



中华人民共和国国家标准

GB/T ×××××.3—202×

保健食品原料 第3部分：辅酶 Q₁₀

Health food raw materials—Part 3: Coenzyme Q₁₀

××××-××-××发布

××××-××-××实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件规定了保健食品原料质量技术要求，并符合现行食品安全标准等文件的相关规定。

本文件是 GB/T ×××××《保健食品原料》的第 3 部分。GB/T ×××××已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：螺旋藻；
- 第 2 部分：破壁灵芝孢子粉；
- 第 3 部分：辅酶 Q₁₀；
- 第 4 部分：褪黑素。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国特殊食品标准化技术委员会(SAC/TC 466)提出并归口。

本文件起草单位：国家市场监督管理总局食品审评中心、中国食品药品检定研究院。

本文件主要起草人：萨翼、李高林、宁霄、宋川、刘彤彤、李淑娟。

引 言

2016 年国家食品药品监督管理总局发布《保健食品注册与备案管理办法》;2020 年 12 月 1 日,辅酶 Q₁₀ 等 5 种原料正式纳入保健食品原料目录,该目录中对原料质量技术要求进行了规定,并由国家市场监督管理总局、国家卫生健康委员会和国家中医药管理局联合发布。2021 年 2 月 1 日,国家市场监督管理总局发布了《辅酶 Q₁₀ 等五种保健食品原料备案产品剂型及技术要求》,以辅酶 Q₁₀ 为原料的产品备案时,原料应符合发布的原料质量技术要求。

GB/T ×××××《保健食品原料》在《保健食品原料目录 辅酶 Q₁₀》基础上制定,旨在为行业提供更具操作性的技术规范,拟由以下部分构成。

- 第 1 部分:螺旋藻。目的在于规范保健食品用螺旋藻原料的质量技术要求。
- 第 2 部分:破壁灵芝孢子粉。目的在于规范保健食品用破壁灵芝孢子粉原料的质量技术要求。
- 第 3 部分:辅酶 Q₁₀。目的在于规范保健食品用辅酶 Q₁₀ 原料的质量技术要求。
- 第 4 部分:褪黑素。目的在于规范保健食品用褪黑素原料的质量技术要求。

保健食品原料 第3部分:辅酶 Q₁₀

1 范围

本文件规定了保健食品用原料辅酶 Q₁₀的技术要求、检验规则和标志、标签、包装、运输、贮存,描述了相应的试验方法。

本文件适用于采用发酵法、动物心脏提取法和合成法工艺制得的保健食品用原料辅酶 Q₁₀。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 191 包装储运图形符号标志
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB 4789.2 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定
- GB 4789.3 食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠菌群计数
- GB 4789.4 食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验
- GB 4789.10 食品安全国家标准 食品微生物学检验 金黄色葡萄球菌检验
- GB 4789.15 食品安全国家标准 食品微生物学检验 霉菌和酵母计数
- GB 5009.11 食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定
- GB 5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定
- GB 5009.17 食品安全国家标准 食品中总汞及有机汞的测定
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

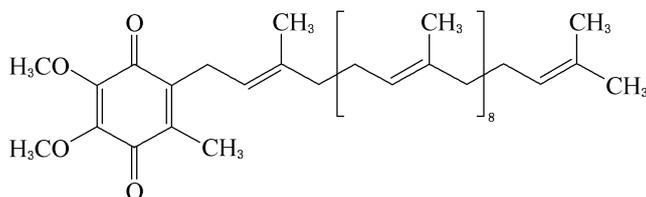
4.1 化学名称

2-[(全-*E*)-3,7,11,15,19,23,27,31,35,39-十甲基-2,6,10,14,18,22,26,30,34,38-四十癸烯基]-5,6-二甲氧基-3-甲基-*p*-苯醌。

4.2 分子式

C₅₉H₉₀O₄。

4.3 结构式



4.4 相对分子质量

863.365(按 2021 年国际相对原子质量)。

5 分类

5.1 辅酶 Q₁₀(发酵法)

