

附2

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20210010

汤臣倍健®胶原蛋白肽芦荟透明质酸片

- 【原料】 胶原蛋白肽粉、库拉索芦荟凝胶冻干粉、透明质酸钠
- 【辅料】 微晶纤维素、薄膜包衣剂（羟丙基甲基纤维素、二氧化钛、滑石粉、聚乙烯醇、三乙酸甘油酯）、硬脂酸镁
- 【生产工艺】 本品经混合、压片、包衣、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】
聚乙烯瓶应符合YBB00122002的规定，干燥剂应符合YBB00122005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	表面呈白色，折断面呈白色至淡黄色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	薄膜衣片，完整光洁，有适宜的硬度
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
总蒽醌，mg/100g	0.5～6	1 总蒽醌的测定
水分，%	≤10.0	GB 5009.3
灰分，%	≤5.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
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

1 总蒽醌的测定

1.1 试剂

1.1.1 无水硫酸钠：分析纯。

1.1.2 三氯甲烷：分析纯。

1.1.3 5mol/L硫酸溶液：取硫酸30mL，缓缓注入适量水中，冷却至室温，加水至100mL，混匀。

1.1.4 混合碱液：取氢氧化钠50g，加适量水使溶解，缓缓加入氨水77mL，冷却至室温，加水至1000mL，混匀。

1.1.5 1，8-二羟基蒽醌标准溶液：称取1，8-二羟基蒽醌标准品10mg，精密称定，加甲醇溶解并定容至100mL，混匀，得100μg/mL的标准溶液。

1.2 仪器

1.2.1 紫外分光光度计。

1.2.2 分析天平（精确至0.0001g）。

1.2.3 水浴锅。

1.3 分析步骤

1.3.1 试样处理：称取均匀的样品0.5~2g（或根据样品中总蒽醌的含量确定），置250mL烧瓶中，加5mol/L硫酸溶液40mL，加热回流2h。稍冷后加三氯甲烷30mL，水浴加热回流1h，分离出三氯甲烷液，分离出的三氯甲烷液用无水硫酸钠过滤于100mL容量瓶中，再加三氯甲烷20mL，水浴加热回流30min，分离出三氯甲烷液，分离出的三氯甲烷液用无水硫酸钠过滤于100mL容量瓶中，如此反复，提取至三氯甲烷无色为止（可以反复提取5次），用三氯甲烷定容至刻度（V₁），混匀。精密吸取10mL（V₂或其它体积）置50mL烧瓶中，减压蒸干，精密加入混合碱液10mL（V₃），混匀，得供试品显色液。

1.3.2 试样测定：精密吸取1，8-二羟基蒽醌标准溶液0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL分别置于50mL容量瓶中，加混合碱液至刻度（相当于1，8-二羟基蒽醌1、2、4、6、8、10μg/mL），混匀，得标准显色液。20min后，以混合碱液为空白对照，于530nm处测定标准溶液的吸光度，以1，8-二羟基蒽醌的浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标绘制标准曲线，同时测定样品溶液的吸光度，以回归方程，计算样品中总蒽醌含量。

1.4 结果计算

$$X = \frac{C \times V_1 \times V_3}{M \times V_2 \times 10}$$

式中：

- X—样品中总蒽醌含量，mg/100g；
- M—样品的称样量，g；
- C—测定用样品中总蒽醌浓度，μg/mL；
- V₁—样品溶液的稀释体积，mL；
- V₂—测定用样品的取用体积，mL；
- V₃—测定用样品的稀释体积，mL。

【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
蛋白质（以干基计），g/100g	≥80.0	GB 5009.5
羟脯氨酸，g/100g	≥6.5	1 羟脯氨酸的测定

