

《保健食品中辅酶 Q₁₀的测定》国家标准修

订编制说明（征求意见稿）

一、工作简况

（一）任务来源

根据《国家标准化管理委员会关于下达 2023 年第二批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》（国标委发〔2023〕37 号），《保健食品中辅酶 Q₁₀的测定》（计划号 20230860-T-424）列入修订计划，由全国特殊食品标准化技术委员会归口，由中国食品发酵工业研究院有限公司等单位共同组织完成起草修订工作。

（二）主要工作过程

2023 年 8 月~2023 年 10 月，成立标准修订组，确定标准制修订方案和工作计划，并开展了方法学验证。

2023 年 11 月，全国特殊食品标准化技术委员会在北京召开《14 项保健食品分析方法标准启动会》修订工作启动会，会上讨论了《保健食品中辅酶 Q₁₀的测定》的修订方案。

2023 年 11 月~2024 年 1 月，开展实验室内方法验证的工作。

2024 年 1 月，开展新修订保健食品中辅酶 Q₁₀测定方法的实验室间方法验证工作。

2024 年 1 月，起草工作组在前期工作基础上形成标准征求意见稿。

二、国家标准编制原则、主要内容及其确定依据

（一）标准编制原则

本标准是根据 GB/T1.1-2009《标准化工作导则第1部分：标准的结构与编写规则》进行编写。

（二）标准主要内容及其确定依据

1. 标准名称：

修订后的标准名称，仍为《保健食品中辅酶 Q₁₀ 的测定》，定位明确。

2. 适用范围：

本标准适用于以辅酶 Q₁₀ 为主要原料的保健食品中辅酶 Q₁₀ 的测定。修订后的标准包括目前市售的所有以辅酶 Q₁₀ 的剂型（片剂、硬胶囊、软胶囊、颗粒剂、口服液、粉剂、凝胶糖果）。

3. 高效液相色谱检测条件：

(1) 色谱柱：C18 柱（250 mm×4.6 mm，5 μm）或性能相当者。

(2) 柱温：35 °C。

(3) 紫外检测器：检测波长 275 nm。

(4) 流动相：甲醇：无水乙醇=55：45。

(5) 进样量：20 μL、5 μL 或适当调整。

(6) 流速：1.0 mL/min 或适当调整。

修订后采用的流动相条件：甲醇-乙醇=55:45，可以有效兼容《辅酶 Q₁₀ 等五种保健食品原料备案产品剂型及技术要求》（简称：技术要求）附录中辅酶 Q₁₀ 原料含量测定的液相色谱条件。

4. 标准溶液的制备和测量范围：

根据辅酶 Q₁₀ 的性质和各个剂型基质及规格的特点，凝胶糖果采用异丙醇作为提取溶剂，其他剂型采用无水乙醇，因此标准曲线溶液制备也做了相应的配制且测量范围也做了相应的修订。

5. 各个剂型的前处理：

根据辅酶 Q₁₀ 的性质、保健食品各个剂型基质和制剂工艺以及实际市售产品规格的特点，对取样量、称样量、提取温度、离心机转速均做出了明确要求。

6. 计算公式：

试样中辅酶Q₁₀的含量下式计算：

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

式中：

X ——试样中辅酶Q₁₀的含量，单位为克每百克或克每百毫升（g/100 g或 g/100 mL）；

C ——从标准曲线查得的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；

V ——试样定容体积，单位为毫升（mL）；

f ——样液稀释倍数；

m ——试样质量或试样体积，单位为克或毫升（g或mL）；

100，1000——单位换算系数。

结果保留三位有效数字。

根据市售产品规格的特点，满足不同的检测需求，给出了两种计

算模式。

7. 检出限和定量限

《技术要求》中明确每日服用最低量是 30 mg，这就提示辅酶 Q₁₀ 在保健食品中含量是常量检测。在标准研制的过程中，检出限为 0.03 mg/g，定量限为 0.1 mg/kg，按照定量限折算，达到每日 30 mg 要求，需服用 300 kg。检出限和定量限没有实际意义，进行了删除。