经微生物(酵母菌 *Saccharomyces cerevisiae* 或类球红细菌 *Rhodobacter sphaeroides*)发酵、提取、精制等过程制得的辅酶 Q₁₀。

5.2 辅酶 Q₁₀(提取法)

以动物心脏为原料经提取、精制等过程制得的辅酶 Q₁₀。

5.3 辅酶 Q₁₀(合成法)

以茄尼醇为原料经合成、精制等过程制得的辅酶 Q₁₀。

6 技术要求

6.1 鉴别

保健食品用原料辅酶 Q₁₀鉴别应同时满足以下要求：

- a) 符合显色反应判别结果；
- b) 色谱主峰保留时间与标准样品/标准物质(CAS号:303-98-0)一致；
- c) 红外光谱图与标准样品/标准物质(CAS号:303-98-0)一致。

6.2 感官要求

应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

| 项 目 | 要 求 |
|-------|-------------------|
| 色泽 | 黄色至橙黄色 |
| 滋味、气味 | 无臭无味 |
| 状态 | 结晶性粉末,无正常视力可见外来异物 |

6.3 理化指标

应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

| 项 目 | | 指 标 |
|--------------------|--------|------|
| 有关物质 | 单个杂质/% | ≤0.5 |
| | 总杂质/% | ≤1.0 |
| 顺式异构体/% | | ≤0.5 |
| 灼烧残渣/% | | ≤0.1 |
| 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 |

6.4 微生物指标

应符合表 3 的规定。

表 3 微生物指标

| 项 目 | 指 标 |
|-----------------------------|---------|
| 菌落总数/(CFU/g) | ≤30 000 |
| 霉菌和酵母/(CFU/g) | ≤50 |
| 大肠菌群/(MPN/g) | ≤0.92 |
| 沙门氏菌 | 0/25 g |
| 金黄色葡萄球菌 | 0/25 g |
| 注：表中“0/25 g”代表“不得检出每 25 g”。 | |

6.5 标志性成分指标

应符合表 4 的规定。

表 4 标志性成分指标

| 项 目 | 指 标 |
|-------------------------|------------|
| 辅酶 Q ₁₀ 含量/% | 98.0~101.0 |

7 试验方法

7.1 鉴别

按照附录 A 中 A.2 规定的方法执行。

7.2 感官要求

取适量样品,置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光下观察色泽和状态。嗅其气味,用温开水漱口,

品其滋味。

7.3 有关物质

按照 A.4 规定的方法测定。

7.4 顺式异构体

按照 A.5 规定的方法测定。

7.5 灼烧残渣

按照 A.6 规定的方法测定。

7.6 铅

按照 GB 5009.12 规定的方法测定。

7.7 总砷

按照 GB 5009.11 规定的方法测定。

7.8 总汞

按照 GB 5009.17 规定的方法测定。

7.9 菌落总数

按照 GB 4789.2 规定的方法测定。

7.10 霉菌和酵母

按照 GB 4789.15 规定的方法测定。

7.11 大肠菌群

按照 GB 4789.3 中“MPN 计数法”规定的方法测定。

7.12 沙门氏菌

按照 GB 4789.4 规定的方法测定。

7.13 金黄色葡萄球菌

按照 GB 4789.10 规定的方法测定。

7.14 辅酶 Q₁₀ 含量

按照 A.3 规定的方法测定。

8 检验规则

8.1 组批

同一批原料、相同生产工艺、连续生产或同一班次生产的同一规格的产品为一批。

8.2 抽样

8.2.1 按照表 5 规定随机抽取样本。

表 5 辅酶 Q₁₀ 原料抽样表

| 批量范围/最小包装单位 | 抽取样本数/最小包装单位 |
|-------------|--------------|
| <50 | 2 |
| 50~100 | 4 |
| >100 | 6 |

8.2.2 将抽取的样品平均分装 2 份置于两个洁净、干燥的容器中,密封,注明产品名称、批号、取样时间及地点、取样人姓名等,其中 1 份供检测用,另 1 份封存后保存以备复查。

