

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190146

圣玺牌氨基葡萄糖硫酸软骨素钠枸杞子胶囊

- 【原料】 D-氨基葡萄糖盐酸盐、硫酸软骨素钠、杜仲提取物、枸杞子提取物、碳酸钙、酪蛋白磷酸肽
- 【辅料】 硬脂酸镁
- 【生产工艺】 本品经过筛、混合、装囊、包装、辐照灭菌（⁶⁰Co，6KGy）等主要工艺制成。
- 【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	灰白色
滋味、气味	具本品应有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，完整，无破损；内容物为粉末
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，%	≤7.0	GB 5009.3
灰分，%	≤55	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
六六六, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19

【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
D-氨基葡萄糖盐酸盐, g/100g	≥17.0	GB/T 20365
钙(以Ca计), g/100g	12.6~21.0	GB 5009.92中“第二法 EDTA滴定法”
粗多糖(以葡萄糖计), g/100g	≥1.0	1 粗多糖的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理: 多糖经乙醇沉淀分离后, 去除其他可溶性糖及杂质的干扰, 糖与硫酸在沸水浴中加热脱水生成羟甲基呋喃甲醛(羟甲基糖醛), 再与蒽酮缩合成蓝绿色化合物, 其呈色强度与溶液中糖的浓度成正比, 于620nm波长处比色定量。

1.2 仪器

1.2.1 离心机: 4000r/min。

1.2.2 100mL离心瓶或10mL具盖离心管。

1.2.3 分光光度计。

1.2.4 水浴锅。

1.3 试剂

实验用水为双蒸水; 所用试剂为分析纯级。

1.3.1 葡萄糖标准溶液: 准备称取1.0000g经过98~100℃干燥至恒重分析纯葡萄糖, 加水溶解后以水稀释至1000mL, 此溶液1mL含葡萄糖1mg, 用前稀释10倍(0.1mg/mL), 现用现配。

1.3.2 0.2%蒽酮硫酸溶液: 称取0.2g蒽酮, 置于烧杯中, 缓缓加入100mL浓硫酸(分析纯), 溶解后呈黄色透明溶液, 现用现配。

1.4 样品处理: 准确称取均匀研碎的样品粉末1~2g, 置于100mL的离心瓶中, 加15mL热水(温度>9

0℃) 搅拌, 在沸水浴中加热30min后过滤, 定容。取此待测液15mL加75mL无水乙醇搅拌均匀。在离心机中以4000r/min离心10min, 小心弃去上清液, 再加15mL热水(温度>90℃)冲洗离心瓶中沉淀物, 重复一次后再以4000r/min离心10min, 小心地用吸管将上层液体吸去。然后用热水分次溶解沉淀并稀释定容至100~250mL(使样液含糖量在0.02~0.08mg/mL之间)。过滤, 弃去初滤液即为待测液。

1.5 标准曲线的绘制: 准确吸取葡萄糖标准液(0.1mg/mL) 0、0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0mL于10mL具塞比色管中, 加水至1.0mL, 加入蒽酮试剂5mL, 充分混匀, 置沸水浴中加热10min, 取出在流水中冷却20min后, 于620nm波长处, 以试剂空白调零, 测定各管的吸光度值绘制标准曲线。

1.6 样品测定: 准确吸取样品待测液10mL(含糖20~80μg), 按1.5项标准曲线的绘制步骤于620nm波长处测定吸光度值并求出样品含糖量。

1.7 结果计算

$$X = \frac{m_1}{m \times 1000} \times F \times n \times 100$$

式中:

- X—样品中粗多糖含量(以葡萄糖计), g/100g;
- m₁—由标准曲线查得样品液含糖质量, mg;
- m—样品质量, g;
- n—稀释倍数;
- F—换算因子。

换算因子的测定: 准确称取被测定物质的纯品20mg, 置于100mL容量瓶中, 加蒸馏水溶解并稀释至刻度, 吸取0.2~0.4mL于10mL具塞比色管中, 加水至1.0mL, 按上法测定。从标准曲线中查出供试液中相当于标准葡萄糖的质量(mg)。

$$F = \frac{m}{m_1 \times n}$$

式中:

- m—多糖纯品的质量, mg;
- m₁—多糖纯品供试液中相当于标准葡萄糖的质量, mg;
- n—供试液的稀释倍数。

【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. D-氨基葡萄糖盐酸盐: 应符合WS₁-XG-028-2001《国家药品标准 盐酸氨基葡萄糖》的规定。
- 2. 硫酸软骨素钠

项 目	指 标
来源	鲨鱼软骨
制法	经预处理(去除肌肉和油脂)、碱提取(2%氢氧化钠溶液、35℃、6h)、酶解(蛋白酶, 48~60℃, 5~6h)、脱色、沉淀(食用酒精浓度达到65%左右)、精制(食用酒精浓度达到85%)、干燥(60~65℃)、粉碎等主要工艺制成。
感官要求	白色或类白色粉末, 无正常视力可见外来异物
	(1) 供试品溶液中三个主峰的保留时间应与对照

鉴别	品溶液中软骨素二糖、6-硫酸化软骨素二糖、4-硫酸化软骨素二糖的保留时间一致。 (2) 本品的红外光吸收图谱应与硫酸软骨素钠对照品的图谱一致 (2015年版药典通则0402)。 (3) 本品的水溶液显钠盐鉴别 (1) 的反应 (2015年版药典通则0301) 。
含量, %	90.0~105.0
pH值	6.0~7.0
干燥失重, %	≤10.0
炽灼残渣, %	20.0~30.0
比旋光度, °	-12.0~-32.0
含氮量, %	2.5~3.5
氯化物, %	≤0.5
硫酸盐, %	≤0.24
乙醇残留量, %	≤0.5
目数, 目	80
重金属, mg/kg	≤20
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
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

3. 枸杞子提取物

项 目	指 标
来源	枸杞子 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取 (10、8倍量水煎煮提取2次, 每次2h)、过滤、浓缩、喷雾干燥 (进风温度150~160℃, 排风温度70~80℃)、过筛、包装等主要工艺加工制成。
得率, %	20
感官要求	棕黄色粉末
粗多糖, %	≥8
水分, %	≤5
灰分, %	≤5
粒度, 目	80
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
六六六, mg/kg	≤0.1
滴滴涕, mg/kg	≤0.1
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

4. 杜仲提取物

项 目	指 标
来源	杜仲 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（10倍量水煎煮提取3次，每次1 h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度150~170℃，排风温度75~85℃）、过筛、包装等主要工艺加工制成。
得率，%	10
感官要求	黄褐色粉末，具本品特有气味
粗多糖，%	≥5
水分，%	≤5
灰分，%	≤5
粒度，目	80
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
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
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

5. 碳酸钙：应符合GB 1886.214《食品安全国家标准 食品添加剂 碳酸钙（包括轻质和重质碳酸钙）》的规定。

6. 酪蛋白磷酸肽：应符合GB 31617《食品安全国家标准 食品营养强化剂 酪蛋白磷酸肽》的规定。

7. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
