

国家市场监督管理总局
国产保健食品注册证书

产品名称	九旭牌DHA藻油牛磺酸葡萄糖酸锌软胶囊		
注册人	浙江上药九旭药业有限公司		
注册人地址	浙江省金华市婺城区仙华北街398号		
审批结论	经审核，该产品符合《中华人民共和国食品安全法》和《保健食品注册与备案管理办法》的规定，现予批准注册。		
注册号	国食健注G20230206	有效期至	2028年5月3日
附件	附1 产品说明书、附2 产品技术要求		
备注			



No. 23000418

国家市场监督管理总局
保健食品产品说明书

国食健注G20230206

九旭牌DHA藻油牛磺酸葡萄糖酸锌软胶囊

【原料】DHA藻油、牛磺酸、葡萄糖酸锌

【辅料】明胶、纯化水、甘油、核桃油、蜂蜡

【标志性成分及含量】每100g含：锌 0.22g、牛磺酸 15.0g、DHA
15.0g

【适宜人群】免疫力低下者

【不适宜人群】婴幼儿、孕妇、乳母

【保健功能】本品经动物实验评价，具有增强免疫力的保健功能

【食用量及食用方法】每日2次，每次1粒，口服

【规格】0.7g/粒

【贮藏方法】密闭，置阴凉干燥处

【保质期】24个月

【注意事项】本品不能代替药物；适宜人群外的人群不推荐食用本产品；本品添加了营养素，与同类营养素同时食用不宜超过推荐量

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20230206

九旭牌DHA藻油牛磺酸葡萄糖酸锌软胶囊

【原料】 DHA藻油、牛磺酸、葡萄糖酸锌

【辅料】 明胶、纯化水、甘油、核桃油、蜂蜡

【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】

口服固体药用聚酯瓶应符合YBB00262002的规定，药用聚酯/铝/聚乙烯封口垫片应符合YBB00152005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，内容物为呈黄色，色泽均匀
滋味、气味	具本品应有的滋味、气味，无异味
性状	软胶囊，完整光洁，内容物为油状物
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，%	≤3	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
酸价，mgKOH/g	≤6.0	GB/T 5009.37
过氧化值，g/100g	≤0.25	GB/T 5009.37
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
黄曲霉毒素B ₁ ，μg/kg	≤5.0	GB 5009.22

No. 23004939

【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
锌 (以Zn计), g/100g	0.22~0.38	1 锌的测定
DHA, g/100g	≥15.0	2 DHA的测定
牛磺酸, g/100g	≥15.0	3 牛磺酸的测定

1 锌的测定

1.1 原理: 在213.9nm处测定吸光度。在一定的浓度范围内锌的吸光度值与锌含量成正比, 与标准系列比较定量。

1.2 仪器

1.2.1 原子吸收分光光度计: 配火焰原子化器, 附锌空心阴极灯。

1.2.2 电子分析天平: 感量0.1mg。

1.2.3 可调式电炉。

1.3 试剂

1.3.1 高氯酸为分析纯。

1.3.2 硝酸、盐酸为优级纯。

1.3.3 水为超纯水。

1.3.4 混酸: 硝酸-高氯酸 (3: 1)。

1.3.5 标准品来源纯度: 锌单元素标准物质。

1.4 仪器参考条件

1.4.1 波长: 213.9nm。

1.4.2 缝宽: 0.7 nm。

1.4.3 电流: 8mA。

1.4.4 燃气流量: 2.0L/min。

1.4.5 助燃气流量: 15.0L/min。

1.4.6 焰类型: Air-C₂H₂。

1.5 标准品溶液制备: 取锌标准溶液 (来源: 中国计量科学研究所) 适量用1mol/L盐酸稀释成每毫升含锌0.2、0.4、0.8、1.6μg。

1.6 样品溶液制备 (湿法消解): 取本品约0.1g, 精密称定, 置凯氏烧瓶中, 低温碳化至无烟, 取下后冷却, 加入混酸8mL在电炉上缓缓消解, 待消解至液体剩余2mL左右时观察是否消解完全, 如未消解完全则补加少许混酸继续消解, 直至溶液无色透明或微黄色, 取下冷却, 转移至100mL容量瓶中以超纯水定容, 摇匀, 再取10mL置25mL容量瓶中, 超纯水定容, 摇匀作为供试品溶液。同法制备空白溶液。

1.7 测定

1.7.1 标准曲线的制作: 在锌标准系列溶液按质量浓度由低到高的顺序分别导入火焰原子化器, 原子化后测其吸光度值, 经质量浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标, 制作标准曲线。

1.7.2 试样测定: 在与测定标准溶液相同的实验条件下, 将空白溶液和试样溶液分别导入火焰原子化器, 原子化后测其吸光度值, 与标准系列比较定量。

No. 23004940

1.8 结果计算

$$X = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V}{m}$$

式中:

