

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20151005

天然β-胡萝卜素软胶囊

【原料】

【辅料】

【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】

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	囊皮呈红色，内容物呈红色，颜色均匀一致
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	软胶囊，表面光滑，无破损；内容物为混悬油状物
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
酸价，mgKOH/g	≤4.0	1 酸价的测定
过氧化值，g/100g	≤0.25	GB/T 5009.37
灰分，%	≤3.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》二部
黄曲霉毒素B ₁ ，μg/kg	≤10	GB/T 5009.22
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0	GB 5009.12
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0	GB/T 5009.11

总汞（以As计），mg/kg	≤0.3	GB/T 5009.17
日落黄，g/kg	≤0.3	GB/T 5009.35
诱惑红，g/kg	≤0.5	2 诱惑红的测定

1 酸价的测定

1.1 原理：样品中的游离脂肪酸用氢氧化钾标准溶液滴定，每克产品中消耗氢氧化钾的毫克数，称为酸价。

1.2 试剂

1.2.1 氢氧化钾标准滴定溶液（0.05mol/L）

1.2.2 乙醇-乙醚混合溶液=1:1

1.3 仪器：电位滴定仪

1.4 样品测定：取样品内容物约3.0g，精密称定，置于电位滴定仪烧杯中，加乙醇-乙醚混和溶液（1:1）50mL，搅拌使完全溶解。在烧杯上装上电位滴定组件，使电极响应隔膜和滴定头完全浸入样品溶液中，开启搅拌器，飞快搅拌，不能飞溅。以氢氧化钾标准滴定溶液（0.05mol/L）进行滴定。用氢氧化钾滴定液（0.05mol/L）进行滴定至等当点。移走滴定溶液，用乙醇清洗电极，浸泡在蒸馏水中。同时用乙醇-乙醚混合溶液（1:1）50mL混合溶剂做空白滴定。

1.5 结果计算

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times C \times 56.11}{m}$$

式中：

X—样品的酸价（以氢氧化钾计），mg/g；

V_1 —样品消耗氢氧化钾标准滴定溶液的体积，mL；

V_2 —空白溶液消耗氢氧化钾标准滴定溶液的体积，mL；

C—氢氧化钾标准滴定溶液的浓度，mol/L；

M—样品质量，g；

56.11—与1.0mL氢氧化钾标准滴定溶液[c（KOH）=1.000mol/L]相当的氢氧化钾毫克数。

2 诱惑红的测定

2.1 原理：样品经溶解、稀释、过滤后，使用具有紫外检测器的高效液相色谱仪测定诱惑红，根据色谱峰的保留时间定性，外标法峰面积定量。

2.2 试剂

2.2.1 甲醇：色谱纯

2.2.2 聚酰胺粉：过100目筛

2.2.3 乙酸铵溶液（0.02mol/L）：称取1.54g乙酸铵加水至1000mL，溶解，经0.45μm滤膜过滤。

2.2.4 甲醇-甲酸（6:4）溶液：量取甲醇60mL、甲酸40mL，混匀。

2.2.5 无水乙醇-氨水-水（7:2:1）溶液：量取无水乙醇70mL、氨水20mL、水10mL，混匀。

2.2.6 柠檬酸溶液：称取20g柠檬酸，加水至100mL，混匀。

2.2.7 pH6.0的水：水加柠檬酸溶液调pH值到6。

2.2.8 诱惑红标准溶液：准确称取0.1g诱惑红标准品于100.0mL容量瓶中，用纯水溶解、定容，配成1.00mg/mL储备液，备用。临用前用水稀释成所需使用液。

2.3 仪器：高效液相色谱仪（附紫外检测器）

2.4 色谱条件

2.4.1 色谱条件：250×4.6mm，5μm ODS C_{18} 柱。

2.4.2 流动相：甲醇-乙酸铵溶液（0.02mol/L）=35:65。梯度洗脱，甲醇：20～35%，3%/min；35～98%，9%/min；98%继续6min。

2.4.3 检测波长：254nm

2.4.4 柱温：30℃

2.4.5 流速：1mL/min

2.5 样品处理：精密称取重量约为5g样品，放入100mL烧杯中，加水30mL，于60℃水浴，使其完全溶解。

2.6 色素提取：样品溶液加柠檬酸溶液调pH值到6，加热至60℃，将1g聚酰胺粉加少许水调成粥状，倒入样品溶液中，搅拌片刻，以G3垂融漏斗抽滤，用60℃水（pH4.0）洗涤3～5次，然后用甲醇-甲酸混合溶液洗涤3～5次，再用水洗至中性，用无水乙醇-氨水-水混合溶液解吸3～5次，每次5mL，收集解吸液，加乙酸中和，蒸发至近干，残渣加水溶解，并转移至10mL容量瓶中，定容，过滤，做样品溶液。

2.7 样品测定：分别取10μL标准溶液及样品溶液注入色谱仪中，以保留时间定性峰面积定量。

2.8 结果计算

$$X = \frac{A_1 \times C \times V}{A_2 \times M}$$

式中：

X—样品中诱惑红的含量，mg/kg；

A₁—样品溶液的峰面积；

A₂—标准溶液的峰面积；

C—标准溶液的浓度，mg/mL；

V—样品稀释体积，mL；

M—样品称取量，kg。

【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

【功效成分含量测定】 应符合表4的规定。

表4 功效成分含量测定

项 目	指 标	检测方法
β-胡萝卜素，g/100g	1.30～2.50	1 β-胡萝卜素的测定

1 β-胡萝卜素的测定

1.1 原理：样品中的β-胡萝卜素与标准对照品的正己烷溶液用分光光度计于450nm波长处测定吸光度值，比色定量。

1.2 试剂

1.2.1 氯仿：分析纯

1.2.2 正己烷：分析纯

1.2.3 β-胡萝卜素标准品：纯度>97.0%（UV）

1.3 仪器：可见分光光度计

1.4 样品测定：准确称取0.10g左右的均匀样品（精确至0.0001g），用氯仿溶解并定容至25mL，吸0.10mL该溶液于5mL棕色容量瓶中，用正己烷定容至5mL刻度。

1.5 标准溶液的配制及标定：称取5.0mgβ-胡萝卜素标准品溶解在25mL氯仿中。参照GB/T 5009.83-2003吸取0.05mL上述标准溶液加入到5.0mL正己烷溶液中，于450nm波长处，以正己烷作空白调零测定其吸光度值，连续测定三次取其平均值，按下式计算标准溶液的浓度。

$$X = \frac{A}{E} \times \frac{5.05}{0.05}$$

式中：

X—β-胡萝卜素标准溶液浓度，μg/mL；

A—吸光度值；

E—β-胡萝卜素在正己烷溶液中，入射光波长450nm，比色杯厚度1cm，溶液浓度为1mg/L的吸光系数，为0.2638；

5.05

——测定过程中稀释倍数的换算系数。

0.05

1.6 标准曲线的绘制：用正己烷作溶剂，再配成0、0.5、1.0、1.5、2.0、2.5μg/mL的标准曲线系列，于450nm波长处测定并记录相应的吸光度值，绘制曲线图。

1.7 结果计算

$$\text{样品中}\beta\text{-胡萝卜素的含量 (g/100g)} = \frac{\text{样品相当标准}\mu\text{g/mL} \times 25\text{mL} \times (5/0.1) \times 100}{\text{样品重量 (g)} \times 1000000}$$

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】

【原辅料质量要求】
