

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20110274

安立清牌海豹油软胶囊

- 【原料】 海豹油
- 【辅料】 明胶、纯化水、甘油
- 【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】

口服固体药用高密度聚乙烯瓶应符合YBB00122001的规定，口服固体药用聚酯瓶应符合YBB00262002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，呈淡黄色；内容物呈淡黄色，色泽均匀
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	软胶囊，完整光洁，无粘结、变形、漏囊等现象；内容物为油状液体
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【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，%	≤1.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30	《中华人民共和国药典》
碘值，g/100g	≥50.0	GB/T 5532
酸价，mgKOH/g	≤2.0	GB 5009.229
过氧化值，mmol/kg	≤3.0	GB 5009.227

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
镉（以Cd计），mg/kg	≤0.2	GB 5009.15

【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
二十碳五烯酸（EPA），g/100g	≥6.5	1 EPA、DHA、DPA的测定
二十二碳六烯酸（DHA），g/100g	≥9.0	1 EPA、DHA、DPA的测定
二十二碳五烯酸（DPA），g/100g	≥4.0	1 EPA、DHA、DPA的测定

1 EPA、DHA、DPA的测定

1.1 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。本标准适用于油脂保健食品中C16-C22不饱和脂肪酸含量的测定。

1.2 试剂

除注明外，所用试剂均为分析纯。

1.2.1 正己烷：沸点68.7℃。

1.2.2 0.5mol/L氢氧化钾甲醇溶液：称取28g KOH溶于1000mL甲醇。

1.2.3 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。

1.2.4 标准品：EPAM标准品（纯度99.2%），DHAM标准品（纯度99.7%），DPAM标准品（纯度98.7%）。均来源于美国SIGMA公司。

1.2.5 标准品溶液：精密量取EPAM标准液0.1mL、DHAM标准液0.1mL、DPAM标准液0.1mL，置10mL棕色容量瓶中，正己烷定容，作为混标溶液。

1.3 仪器

1.3.1 气相色谱仪：附氢火焰（FID）检测器。

1.3.2 数据处理机：或积分仪。

1.3.3 分析天平：1/10000。

1.3.4 分析天平：1/1000。

- 1.3.5 加热式磁力搅拌器。
- 1.3.6 标准磨口烧瓶(50mL)和直形冷凝管。
- 1.4 试样制备
- 1.4.1 脂肪的提取：按GB 5009.6规定的方法提取。
- 1.4.2 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，加入4mL0.5mol/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中导入氮气，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±5℃，搅拌回流约15min。
- 1.4.3 脂化：从冷凝管上部加入4mL三氟化硼甲醇溶液，搅拌（65±5℃），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 色谱条件
- 1.5.1 色谱柱：FFAP（改性聚乙二醇20M，30m×0.25mm i.d. 0.25μm）。
- 1.5.2 柱箱温度：215℃。
- 1.5.3 进样口温度：250℃。
- 1.5.4 检测器温度：260℃。
- 1.5.5 氮气：50mL/min，30:1分流；氢气：45mL/min；空气：500mL/min。
- 1.6 定性分析：在1.5项色谱条件下，分析取标准品溶液和试样测定液1.0μL，注入气相色谱仪，以保留时间来确定EPAM、DHAM、DPAM。
- 1.7 定量分析：试样中EPAM、DHAM、DPAM的色谱峰面积或峰高与标准EPAM、DHAM、DPAM的比较定量。
- 1.8 结果计算

$$X_1 = \frac{A_1}{A_2} \times \rho \times \frac{V}{m} \times \frac{1}{1000} \times 0.95567 \times 100$$
$$X_2 = \frac{A_1}{A_2} \times \rho \times \frac{V}{m} \times \frac{1}{1000} \times 0.95904 \times 100$$
$$X_3 = \frac{A_1}{A_2} \times \rho \times \frac{V}{m} \times \frac{1}{1000} \times 0.95936 \times 100$$

式中：

- X_1 —试样中EPA含量，g/100g；
 X_2 —试样中DHA含量，g/100g；
 X_3 —试样中DPA含量，g/100g；
 A_1 —分别为试样中EPAM、DHAM、DPAM色谱峰面积或峰高；
 A_2 —标准溶液中各相应的色谱峰面积或峰高；
 ρ —标准溶液对应成份的浓度，mg/mL；
 v —正己烷定容体积，mL；
 m —试样质量，g。

0.95567、0.95904、0.95936分别为EPA、DHA、DPA的换算系数。

【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. 海豹油

项 目	指 标
来源	加拿大竖琴海豹
制法	经切碎、挤压、离心、消毒（100℃，30min）、过滤、储存（氮气罐）等主要工艺加工制成。
感官	油状透明液体，有海豹油特有的腥味，无酸败味、无异味、无杂质

酸值, mg/g	≤3.0
过氧化值(以脂肪计), mmol/kg	≤5.0
碘值, g/100g	≥10.0
二十碳五烯酸(EPA), %	≥6.5
二十二碳六烯酸(DHA), %	≥9.0
二十二碳五烯酸(DPA), %	≥4.0
菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

- 2. 明胶：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 3. 甘油：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 4. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。