8.3 出厂检验

产品出厂前,应按照本文件规定逐批进行检验。出厂检验项目为感官、辅酶 Q₁₀ 含量、有关物质、灼烧残渣,若产品原料为辅酶 Q₁₀(合成法),则检验项目还应包括顺式异构体。

8.4 型式检验

检验项目为本文件要求中规定的全部项目,一般情况下,型式检验半年进行一次。有下列情况之一时,也应进行型式检验:

- a) 原辅料有较大变化时;
- b) 更改关键工艺或设备时;
- c) 新产品投产时;
- d) 产品停产 3 个月以上,恢复生产时;
- e) 出厂检验与上次型式检验结果有较大差异时;
- f) 生产场所发生变化时;
- g) 国家行政主管机构提出型式检验要求时。

8.5 判定规则

8.5.1 所检验项目全部合格,判定该批次产品符合本文件要求。

8.5.2 检验结果中有任何指标不符合本文件规定时,可自同批产品中重新加倍取样进行复检。若复检结果仍不符合本文件规定,则判定该批产品不符合本文件要求。微生物指标不应复检。

9 标志、标签、包装、运输、贮存

9.1 标志

包装储运图形符号标志应符合 GB/T 191 的要求。

9.2 标签

标签上应标明:产品分类、名称、批号、规格、净含量、执行标准、生产厂名、厂址、生产日期、保质期和贮存条件。

9.3 包装

包装容器(瓶、桶、袋等)应整洁、无破损。包装材料应符合相关食品安全国家标准。

9.4 运输

9.4.1 运输工具应清洁。

9.4.2 不应与有毒、有害、有腐蚀性和含有异味的物品混装、混运,不应受潮、受压、曝晒。装卸时,应轻拿轻放,不应直接钩扎包装。

9.5 贮存

9.5.1 应储存在密封、避光、阴凉干燥、清洁的仓库内,严防曝晒雨淋,严禁火种。

9.5.2 不应与有毒、有害、有腐蚀性和含有异味的物品混放。

附 录 A
(规范性)
检 验 方 法

A.1 一般规定

本方法中所用的水,在未注明其他要求时,应符合 GB/T 6682 中水的规格,所用试剂,在未注明其他规格时,均指分析纯。分析中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

A.2 鉴别试验

A.2.1 显色法

A.2.1.1 分析步骤

称取辅酶 Q₁₀ 原料约 20 mg(精确至 0.1 mg),加入无水乙醇 40 mL,在 50 °C 水浴中振摇至溶解,冷却至室温,转移至 100 mL 容量瓶中,用无水乙醇定容,制成浓度约为 0.2 mg/mL 的试样溶液。取试样溶液,加入硼氢化钠 50 mg,摇匀。

A.2.1.2 结果判别

溶液黄色消失。

A.2.2 高效液相色谱法

A.2.2.1 分析步骤

称取辅酶 Q₁₀ 原料约 20 mg(精确至 0.1 mg),加入无水乙醇 40 mL,在 50 °C 水浴中振摇至溶解,冷却至室温,转移至 100 mL 容量瓶中,用无水乙醇定容,制成浓度约为 0.2 mg/mL 的试样溶液。称取辅酶 Q₁₀ 标准样品/标准物质约 20 mg(精确至 0.1 mg),按同样方法制备标准样品/标准物质溶液。在规定的色谱条件下进行测定。以上操作应在避光条件下进行。