修订后的标准内容相比于 GB/T22252-2008，增加了各个剂型具体的前处理方式，涵盖了《技术要求》中规定以辅酶 Q₁₀ 为单一原料的保健食品备案时，可选择的产品剂型，包括片剂(口服片、含片、咀嚼片)、颗粒剂、硬胶囊、软胶囊。还涵盖了注册制的剂型，包括口服液、粉剂，又进一步扩展涵盖了国内可能出现的新剂型凝胶糖果。修订后的标准内容相比于 GB/T22252-2008，将其流动相组成“乙腈-四氢呋喃-水”，修改成“甲醇-乙醇”，不仅做到了与原料检测条件的无缝衔接，而且顺利与欧盟标准的检测方法接轨。修订后的标准内容修改了测量范围，原标准为 5.0 μg/mL~100 μg/mL，修订后的测量范围为 50.0~300.0 μg/mL（无水乙醇）、50.0~800.0 μg/mL（异丙醇），更好地满足实际样品的测定需求。修订后的标准内容修改了称样量 1~5 g，修订后的标准内容因保健食品的标签上明确了规格，根据规格自主调整取样量相当于辅酶 Q₁₀ 浓度为 200 μg/mL 或者在标曲测定范围内。修订后的标准内容删除了检出限和定量限，因为《技术要求》对辅酶 Q₁₀ 的每日服用量进行了明确规定 30~60 mg/天，样品检测浓度远远高于定量限。

三、试验验证的分析、综述报告

本次标准修订方法，以辅酶 Q₁₀ 标准品为定量外标，在 50.0~300.0 μg/mL（无水乙醇）、50.0~800.0 μg/mL（异丙醇）的浓度范围内，相关系数均大于 0.999，线性关系均良好。方法正确度：该方法的回收率在 99.12%~100.7% 范围内，每个浓度的 6 次平行实验结果的 RSD% 在 0.2~1.3 范围区间；方法重复性：对不同剂型不同规格的市售产品进行 6 次平行含量测定，RSD% 在 0.6~1.9 范围区间；中间精密度：不同人员不同设备不同环境条件下，对不同剂型不同规格的市售产品进行含量测定，RSD% 在 0.0~3.2 范围区间。实验室内的方法学验证结果表明该方法正确度、精密度、再现性良好，满足保健食品中辅酶 Q₁₀ 含量准确测定的要求。方法重性性：在方法学验证的基础上，起草单位组织 5 家实验室进行实验室间方法学验证，结果符合验证比对要求。

四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况

无。

五、以国际标准为基础的起草情况

本标准没有采用国际标准。

六、与有关法律、行政法规及相关标准的关系

本标准与现行法律、法规和强制性国家标准协调一致。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准制定过程中无重大分歧意见。

八、涉及专利的有关说明

本标准不涉及专利。

九、实施国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议

建议本标准发布 6 个月后实施，由归口单位组织行业相关单位积极开展宣贯工作。

十、其他应当说明的事项

无。

附件：方法学验证内容

附件

保健食品中辅酶 Q₁₀ 的测定方法学验证内容

1、特异性

(1) 高效液相色谱条件中系统适用性试验，随机采用不同品牌的三根 C₁₈ 色谱柱，在设定的流动相条件下，系统适用性溶液色谱图中，辅酶 Q₁₀ 峰与辅酶 Q₉ 峰之间的分离度均大于 6.5，见图 1。