- X—样品中锌的含量, g/100g;
- ρ_1 —样品测定液中锌的质量浓度, $\mu\text{g/mL}$;
- ρ_0 —样品空白液中锌的质量, $\mu\text{g/mL}$;
- m—取样量, mL;
- V—稀释体积, mL。

2 DHA的测定

2.1 仪器

2.1.1 气相色谱仪。

2.2 试剂

2.2.1 正己烷(分析纯)。

2.2.2 正庚烷(分析纯)。

2.2.3 甲醇(分析纯)。

2.2.4 三氟化硼甲醇溶液: 浓度15%。

2.2.5 标准品: DHA甲酯标准品(CAS: 2566-90-7), 十二烷酸甲酯标准品(CAS: 111-82-0)。

2.3 色谱参考条件

2.3.1 毛细管色谱柱: 二氰丙基硅氧烷强极性固定相, 柱长30m, 内径0.25mm, 膜厚0.25 μm 。

2.3.2 进样器温度: 250 $^{\circ}\text{C}$ 。

2.3.3 检测器温度: 270 $^{\circ}\text{C}$ 。

2.3.4 程序升温: 初始温度170 $^{\circ}\text{C}$, 持续2min。170 $^{\circ}\text{C}$ ~240, 升温速率3 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 保持3min。

2.3.5 载气: 氮气。

2.3.6 分流比: 10: 1。

2.3.7 进样体积: 1 μL 。

2.3.8 流速: 2.6mL/min。

2.4 标准品溶液制备: 十二烷酸甲酯标准溶液(0.8mg/mL): 准确称取约160mg十二烷酸甲酯对照品, 用正庚烷超声溶解并定容至200mL, 即得内标溶液。

2.5 样品溶液制备: DHA甲酯标准溶液(0.8mg/mL): 准确称取20mgDHA甲酯对照品, 用正庚烷超声溶解并定容至25mL, 即得对照品溶液。

2.6 测定

2.6.1 校正因子测定: 取DHA甲酯对照品适量, 精密称定, 加正庚烷制成每1mL约含0.8mg的溶液, 作为对照品溶液。另精密称取十二烷酸甲酯适量, 加正庚烷制成每1mL约含0.8mg的溶液, 作为内标溶液。精密移取对照品溶液和内标溶液各1mL, 摇匀, 吸取1 μL , 注入气相色谱仪测定, 计算校正因子。

2.6.2 供试品溶液的制备: 挤出20粒胶囊内容物, 搅拌均匀, 取内容物约0.1g, 精密称定, 置250mL烧瓶中, 加入2%的氢氧化钠甲醇溶液8mL, 连接回流冷凝器, 80 $^{\circ}\text{C}$ 水浴回流并时时振摇, 约20min。从冷凝器上端加入7mL15%三氟化硼甲醇溶液, 在80 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中继续回流2min。用少量水冲洗回流冷凝器。停止加热, 取出烧瓶, 迅速冷却至室温。精密加入25mL正庚烷, 充分振摇, 再加饱和氯化钠水溶液, 静置使分层。吸取上层正庚烷提取液约5mL, 加3g~5g无水硫酸钠, 振摇1min, 静置5min。作为供试品溶液。

2.6.3 试样溶液的测定: 精密移取供试品溶液和内标溶液各1mL, 摇匀, 作为试样溶液。吸取1 μL , 注入气相色谱仪, 测定, 即得, 根据对照品峰面积、校正因子及内标溶液浓度得到试样溶液中DHA甲酯的浓度。

2.7 结果计算

2.7.1 校正因子测定

$$f = \frac{A_s \times C_R}{A_R \times C_S}$$

式中:

- f—校正因子;
- A_s —内标物质的峰面积;
- A_R —对照品的峰面积;
- C_s —内标物质的浓度, mg/mL;
- C_R —对照品的浓度, mg/mL;

2.7.2 DHA含量测定

$$X = \frac{A_X \times C_S \times f \times V}{A_S \times M \times 10} \times \frac{328.5}{342.5}$$

式中:

- X—DHA含量, g/100g;
- A_X —试样溶液中DHA甲酯的峰面积;
- C_S —试样溶液中内标物质的浓度, mg/mL;
- V—样品的稀释体积, mL;
- A_S —试样溶液中内标物质的峰面积;
- M—样品称样量, g;
- 328.5—DHA的分子量;
- 342.5—DHA甲酯的分子量;

结果保留三位有效数字。

3 牛磺酸的测定

3.1 仪器

- 3.1.1 色谱仪: 安捷伦高效液相色谱仪(紫外检测器)。
- 3.1.2 电子分析天平。
- 3.1.3 涡旋混合器, 超声波震荡器, pH计, 0.45 μ m微孔滤膜。