A.2.2.2 结果判别

试样溶液主峰的保留时间应与标准样品/标准物质溶液主峰的保留时间基本保持一致。辅酶 Q₁₀ 高效液相色谱图见附录 B 的图 B.1。

A.2.2.3 红外光谱法

A.2.2.4 操作步骤

取适量样品,与 100 mg 光谱级溴化钾充分混匀,压片,置红外光谱仪中扫描。

A.2.2.5 结果判别

试样红外光吸收图谱应与标准样品/标准物质的红外光吸收图谱一致。辅酶 Q₁₀ 红外光吸收图谱见图 B.2。

A.3 辅酶 Q₁₀ 含量的测定

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 甲醇:色谱纯。

A.3.1.2 无水乙醇:色谱纯。

A.3.1.3 辅酶 Q₁₀ 标准样品/标准物质(CAS 号:303-98-0):纯度不低于 99%,或经国家认证并授予证书的标准样品/标准物质。

A.3.2 仪器和设备

A.3.2.1 恒温水浴锅。

A.3.2.2 高效液相色谱仪:配有紫外检测器或性能相当者。

A.3.2.3 电子天平:精密度 0.1 mg。

A.3.3 色谱参考条件

色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱:C₁₈柱(粒径 5 μm,4.6 mm×150 mm),或等效色谱柱;
- b) 流动相:甲醇-无水乙醇(50:50,体积分数);
- c) 流速:1.0 mL/min;
- d) 柱温:35 ℃;
- e) 检测波长:275 nm;
- f) 进样量:20 μL。

A.3.4 分析步骤

A.3.4.1 试样溶液的制备

称取辅酶 Q₁₀ 原料约 20 mg(精确至 0.1 mg),加入无水乙醇(A.3.1.2)40 mL,在 50 ℃水浴中振摇至溶解,冷却至室温,转移至 100 mL 容量瓶中,用无水乙醇(A.3.1.2)稀释定容至刻度,摇匀,制成浓度约为 0.2 mg/mL 的试样溶液。以上操作应在避光条件下进行。

A.3.4.2 标准溶液的制备

称取辅酶 Q₁₀ 标准样品/标准物质(A.3.1.3)约 20 mg(精确至 0.1 mg),加入无水乙醇(A.3.1.2)40 mL,在 50.0 ℃水浴中振摇至溶解,冷却至室温,转移至 100 mL 容量瓶中,用无水乙醇(A.3.1.2)稀释定容至刻度,摇匀,制成浓度约为 0.2 mg/mL 的标准样品/标准物质溶液。以上操作应在避光条件下进行。标准样品/标准物质析出时,使用前超声处理。

A.3.4.3 测定

将标准溶液(A.3.4.2)和试样溶液(A.3.4.1)依次注入高效液相色谱仪,得到相应峰面积(辅酶 Q₁₀ 高效液相色谱图见图 B.1),计算试样中辅酶 Q₁₀ 的含量。

A.3.5 结果计算

辅酶 Q₁₀ 含量按公式(A.1)计算:

$$W = \frac{A_u \times C_s \times V}{A_s \times m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(A.1)$$

式中：

W ——辅酶 Q_{10} 的含量，%；

A_u ——试样溶液的峰面积；

C_s ——标准样品/标准物质溶液的浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V ——试样溶液的定容体积，单位为毫升(mL)；

A_s ——标准样品/标准物质溶液的峰面积；

m ——试样的称样量，单位为毫克(mg)。

计算结果保留一位小数。

A.3.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 2%。

A.4 有关物质的测定

A.4.1 试剂和材料

辅酶 Q_9 标准样品/标准物质(CAS号:303-97-9)：纯度不低于 99%，或经国家认证并授予证书的标准样品/标准物质。

其余同 A.3.1。

A.4.2 仪器和设备

同 A.3.2。

A.4.3 色谱参考条件

色谱参考条件同 A.3.3。

A.4.4 分析步骤

A.4.5 试样溶液的制备

称取辅酶 Q_{10} 原料约 20 mg，加无水乙醇(A.3.1.2)40 mL，在 50 °C 水浴中振摇溶解，冷却至室温，转移至 100 mL 容量瓶中，用无水乙醇(A.3.1.2)稀释定容至刻度，摇匀，制成浓度约为 0.2 mg/mL 的试样溶液。以上操作应在避光条件下进行。

A.4.6 对照溶液的制备

量取试样溶液(A.4.5)1 mL，转移至 100 mL 容量瓶中，用无水乙醇(A.3.1.2)稀释定容至刻度，摇匀，制成浓度约为 2 μ g/mL 的对照溶液。以上操作应在避光条件下进行。

A.4.7 系统适用性溶液的制备

避光操作。精密称取辅酶 Q_{10} 对照品和辅酶 Q_9 对照品适量，用无水乙醇溶解并稀释制成每 1 mL 中各约含 0.2 mg 的混合溶液，作为系统适用性溶液。