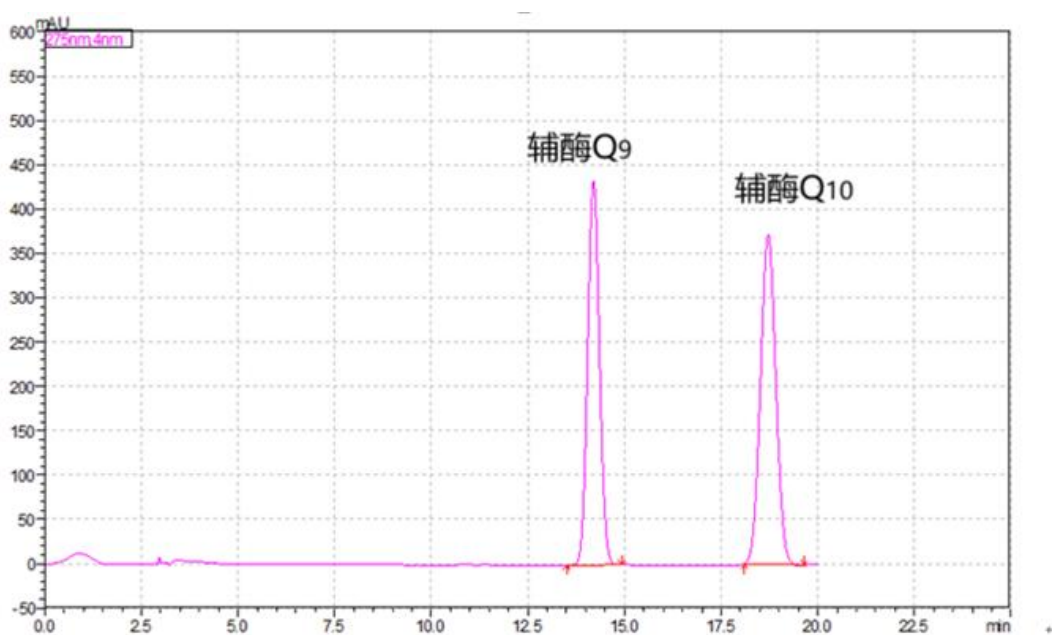


图 1 系统适用性试验色谱图

(2) 在空白溶剂和空白辅料干扰性试验中，空白溶剂及各剂型的空白辅料均不干扰辅酶 Q₁₀ 峰的测定，见图 2~9。

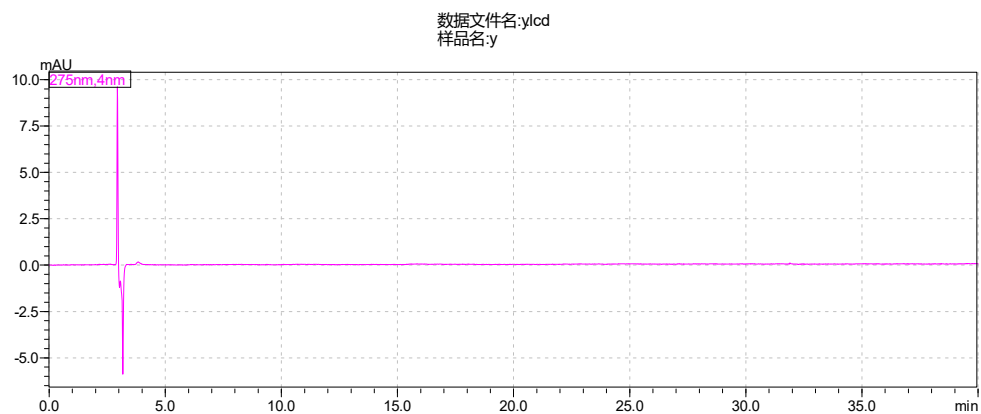


图 2 空白溶剂（无水乙醇）

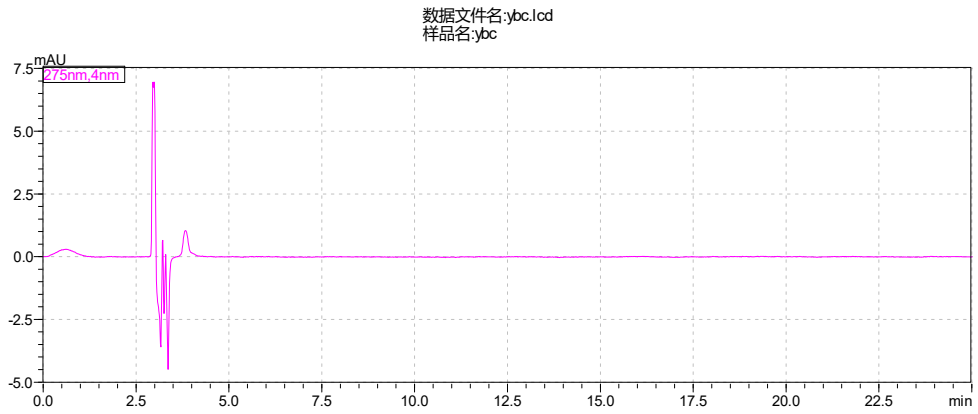


图 3 空白溶剂（异丙醇）

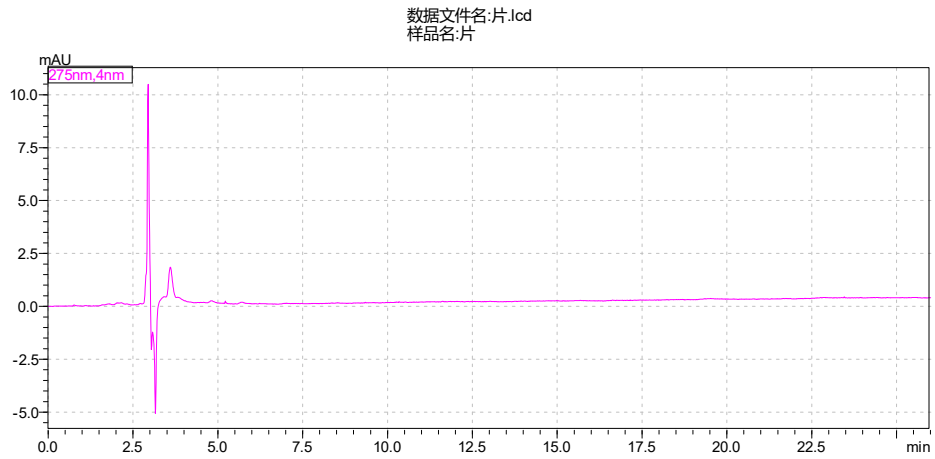


图 4 空白辅料（片剂）

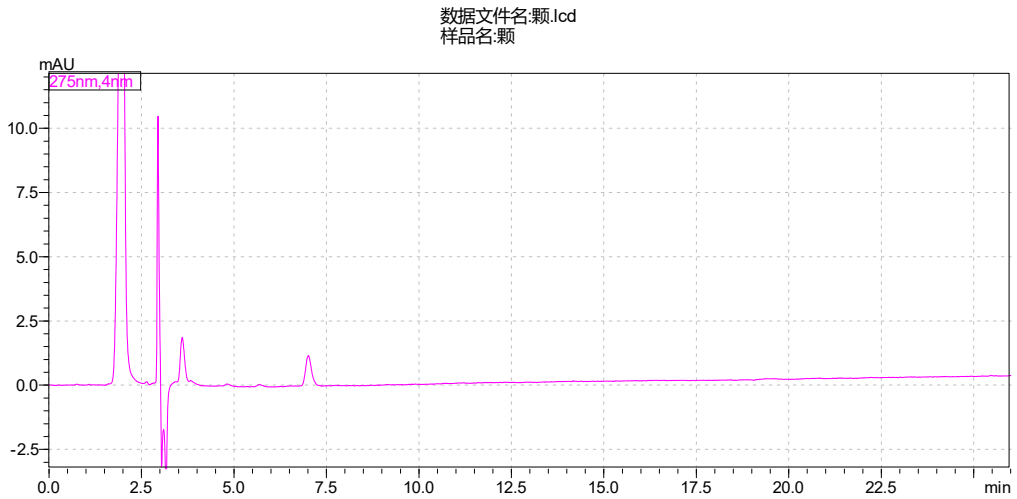


图 5 空白辅料（颗粒剂）

