

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20060668

中基牌番茄红素维生素E软胶囊

【原料】 番茄红素、维生素E（d1- α -醋酸生育酚）

【辅料】 大豆油、明胶、甘油、纯化水、柠檬酸、尼泊金乙酯

【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】 包装瓶应符合YY 0057的规定；干燥剂应符合YBB00122005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	囊皮透明，呈浅黄色；内容物呈深玫瑰红色
滋味、气味	无臭无味
性状	软胶囊，表面光亮整洁，无粘结；内容物为油状悬浮物
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，%	≤ 0.5	GB 5009.4
崩解时限，min	≤ 60	《中华人民共和国药典》
酸价，mgKOH/g	≤ 5.0	GB/T 5009.37
过氧化值，meq/kg	≤ 12.0	GB/T 5009.37
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

1 尼泊金乙酯的测定

1.1 仪器

1.1.1 高效液相色谱仪。

1.1.2 分析天平：感量0.1mg。

1.2 试剂

1.2.1 甲醇、甲酸：色谱纯。

1.2.2 丙酮、乙腈、氯化钠、无水硫酸钠：分析纯。

1.2.3 尼泊金乙酯标准品：来源于德国Dr. Ehrenstorfer 公司，纯度≥99%。

1.3 色谱条件

1.3.1 色谱柱： C_{18} (4.6×150mm, 5 μ m) 色谱柱。

1.3.2 流动相：甲醇：0.2%甲酸水溶液=45：55。

1.3.3 流速：1mL/min。

1.3.4 柱温：30℃。

1.3.5 进样量：20 μ L。

1.3.6 检测器：UV (254nm)。

1.4 标准品溶液制备：准确称取尼泊金乙酯标准品10mg，用少量乙腈溶解。定量移入100mL容量瓶中，并用乙腈定容、摇匀，配制成浓度为100mg/L的标准品储备液。取标准品储备液用50%乙腈水溶液配制0.5、1.0、2.0、5.0、10.0、20.0mg/L标准溶液。

1.5 样品溶液制备：取3粒胶囊切开后用适量丙酮洗净内容物，胶囊壳晾干称重。将胶囊壳溶于10mL水中，在50℃水浴中加热搅拌至完全溶解，冷却后边加乙腈边轻轻摇动，当出现少许沉淀后停止加乙腈，继续轻轻摇动片刻至沉淀不再增加，加入氯化钠使之完全饱和，放置50℃水浴至溶液明显分层，吸取上清液。再向其中加入6mL乙腈并摇匀，置于50℃水浴至溶液明显分层，吸取上清液。再加入5mL乙腈，重复以上操作后，吸取上清液。合并3次上清液，加入适量无水硫酸钠充分摇匀后静置，将上清液转移至25mL容量瓶中，用蒸馏水定容、摇匀，过0.45 μ m滤膜，滤液备用。

1.6 测定：取标准系列溶液及样品溶液注入色谱中，以保留时间定性，以样品峰面积与标准比较定量。

1.7 结果计算

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

式中：

X—样品中尼泊金乙酯的含量，mg/kg；

V—样品定容体积，mL；

C—根据标准曲线得到的尼泊金乙酯的浓度，mg/L；

m—样品质量，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/g	≤0.92	GB 4789.3 MPN计数法
霉菌和酵母, CFU/g	≤25	GB 4789.15
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4
致病菌 (志贺氏菌、 β 型溶血性)		

链球菌)	不得检出	、GB 4789.5、GB 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
番茄红素, g/100g	≥2.1	1 番茄红素的测定
维生素E (以d1-α-醋酸生育酚计), g/100g	1.68~3.78	2 维生素E的测定

1 番茄红素的测定

1.1 原理：用甲苯溶解样品内容物，用分光光度法测定溶液的吸光度值，根据标准曲线计算样品中番茄红素的含量。

1.2 试剂

1.2.1 苏丹 I 色素：精制品。

1.2.2 甲苯：分析纯。

1.2.3 无水乙醇：分析纯。

1.3 仪器

1.3.1 实验室常规仪器。

1.3.2 分光光度计：波长精度360~600±3nm。

1.4 标准曲线的绘制：称取0.025g苏丹 I 色素，精确到0.0001g，用少量无水乙醇溶解。定量移入50mL容量瓶中，并用无水乙醇稀释至刻度，摇匀。准确吸取上述标准溶液0.26、0.52、0.78、1.04、1.30mL分别注入一组50mL容量瓶中，用无水乙醇稀释至刻度摇匀后即相当于0.5、1.0、1.5、2.0、2.5μg/mL番茄红素的标准溶液。然后，依次注入1cm比色皿，在番茄红素的 λ_{max} 下（约485nm），以蒸馏水为空白溶液，分别测定吸光度值。以测得的吸光度值为纵坐标，苏丹 I 色素标准溶液所相当的番茄红素浓度为横坐标，绘制标准曲线。

