐他丁含量准确称取一定量试样于50mL试管中，加入10.0mL pH=3磷酸水溶液。超声提取10min后再加入10.0mL三氯甲烷，置于涡旋混匀器3min。静置后去掉上层水相，将三氯甲烷层以3000rpm/min离心3min。准确吸取上清液1.0mL至5mL试管中，将试管置于50℃左右水浴中使用真空泵减压干燥至挥去全部溶剂。向试管中加入流动相并定容至5.0mL，彻底混匀，经0.45μm滤膜过滤后待进样。

2.5.2 液相色谱参考条件

2.5.2.1 色谱柱：C₁₈柱，4.6×250mm。

2.5.2.2 柱温：室温。

2.5.2.3 紫外检测器：检测波长238nm。

2.5.2.4 流动相：甲醇:水:磷酸=385:115:0.14。

2.5.2.5 流速：1.0mL/min。

2.5.2.6 进样量：10μL。

2.5.2.7 色谱分析：量取10μL标准溶液系列及试样溶液注入色谱仪中，以保留时间定性，以试样峰高或峰面积与标准比较定量。

2.5.2.8 色谱图

色谱图中洛伐他丁浓度为25μg/mL

2.5.3 标准曲线制备：配制浓度为2.0、10、50、100、300μg/mL洛伐他丁标准溶液，在给定的仪器条件下进行液相色谱分析，以峰高或峰面积对浓度作标准曲线。

2.5.4 分析结果表示

2.5.4.1 计算

$$X = \frac{h_1 \times c \times 50 \times 100}{h_2 \times m \times 1000}$$

式中：

X—试样中洛伐他丁的含量，g/100g；

h_1 —试样峰高或峰面积；

c—标准溶液浓度，mg/mL；

50—试样稀释倍数；

h_2 —标准溶液峰高或峰面积；

m—试样量，g。

2.5.4.2 结果表示：检测结果保留三位有效数字。

2.6 技术参数

2.6.1 准确度：方法的回收率在93.3%~108.4%之间。

2.6.2 允许差：平行样测定相对误差 $\leq \pm 5\%$ 。

【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. 植物甾醇酯：应符合《关于批准DHA藻油、棉籽低聚糖等7种物品为新资源食品及其他相关规定的公告》（2010年第3号）的规定

2. 红曲米：应符合GB 1886.19《食品安全国家标准 食品添加剂 红曲米》的规定

3. 山楂提取物

项 目	指 标
来源	山楂成熟果实
制法	经提取（8倍量70%乙醇80℃提取2次，每次1h）、浓缩、真空干燥（0.06-0.08MPa，60-80℃）、包装等主要工艺制成
提取率，%	10
感官要求	棕黄色粉末
总黄酮含量，%	≥ 5
水分，%	≤ 5
灰分，%	≤ 5
残留溶剂乙醇，mg/kg	≤ 1000
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	≤ 0.2
滴滴涕，mg/kg	≤ 0.2
展青霉素，μg/kg	≤ 50

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

4. 黑木耳提取物

项 目	指 标
来源	黑木耳
制法	经提取（10倍量和8倍量水100℃提取2次，2h/次）、浓缩、真空干燥（0.06-0.08MPa，70-80℃）、包装主要工艺制成
提取率, %	5
感官要求	棕黄色粉末
多糖含量, %	≥5
水分, %	≤5
灰分, %	≤5
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	≤0.2
滴滴涕, mg/kg	≤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

5. 亚麻籽油：应符合GB/T 8235《亚麻籽油》的规定。

6. 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。

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GB 29950《食品安全国家标准 食品添加剂 甘油》的规定。

9. 蜂蜡：应符合GB 1886.87《食品安全国家标准 食品添加剂 蜂蜡》的规定。

10. 茶多酚：应符合GB 1886.211《食品安全国家标准 食品添加剂 茶多酚》的规定。

11. 氧化铁黑：应符合《中华人民共和国药典》的规定。