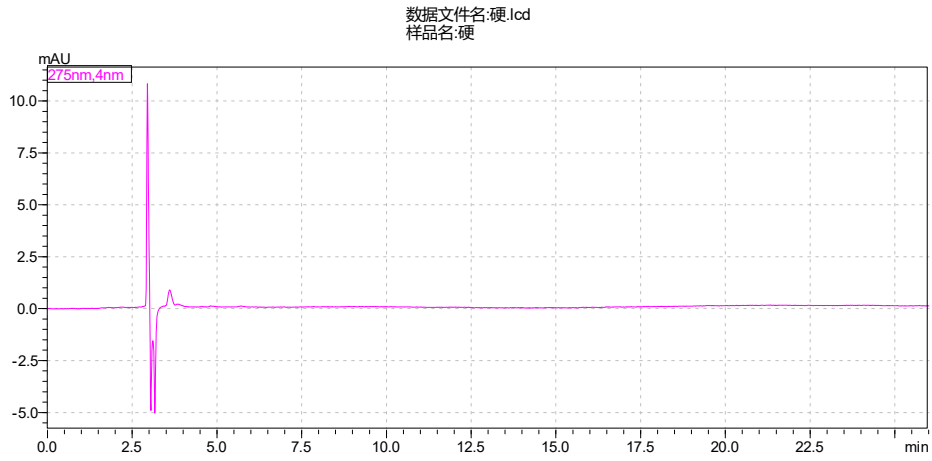


图 6 空白辅料（硬胶囊）

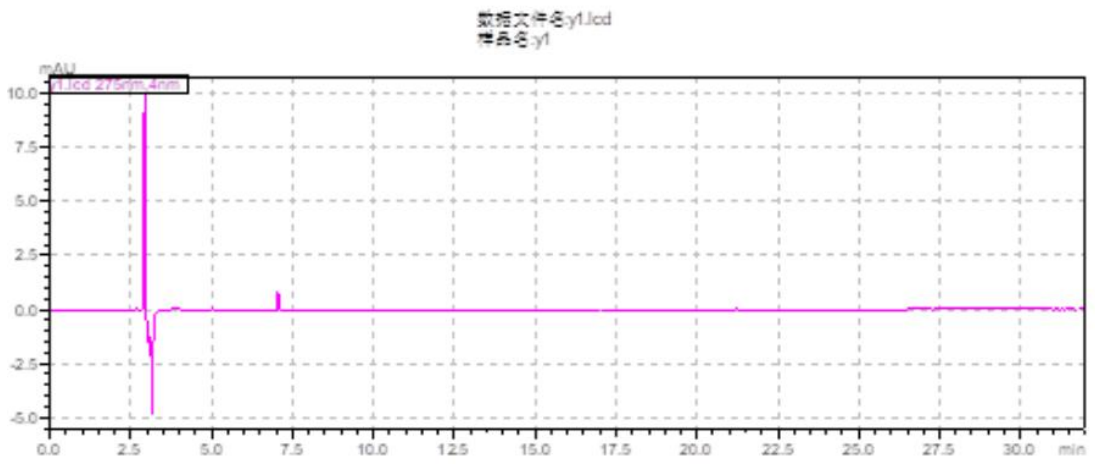


图 7 空白辅料（软胶囊）

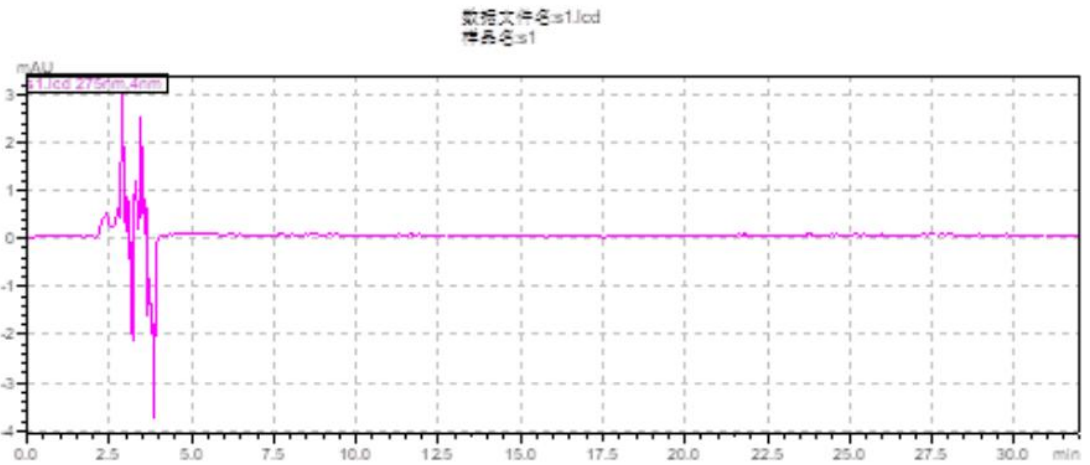


图 8 空白辅料（粉剂）

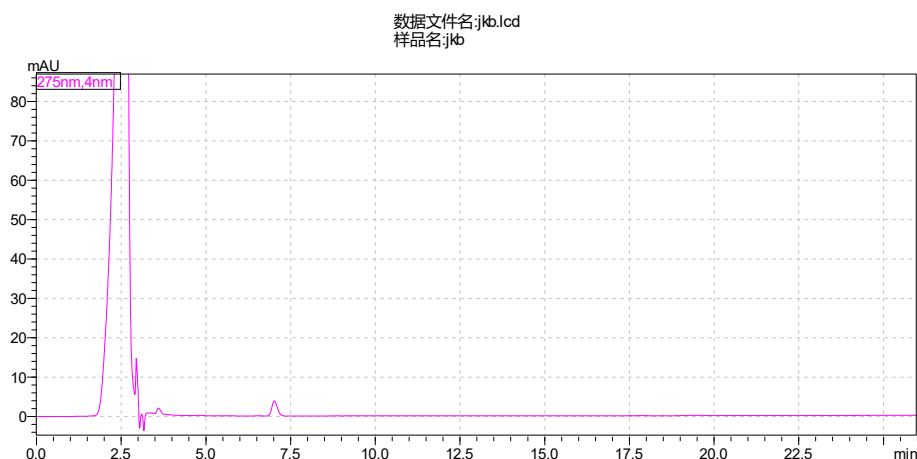


图 9 空白辅料（凝胶糖果）

2、定量限

分别称取不同剂型的空白辅料 1 g（精确至 0.0001 g），分别置 50 ml 棕色容量瓶中，再分别加入辅酶 Q₁₀ 标准储备液（200 μg/mL）5 mL，相当于试样中的辅酶 Q₁₀ 