A.4.8 灵敏度溶液的制备

避光操作。精密量取对照溶液 1 mL，置 20 mL 量瓶中，用无水乙醇稀释定容至刻度，摇匀，制成每 1 mL 中约含 0.1 μ g 的溶液，作为灵敏度溶液。

A.4.9 测定

取系统适用性溶液注入高效液相色谱仪,记录色谱图。辅酶 Q₉ 峰和辅酶 Q₁₀ 峰之间的分离度应大于 6.5,理论板数按辅酶 Q₁₀ 峰计算不低于 3 000。

取灵敏度溶液注入高效液相色谱仪,记录色谱图。主成分色谱峰高的信噪比不小于 10。

将上述溶液依次注入高效液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。分别测量灵敏度溶液、对照溶液(A.4.6)色谱图中的主峰面积和试样溶液(A.4.5)色谱图中所有峰的面积。供试品溶液色谱图中小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。试样溶液色谱图中单个杂质峰面积不应大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(0.5%),各杂质峰面积之和不应大于对照溶液的主峰面积(1.0%)。

A.4.10 结果计算

样品中单个杂质含量按公式(A.2)计算;样品中总杂质含量按公式(A.3)计算:

$$W = \frac{A_u}{A_s \times F} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(A.2)$$

式中:

- W —— 单个杂质的含量, %;
- A_u —— 试样溶液中(除去主峰)单个杂质的峰面积;
- A_s —— 对照溶液的主峰面积;
- F —— 稀释倍数为 100。

$$W = \frac{A_n}{A_s \times F} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(A.3)$$

式中:

- W —— 总杂质的含量, %;
- A_n —— 试样溶液中(除去主峰)各杂质的峰面积和;
- A_s —— 对照溶液的主峰面积;
- F —— 稀释倍数为 100。

计算结果保留一位小数。

A.4.11 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不超过其算术平均值的 2%。

A.5 顺式异构体的测定

A.5.1 试剂和材料

- A.5.1.1 30%过氧化氢溶液。
- A.5.1.2 正己烷:色谱纯。
- A.5.1.3 乙酸乙酯:色谱纯。

A.5.2 仪器和设备

- A.5.2.1 电子天平:精确度 0.1 mg。
- A.5.2.2 高效液相色谱仪:配有紫外检测器或性能相当者。
- A.5.2.3 光照箱。

A.5.3 色谱条件

色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱:用硅胶为填充剂(粒径 5 μm,4.6 mm×250 mm),或等效色谱柱;
- b) 流动相:正己烷-乙酸乙酯(97:3,体积分数);
- c) 流速:2.0 mL/min;
- d) 柱温:35 ℃;
- e) 检测波长:275 nm;
- f) 进样量:20 μL。

A.5.4 分析步骤

A.5.4.1 试样溶液的制备

称取辅酶 Q₁₀ 原料,加正己烷(A.5.1.2)溶解,稀释制成浓度约为 1 mg/mL 的试样溶液。临用现配。以上操作应在避光条件下进行。

A.5.4.2 对照溶液的制备

量取试样溶液(A.5.4.1)1 mL,转移至 200 mL 容量瓶中,用正己烷(A.5.1.2)稀释制成浓度约为 5 μg/mL 的对照溶液。临用现配。以上操作应在避光条件下进行。

A.5.4.3 系统适用性溶液的制备

避光操作,临用新制。精密称取辅酶 Q₁₀ 原料约 10 mg,加正己烷溶解并稀释制成每 1 mL 中约含 1 mg 的溶液,加入 30%过氧化氢溶液 2 μL,置光照箱(温度 30 ℃,LX2000)下放置 4 h,摇匀,作为系统适用性溶液。

A.5.4.4 测定

取系统适用性溶液注入高效液相色谱仪,记录色谱图。辅酶 Q₁₀ 峰的保留时间约为 10 min,色谱图中相对主峰保留时间约为 0.9 的色谱峰为顺式异构体峰,顺式异构体峰与辅酶 Q₁₀ 峰之间的分离度应大于 1.5。

