

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200398

艾兰得®褪黑素维生素B₆片

- 【原料】 褪黑素、维生素B₆（盐酸吡哆醇）
- 【辅料】 白砂糖、微晶纤维素、麦芽糊精、羧甲基淀粉钠、硬脂酸镁
- 【生产工艺】 本品经过筛、制粒、混合、压片、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YBB00122002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	白色至类白色
滋味、气味	具本品应有的滋味、气味，无异味
性状	片剂，片面光洁，边缘整齐
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
水分，g/100g	≤5.0	GB 5009.3 “第二法 减压干燥法”
灰分，g/100g	≤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

【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
褪黑素, g/100g	0.72~1.00	GB/T 5009.170
维生素B ₆ (以吡哆醇计), g/100g	0.54~1.00	1 维生素B ₆ 的测定

1 维生素B₆的测定

1.1 原理：利用各组份在流动相和固定相的分配系数的不同而加以分离，以保留时间定性，峰面积定量。

1.2 试剂

1.2.1 甲醇：色谱纯。

1.2.2 正己烷磺酸钠：色谱纯。

1.2.3 二甲亚砜（DMSO）：色谱纯。

1.2.4 冰醋酸：分析纯。

1.2.5 2,6-二叔丁基甲酚（BHT）：化学纯。

1.2.6 维生素B₆ (盐酸吡哆醇)对照品：官方或二级对照品。

1.2.7 萃取溶液：称取10.0g无水柠檬酸或11.0g一水柠檬酸，加100mL水溶解，再加含0.2% 2,6-二叔丁基甲酚（BHT）的二甲亚砜（DMSO）溶液至1000mL，混匀，即得。

1.2.8 7.2mmol/L正己烷磺酸钠溶液：称取1.3g正己烷磺酸钠，加水溶解并稀释至1000mL，即得。

1.3 仪器

1.3.1 高效液相色谱仪。

1.3.2 紫外检测器。

1.4 色谱条件

1.4.1 色谱柱：C18柱。

1.4.2 流动相A：7.2mmol/L正己烷磺酸钠溶液:冰醋酸=98.65:1.35。

1.4.3 流动相B：甲醇。

- 1.4.4 流速：1.0mL/min。
- 1.4.5 检测波长：280nm。
- 1.4.6 进样量：5μL。
- 1.4.7 柱温：30℃。
- 1.5 对照品溶液的制备：精密称取维生素B₆对照品约10mg，至100mL容量瓶中，用萃取溶液溶解，必要时可稍微加热，冷却至室温后用萃取溶液稀释至刻度，作为对照品溶液。溶液保存在冰箱中，有效期3个月。
- 1.6 样品溶液的制备：取样品20片，研细，精密称取混匀的样品粉末约0.37g，置于50mL棕色具塞容量瓶中。加25mL萃取溶液，于超声水浴中超声约30min；吸取上层液体于50mL离心管中，高速离心约10min；取上清液经0.45μm滤膜过滤，备用。
- 1.7 检测：取上述对照品溶液和样品溶液各5μL，分别注入高效液相色谱仪，按下表梯度进行洗脱，记录色谱图。

时间，min	流动相A	流动相B
0	80%	20%
7	80%	20%
10	65%	35%
15	65%	35%
18	70%	30%

1.8 结果计算

$$X = \frac{A_{\text{样}} \times C_{\text{标}} \times 25 \times 0.8225}{A_{\text{标}} \times W_{\text{样}} \times 1000} \times 100$$

式中：

- X—维生素B₆（以吡哆醇计），g/100g；
- A_样—样品溶液中维生素B₆的平均峰面积；
- C_标—标准工作溶液中维生素B₆的浓度，mg/mL；
- A_标—标准工作溶液中维生素B₆的平均峰面积；
- W_样—样品称重，g；
- 0.8225—1mg盐酸吡哆醇=0.8225mg吡哆醇。

【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. 褪黑素

项 目	指 标
来源	丙二酸二乙酯、丙烯腈
制法	经加成（70～80℃，2h）、氢化（50℃，3h，0.4MPa）、偶联（对氨基苯甲醚，0℃，1h）、环化（70～80℃，3h）、开环（80℃，6h）、脱羧（100℃，3h）、酰化（0～10℃，3h）、干燥（50～60℃，2h）、包装等主要工艺加工制成。
感官要求	白色至类白色粉末、无异味、无肉眼可见的外来杂质
含量，%	≥99.5
水分，g/100g	≤0.5

灰分, g/100g	≤0.1
铅 (以Pb计), mg/kg	≤3.0
砷 (以As计), mg/kg	≤1.0
菌落总数, CFU/g	≤1000
霉菌和酵母, CFU/g	≤100
大肠埃希菌	不得检出
沙门氏菌	不得检出

2. 维生素B₆ (盐酸吡哆醇): 应符合GB 14753《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素B₆ (盐酸吡哆醇)》的规定。

3. 白砂糖: 应符合GB/T 317《白砂糖》的规定。

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. 麦芽糊精: 应符合GB/T 20884《麦芽糊精》的规定。

6. 羧甲基淀粉钠: 应符合GB 29937《食品安全国家标准 食品添加剂 羧甲基淀粉钠》的规定。

7. 硬脂酸镁: 应符合GB 1886.91《食品安全国家标准 食品添加剂 硬脂酸镁》的规定。