含量仅为 1 mg/g（0.1g/100g），加无水乙醇 35 mL，在 50~60 °C 水浴中振摇 5 分钟，放冷至室温，加无水乙醇定容至刻度。取上述溶液，置具塞离心管中，每分钟 8000 转离心 5 分钟，取上清液，备用。避光操作。

再精密量取 1mL 上述上清液，置 10mL 量瓶中，加无水乙醇定容至刻度。避光操作。按标准草案的色谱条件，以 10 μl 进样测定，结果见表 1。

表 1 定量限结果一览表

剂型	试样称量 (g)	加入辅酶 Q ₁₀ 体积 (200ug/mL)	稀释倍数	定量限 (mg/g)
片剂	1.0012	5.0	10	0.1
硬胶囊	1.0034	5.0	10	0.1
软胶囊	1.0008	5.0	10	0.1
颗粒剂	1.0019	5.0	10	0.1
粉剂	1.0004	5.0	10	0.1

当取样量为 1.0 g，定容体积为 50 mL 时，本方法的定量限为 0.1 mg/g。

3、检出限

分别精密量取定量限溶液 3 mL，置 10 mL 量瓶中，加无水乙醇定容至刻度。避光操作。按标准草案的色谱条件，以 10 μ l 进样测定，结果见表 2。

表 2 检出限结果一览表

剂型	试样称量 (g)	加入辅酶 Q ₁₀ 体积 (200 μ g/mL)	稀释倍数	定量限 (mg/g)
片剂	1.0012	5.0	30	0.03
硬胶囊	1.0034	5.0	30	0.03
软胶囊	1.0008	5.0	30	0.03
颗粒剂	1.0019	5.0	30	0.03
粉剂	1.0004	5.0	30	0.03