1.5 样品溶液的配制：取样品1粒（约含番茄红素10mg），用刀片切开囊皮，将内容物倾入50mL小烧杯中，用甲苯分数次洗净囊皮（不得损失内容物），并转移至100mL棕色容量瓶中，用甲苯定容，摇匀。准确吸取上述溶液1.0mL转移至50mL棕色容量瓶中，用甲苯定容，摇匀。

1.6 含量测定：将上述样品溶液移入1cm比色皿中，在番茄红素最大吸收波长下（约485nm），以蒸馏水为空白溶液，用分光光度计测定吸光度值。从标准曲线中查得番茄红素的浓度，计算出样品中番茄红素的含量。

1.7 结果计算

$$X = 5 \times N$$

式中：

X—每粒胶囊中番茄红素的含量，mg；

N—样品溶液中番茄红素的浓度，μg/mL。

2 维生素E的测定

2.1 原理：按照《中华人民共和国药典》二部附录VE气相色谱法，样品中维生素E采用气相色谱内标法进行测定。用保留时间定性，用峰面积定量。

2.2 试剂

2.2.1 正三十二烷：供色谱分析用。

2.2.2 维生素E对照品。

2.2.3 正己烷。

2.2.4 内标溶液：称取正三十二烷适量，加正己烷振摇使之溶解并稀释成每1mL中含2mg的溶液，摇匀，即得。

2.2.5 标准溶液：精密称取维生素E对照品约10mg（准确至0.2mg），置于棕色容量瓶中，加内标溶液稀释至10.0mL，密塞，振摇使溶解，即得。

2.2.6 样品溶液：取样品1粒（约含维生素E10mg），用刀片切开囊皮，将内容物倾入棕色容量瓶，用少量内标溶液洗净囊皮，并稀释至10.0mL，密塞，振摇使溶解，即得。

2.3 仪器

2.3.1 气相色谱仪：配有1μL进样针。

2.3.2 电子天平：精密度0.1mg。

2.3.4 系统适应性试验：SE-30毛细管色谱柱，氢火焰离子检测器，柱温箱温度245℃，气化温度、检测温度300℃，载气为氮气，理论塔板数按维生素E计算不低于1500，维生素E峰与内标物峰的分离度大于2。

2.3.5 校正因子测定：取标准溶液1μL进样，记录色谱图，求出对照品的峰面积和内标物的峰面积，按下式计算校正因子。

$$f = \frac{A_2 \times W_1 / 10}{A_1 \times C}$$

式中：

f—校正因子；

A₂—内标物的峰面积；

W₁—对照品的质量，mg；

A₁—对照品的峰面积；

C—内标溶液内标物的浓度，mg/mL。

2.4 样品测定：取标准溶液1μL进样，记录色谱图，求出样品的峰面积和内标物的峰面积。

2.5 结果计算

$$X = f \times \frac{A_2}{A_1} \times W_1$$

式中：

X—样品中维生素E的含量，mg；

f—校正因子；

A₂—待测样品的峰面积；

A₁—内标物的峰面积。

【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. 番茄红素

项 目	指 标
来源	番茄酱
制法	番茄酱经60℃乙醇脱水、提取（按番茄酱（重量）：乙酸乙酯（体积）=1：2.5，60℃提取3次，每次0.5h），3次提取液分别降温到-20℃，并保持4h析出晶体、过滤得番茄红素粗品。番茄红素粗品在99.5%氮气保护下经乙酸乙酯重结晶得番茄红素精制品，番茄红素精制品加入大豆油保护，并经均质、检验和包装得含有番茄红素的油状悬浮液
提取率（或得率），%	80~90
感官要求	深红色，无异味，悬浮番茄红素晶体的油状悬浮液，无正常视力可见外来异物。
番茄红素含量，%	1.0~10.0
水分，%	≤0.05
灰分，%	≤0.5
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.0
总砷（以As计），mg/kg	≤0.3
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.1

溶剂（乙酸乙酯）残留，mg/kg	≤30
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.43
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

2. 维生素E（d1- α -醋酸生育酚）：应符合GB 14756《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素E（d1- α -醋酸生育酚）》的规定。

3. 大豆油：应符合GB/T 1535《大豆油》的规定。

4. 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。

5. 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。

6. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

7. 柠檬酸：应符合GB 1886.235《食品安全国家标准 食品添加剂 柠檬酸》的规定。

8. 尼泊金乙酯：应符合GB 1886.31《食品安全国家标准 食品添加剂 对羟基苯甲酸乙酯》的规定。