3.2 试剂

- 3.2.1 丹磺酰氯、乙腈均为色谱纯, 水为超纯水。
- 3.2.2 盐酸甲胺、冰乙酸、盐酸、无水碳酸钠、乙酸钠、亚铁氰化钾、乙酸锌均为分析纯。
- 3.2.3 标准品来源纯度: 牛磺酸标准品: CAS: 107-35-7。

3.3 试剂配制

- 3.3.1 盐酸溶液(1mol/L): 吸取9mL盐酸, 用水稀释并定容到100mL。
- 3.3.2 碳酸钠缓冲液(pH9.5, 80mmol/L): 称取0.424g无水碳酸钠, 加40mL水溶解, 用1mol/L盐酸溶液(3.3.1)调pH至9.5, 用水定容至50mL。该溶液在室温下3个月内稳定。
- 3.3.3 丹磺酰氯溶液(1.5mg/mL): 称取0.15g丹磺酰氯, 用乙腈溶解并定容至100mL。临使用前配制。
- 3.3.4 盐酸甲胺溶液(20mg/L): 称取2.0g盐酸甲胺, 用水溶解并定容至100mL。该溶液保存在4℃下3个月内稳定。
- 3.3.5 乙酸钠缓冲液(10mmol/L, pH4.2): 称取0.820g乙酸钠, 加800mL水溶解, 用冰乙酸调节pH至4.2, 用水定容至1000mL, 经0.45 μ m微孔滤膜过滤。
- 3.3.6 沉淀剂I: 称取15.0g亚铁氰化钾, 用水溶解并定容至100mL。该沉淀剂在室温下3个月内稳定。
- 3.3.7 沉淀剂II: 称取30.0g乙酸锌, 用水溶解并定容至100mL。该沉淀剂在室温下3个月内保持稳定。

3.4 色谱参考条件

- 3.4.1 色谱柱: C_{18} 反相色谱柱(250mm \times 4.6mm, 5 μ m)或相当者。
- 3.4.2 流动相: 乙酸钠缓冲液(3.3.5)+乙腈=70+30(体积比)。
- 3.4.3 流速: 1.0mL/min。
- 3.4.4 柱温: 室温。
- 3.4.5 检测波长: 紫外检测器或二极管阵列检测器: 254nm。
- 3.4.6 进样量: 20 μ L。

3.5 标准品溶液制备

- 3.5.1 牛磺酸标准储备溶液(1mg/mL): 准确称取0.1000g牛磺酸标准品, 用水溶解并定容至100mL。
- 3.5.2 牛磺酸标准工作液(紫外检测器用): 将牛磺酸标准储备溶液(3.5.1)用水稀释制备一系列标准溶液, 标准系列浓度为: 0、5.0、10.0、15.0、20.0、25.0 μ g/mL, 临用前现配。

3.6 样品溶液制备

- 3.6.1 试液提取: 挤出20粒胶囊内容物, 搅拌均匀, 称取试样0.5g(精确至0.01g)于100mL量瓶中, 加入60℃左右水40mL, 摇匀使试样溶解, 放入超声波振荡器中超声提取10min, 冷却到室温, 用水定容至刻度。移取2.0mL至100mL量瓶, 加40mL水, 再加1.0mL沉淀剂I(3.3.6), 涡旋混合, 1.0mL沉淀剂II(3.3.7), 涡旋混合, 用水定容至刻度, 充分混匀。样液于5000r/min下离心10min, 取上清液备用。上清液在4℃暗处保存放置24h内稳定。

- 3.6.2 试液衍生化: 准确吸取1.00mL3.5.1所得上清液到10mL具塞玻璃试管中, 加入1.00mL碳酸钠缓冲液(3.3.2), 1.00mL丹磺酰氯溶液(3.3.3), 充分混合, 室温避光衍生反应2h(1h后需摇晃1次), 加入0.10mL盐酸甲胺溶液(3.3.4)涡旋混合, 以终止反应, 避光静置至沉淀完全。取上清液经0.45 μ m微孔滤膜过滤, 取滤液备用。衍生物在4℃以下可避光保存48h。另取1.00mL标准工作液(3.5.2), 与试液同

步进行衍生。

3.7 测定：将试样溶液注入高效液相色谱仪中，得到色谱峰面积，根据标准曲线得到待测液中牛磺酸的浓度。

3.8 结果计算

$$X = \frac{c \times V}{m \times 1000} \times 100$$

式中：

X—试样中牛磺酸的含量，mg/100g；

c—试样测定液中牛磺酸的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

V—试样定容体积，mL；

m—试样质量，g。

结果保留三位有效数字。

【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. DHA藻油：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. 牛磺酸：应符合GB 14759《食品安全国家标准 食品添加剂 牛磺酸》的规定。
 3. 葡萄糖酸锌：应符合GB 8820《食品安全国家标准 食品添加剂 葡萄糖酸锌》的规定。
 4. 核桃油：应符合GB/T 22327《核桃油》的规定。
 5. 明胶：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 6. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 7. 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。
 8. 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。
-