将上述对照溶液(A.5.4.2)和试样溶液(A.5.4.1)依次注入高效液相色谱仪,记录色谱图(辅酶 Q₁₀ 顺式异构体高效液相色谱图见图 B.3)。分别测量对照溶液的主峰面积和试样溶液色谱图中顺式异构体的峰面积。试样溶液色谱图中如有与顺式异构体保留时间一致的色谱峰,其峰面积不应大于对照溶液的主峰面积(0.5%)。

A.5.5 结果计算

顺式异构体的含量按公式(A.4)计算:

$$W = \frac{A_n}{A_s \times F} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

- W —— 顺式异构体的含量, %;
 - A_n —— 试样溶液中顺式异构体的峰面积;
 - A_s —— 对照溶液的主峰面积;
 - F —— 稀释倍数为 200。
- 计算结果保留一位小数。

A.5.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不超过算术平均值的 2%。

A.6 灼烧残渣的测定

A.6.1 试剂和材料

A.6.1.1 硫酸(H₂SO₄),98%(质量分数)。

A.6.2 仪器和设备

A.6.2.1 坩埚:50 mL。

A.6.2.2 干燥器:干燥剂为变色硅胶。

A.6.2.3 电子天平:精确度 0.1 mg。

A.6.3 分析步骤

称取辅酶 Q₁₀原料约 1.0 g,置已炽灼至恒重的坩埚中,精密称定,缓缓炽灼至完全炭化,放冷后,加硫酸(A.6.1.1)0.5 mL~1 mL 使湿润,低温加热至硫酸蒸气除尽后,在 700 °C~800 °C 炽灼使完全灰化,移置干燥器内,放冷,精密称定。重复炽灼至恒重。

A.6.4 结果计算

灼烧残渣的结果以硫酸盐计,按公式(A.5)计算:

$$\omega = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.5)$$

式中:

ω ——灼烧残渣的质量分数,%;

m_1 ——残渣和空坩埚的质量,单位为克(g);

m_2 ——空坩埚的质量,单位为克(g);