1 羟脯氨酸的测定

- 1.1 原理：参照GB/T 5009.124《食品中氨基酸的测定》。
- 1.2 试剂
- 1.2.1 羟脯氨酸：对照品。
- 1.2.2 苯酚：分析纯。
- 1.2.3 甲酸：分析纯。
- 1.2.4 五氧化二磷：分析纯。
- 1.2.5 冰醋酸：色谱纯。
- 1.2.6 蒸馏水。
- 1.3 仪器
- 1.3.1 电子天平（XP-205TD-215D）。
- 1.3.2 超声波清洗器（KQ-500E）。
- 1.3.3 高效液相色谱仪（1260）。
- 1.3.4 质谱仪（API3200）。
- 1.3.5 色谱柱：AgilentPoroshellEC-C₁₈，4.6mm×50mm，2.7μm。
- 1.3.6 容量瓶50mL，10mL。
- 1.3.7 滤膜0.45μm。
- 1.3.8 旋涡混匀器。
- 1.3.9 离心机TGL-10C。
- 1.4 对照品溶液的制备：精确称取羟脯氨酸对照品适量于容量瓶中，加纯化水制成每1mL中含羟脯氨酸1.0μg/mL的溶液，即得。
- 1.5 供试品溶液的制备：精密称取约0.12g样品，置于25mL磨口的具塞比色管内，加6mol/L盐酸15mL，加入0.2g苯酚，用旋转混合仪和超声仪使样品充分分散并溶解，充氮气，盖紧塞子，置于110℃±1℃的恒温干燥箱内，水解22h，取出冷却，过滤，用纯化水冲洗比色管，将水解液全部转移至50mL容量瓶中，用纯化水定容至刻度，摇匀，精密吸取1mL于10mL容量瓶中，置于真空干燥箱内，于40℃~50℃减压干燥（真空干燥箱内放入五氧化二磷作为干燥剂），干燥后残留物用0.1%的甲酸溶液定容至刻度，摇匀，取1mL样品至50mL容量瓶中，加0.1%甲酸溶液稀释并定容至刻度，摇匀，经0.45μm的微孔滤膜过滤，即为供试品溶液，取滤液进样5μL。
- 1.6 测定
- 1.6.1 色谱条件
- 1.6.1.1 流动相：0.1%甲酸。
- 1.6.1.2 流速：0.50mL/min。
- 1.6.1.3 柱温：40℃。
- 1.6.1.4 进样量：5μL。
- 1.6.1.5 时间：3.0min。
- 1.6.2 质谱条件
- 1.6.2.1 ESI+模式

Q1	Q3	Time, msec	DP	EP	CE	CXP
132.071	86.1	150	36	6	23	4
132.071	68.0	150	36	6	29	14

132.071为母离子碎片，86.1为定量离子碎片，68.0为定性离子碎片。

CUR	CAD	IS	TEM	GS1	GS2
20	6	5500	600	50	50

时间：3.0min

1.6.2.2 进样1.4的标准液和1.5的样品溶液,记录数据。

1.6.2.3 根据色谱工作站对样品和对照品的数据按下面公式进行计算,得出样品羟脯氨酸的含量:

1.7 结果计算

1.7.1 根据色谱工作站对样品和对照品的数据按下面公式进行计算,得出样品羟脯氨酸的含量。

$$X = \frac{C \times V}{M \times K}$$

式中:

X—样品中羟脯氨酸的含量, $\mu\text{g/g}$;

M—样品的质量, g;

C—样品溶液中羟脯氨酸的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V—样品稀释体积, mL;

K—单位转换系数。

计算结果保留两位有效数字。

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

1.7.3 本测定结果表述为100g样品中含羟脯氨酸的克数。

【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“片剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 胶原蛋白肽粉: 应符合GB 31645《食品安全国家标准 胶原蛋白肽》的规定。

2. 透明质酸钠: 应符合《卫生部关于批准嗜酸乳杆菌等7种欣资源食品的公告》(卫生部公告2008年第12号)的规定。

3. 库拉索芦荟凝胶冻干粉

项 目	指 标
来源	库拉索芦荟鲜叶
制法	经清洗、消毒、去皮、榨汁、分离、灭菌(125℃、1.5s)、浓缩、冷冻干燥(-30℃~-40℃, 24~30h)、粉碎、包装等主要工艺制成
感官要求	白色至灰白色粉末, 具有芦荟植物味, 无异味, 无肉眼可见杂质
芦荟多糖, %	≥12
O-乙酰基, %	≥7.5
水分, %	≤5.0
铅(以Pb计), mg/kg	≤2.0
总砷(以As计), mg/kg	≤1.0
菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

4. 微晶纤维素: 应符合GB 1886.103《食品安全国家标准 食品添加剂 微晶纤维素》的规定。

5. 薄膜包衣剂(羟丙基甲基纤维素、二氧化钛、滑石粉、聚乙烯醇、三乙酸甘油酯)

项 目	指 标
来源	羟丙基甲基纤维素、二氧化钛、滑石粉、聚乙烯醇、三乙酸甘油酯
制法	经配料、混合等主要工艺制成
性状	颜色均一的白色颗粒和粉末, 无特殊气味, 无正常视力可见外来异物
炽灼残渣, %	33.58~45.42
铅(以Pb计), mg/kg	≤2.0
总砷(以As计), mg/kg	≤1.0
菌落总数, CFU/g	≤30000
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
大肠菌群, MPN/g	≤0.92

6. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