当取样量为 1.0 g，定容体积为 50 mL 时，本方法的检出限为 0.03 mg/g。

4、测定范围

标准曲线 A (无水乙醇作溶剂): 辅酶 Q₁₀ 在 50.0~300.0 μ g/mL 的浓度范围，线性良好 ($R^2 > 0.999$)。

标准曲线 B (异丙醇作溶剂): 辅酶 Q₁₀ 在 50.0~800.0 μ g/mL 的浓度范围，线性良好 ($R^2 > 0.999$)。

5、正确度

选择不同剂型 (片剂、颗粒剂、硬胶囊、软胶囊、粉剂、口服液、凝胶糖果) 的空白辅料基质，取适量，精密称定，再精确加入相应的辅酶 Q₁₀ 标准品 (根据市售不同剂型的辅酶 Q₁₀ 功效成分含量，分别设

置了三个或四个不同含量水平), 按照标准草案中的方法操作。每个水平平行制备 6 份, 计算每个浓度的平均回收率, 结果表明, 结果表明, 正确度符合 GB 5009. 295 中定量分析方法的正确度要求, 见表 3。

表 3 正确度试验结果

剂型	添加量相对于样品含量	平均回收率 (%)	RSD (%)
口服片	0.85 g/100g	99.12	1.3
	4 g/100g	99.41	1.2
	8 g/100g	100.3	1
颗粒剂	0.8 g/100g	99.72	1
	1.5 g/100g	99.13	0.9
	2 g/100g	99.93	1
软胶囊	1.5 g/100g	99.66	0.3
	8 g/100g	99.75	0.4
	18 g/100g	99.96	0.3
	25 g/100g	99.92	0.6
硬胶囊	6 g/100g	100.07	0.7
	13 g/100g	99.73	0.5
	20 g/100g	99.61	0.9
咀嚼片	2.5 g/100g	99.79	0.5
	5 g/100g	99.68	0.7
	7 g/100g	99.77	0.6
粉剂	1.0 g/100g	99.95	0.4
	1.5 g/100g	99.71	0.7
	2.0 g/100g	99.81	0.9
口服液	50 mg/10ml	99.8	0.2
	100 mg/10ml	100.06	0.6
	150 mg/10ml	99.77	0.2
凝胶糖果	30 mg/粒	99.26	0.5
	100 mg/粒	99.41	0.7
	160 mg/粒	99.36	0.9

6、重复性

选择不同剂型(片剂、颗粒剂、硬胶囊、软胶囊、粉剂、口服液、凝胶糖果)的样品, 在重复性试验中, 按照标准草案中的方法操作, 平行测定 6 份; 中间精密度试验中, 不同人员不同仪器设备不同环境

的条件下，按照标准草案中的方法操作，平行测定 6 份，分别计算重复性试验项下和中间精密度项下的辅酶 Q₁₀ 的含量及相对标准偏差，结果表明，重复性符合 GB5009.295 中定量分析方法的重复性相对偏差，结果见表 4。

表 4 重复性试验结果

剂型		辅酶 Q ₁₀ 含量测定			规格
软胶囊 1	平均含量 (g/100g)	9.0	RSD(%)	1.8	8.9 g/100g
软胶囊 2	平均含量 (g/100g)	1.93	RSD(%)	0.75	1.92 g/100g
软胶囊 3	平均含量 (g/100g)	23	RSD(%)	1.4	21 g/100g
粉剂	平均含量 (g/100g)	2.1	RSD(%)	1.3	1.5 g/100g
硬胶囊 1	平均含量 (g/100g)	19	RSD(%)	1.4	18 g/100g
硬胶囊 2	平均含量 (g/100g)	8.82	RSD(%)	1.6	8.75 g/100g
咀嚼片 1	平均含量 (g/100g)	6.8	RSD(%)	1.6	6.5 g/100g
咀嚼片 2	平均含量 (g/100g)	3.3	RSD(%)	1.4	3.3 g/100g
口服片 1	平均含量 (g/100g)	1.1	RSD(%)	1.9	1.0 g/100g
口服片 2	平均含量 (g/100g)	5.6	RSD(%)	1.3	5.5 g/100g
颗粒剂	平均含量 (g/100g)	1.4	RSD(%)	1.8	1.0 g/100g
口服液	平均含量 (mg/10ml)	102	RSD(%)	1.0	100mg/10 ml