m ——样品的称样量,单位为克(g)。

计算结果保留一位小数。

A.6.5 精密度

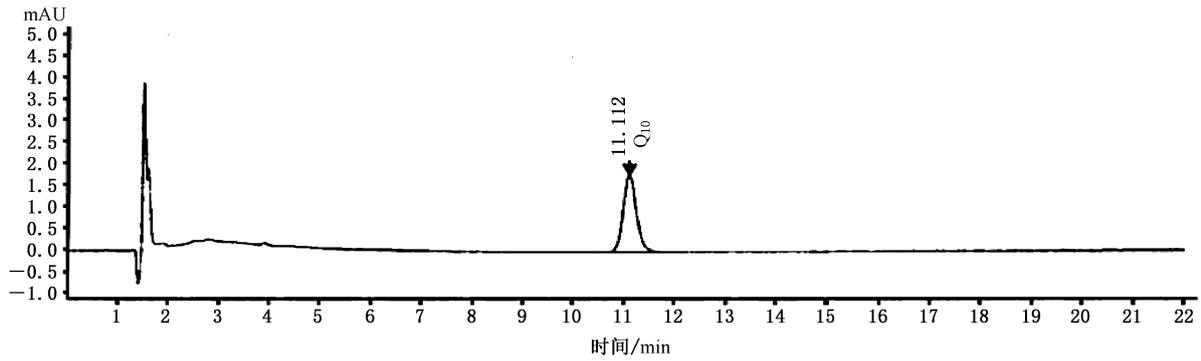
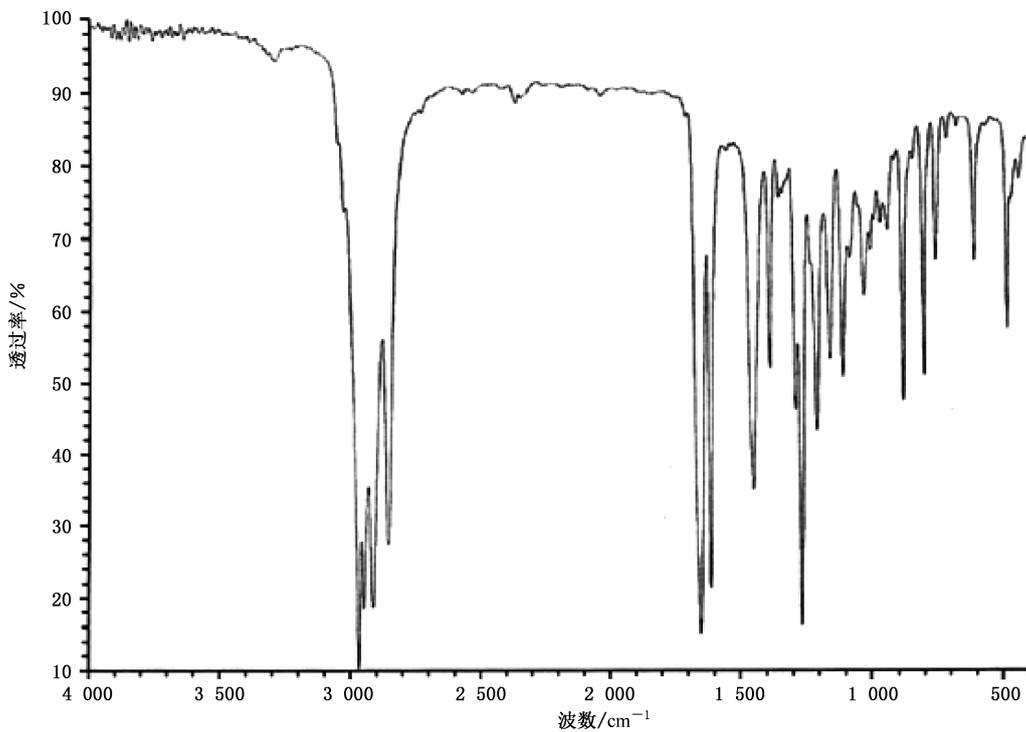
在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不超过算术平均值的 5%。

附录 B

(资料性)

辅酶 Q₁₀ 高效液相色谱图和红外光吸收图谱, 辅酶 Q₁₀ 顺式异构体高效液相色谱图

辅酶 Q₁₀ 高效液相色谱图见图 B.1, 辅酶 Q₁₀ 红外光吸收图谱见图 B.2, 辅酶 Q₁₀ 顺式异构体高效液相色谱图见图 B.3。

图 B.1 辅酶 Q₁₀ 高效液相色谱图图 B.2 辅酶 Q₁₀ 红外光吸收图谱

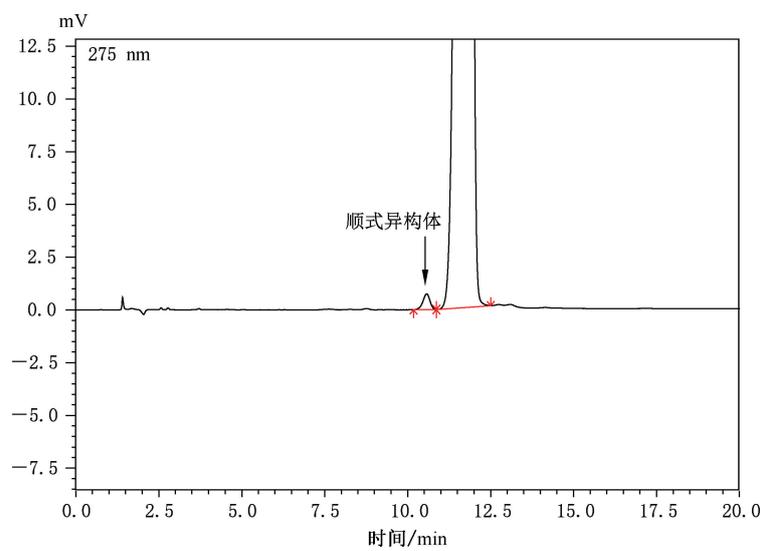


图 B.3 辅酶 Q₁₀ 顺式异构体高效液相色谱图