凝胶糖果 1	平均含量 (mg/粒)	111	RSD(%)	1.4	100mg/粒
凝胶糖果 2	平均含量 (mg/粒)	128	RSD(%)	0.6	120mg/粒

7、中间精密度

选择不同剂型（片剂、颗粒剂、硬胶囊、软胶囊、粉剂、口服液、凝胶糖果）的样品，不同人员不同仪器设备不同环境的条件下，按照标准草案中的方法操作，计算辅酶 Q₁₀ 的含量及相对标准偏差，结果表明，中间精密度符合 GB5009.295 中定量分析方法的再现性相对偏差，结果见表 5。

表 5 中间精密度试验结果

剂型	辅酶 Q ₁₀ 含量测定			规格	
软胶囊 1	平均含量 (g/100g)	9.2	RSD(%)	1.7	8.9 g/100g
软胶囊 2	平均含量 (g/100g)	1.93	RSD(%)	1.0	1.92 g/100g
软胶囊 3	平均含量 (g/100g)	23	RSD(%)	2.5	21 g/100g
粉剂	平均含量 (g/100g)	2.2	RSD(%)	2.7	1.5 g/100g
硬胶囊 1	平均含量 (g/100g)	19	RSD(%)	3.0	18 g/100g
硬胶囊 2	平均含量 (g/100g)	8.86	RSD(%)	1.2	8.75 g/100g
咀嚼片 1	平均含量 (g/100g)	6.8	RSD(%)	2.3	6.5 g/100g
咀嚼片 2	平均含量 (g/100g)	3.3	RSD(%)	1.7	3.3 g/100g
口服片 1	平均含量 (g/100g)	1.1	RSD(%)	0	1.0 g/100g

口服片 2	含量 (g/100g)	1.4	1.4	1.4	5.5 g/100g
颗粒剂	平均含量 (g/100g)	1.4	RSD(%)	0	1.0 g/100g
口服液	平均含量 (mg/10ml)	104	RSD(%)	2.0	100mg/10 ml
凝胶糖果 1	平均含量 (mg/粒)	112	RSD(%)	3.2	100mg/粒
凝胶糖果 2	平均含量 (mg/粒)	128	RSD(%)	2.0	120mg/粒

8、再现性（实验室间方法验证）

本方法经过安徽省食品药品检验研究院、无锡市食品安全检验检测中心、中国广州分析测试中心、汤臣倍健有限公司、河北晨光检测技术服务有限公司等单位，根据修订方法进行实验室间验证（包括检出限、定量限、测定范围、正确度和再现性），测定结果符合要求，实际样品再现性比对结果见下表。

编号	辅酶 Q ₁₀ 含量 (g/100g)					RSD %
	Lab1	Lab2	Lab3	Lab4	Lab5	
样品 1 FM-PJ-X 片剂	10.7	10.39	10.66	10.2	10.242	2.23
样品 2 FM-KLJ-X 颗粒剂	1.59	1.56	1.62	1.59	1.559	1.49
样品 3 FM-YJN-X 硬胶囊	18.12	18.23	18.44	17.4	17.871	2.22
样品 4 FM-RJN-X 软胶囊	11.9	11.82	12.06	11.4	11.605	2.20
样品 5 FM-NJTG-X 凝胶糖果	4.19	4.00	4.20	4.00	3.987	2.71
样品 6 FM-NJTG-X 凝胶糖果	128	128	130.37	122	126.527	2.45