

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190184

怡养[®]氨糖钙奶粉

【原料】 氨基葡萄糖硫酸盐、碳酸钙、维生素和矿物质预混料（L-抗坏血酸钠、硫酸锌、维生素D₃、麦芽糊精）

【辅料】 脱脂奶、鲜牛奶、麦芽糊精、大豆磷脂、食用香精（奶油香精、牛奶香精1、牛奶香精2）

【生产工艺】 本品经过筛、预混、蒸汽喷射杀菌（100～109℃，5s）、浓缩、喷雾干燥（进口温度340℃，出口温度85～87℃）、混合、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】

马口铁罐应符合GB/T 14251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	乳白色至黄色
滋味、气味	具有天然牛奶的滋味、气味，无异味
性状	粉状
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
蛋白质，g/100g	≥16.5	GB 5009.5
水分，g/100g	≤5.0	GB 5009.3
灰分，g/100g	≤12.0	GB 5009.4

铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5	GB 5009.12
总砷(以As计)，mg/kg	≤0.3	GB 5009.11
总汞(以Hg计)，mg/kg	≤0.3	GB 5009.17
锡（以Sn计），mg/kg	≤250	GB 5009.16
黄曲霉毒素M ₁ （折算为生乳汁，折算系数为7.7），μg/kg	≤0.5	GB 5009.24
三聚氰胺，mg/kg	≤2.5	GB/T 22388

【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
氨基葡萄糖硫酸盐，mg/100g	≥2500	1 氨基葡萄糖硫酸盐的测定
钙（以Ca计），mg/100g	1350~2000	GB 5009.92
锌（以Zn计），mg/100g	10.4~16.2	GB 5009.14
维生素D ₃ ，μg/100g	12.0~26.0	GB 5009.82
维生素C，mg/100g	56~105	GB 5413.18

1 氨基葡萄糖硫酸盐的测定

1.1 原理：将氨基葡萄糖硫酸盐或氨基葡萄糖盐酸盐成品或原料溶于水。加入三乙胺溶液使氨基葡萄糖（GFB）游离释放，用茚甲氧羰酰琥珀酰亚胺(FMOC-Su)衍生化，衍生物用高效液相色谱（HPLC）分离，紫外检测器检测。氨基葡萄糖有两个自然构型（α和β），它们在水溶液中的相互转换不可抑止，在色谱图上显示2个峰，用这两个峰的总面积来定量氨基葡萄糖（GFB）。

1.2 试剂

注：其他供应商的化学制剂符合规格均可使用。

- 1.2.1 参考标准：D(+)-氨基葡萄糖盐酸盐，纯度≥99%，Sigma公司（St.Louis, MO, USA; www.sigmaaldrich.com; 产品编号G4875）
- 1.2.2 衍生化试剂：FMOC-Su，纯度97%，Lancaster 公司(Windham, NH, USA, www.lancastersynthesis.com; 类别编号6908)。
- 1.2.3 乙腈：液相色谱级。
- 1.2.4 三氟乙酸（TFA）：纯度>99.0%。
- 1.2.5 三乙胺（TEA）：纯度>99%。
- 1.2.6 水：液相色谱级。
- 1.2.7 FMOC-Su衍生化试剂：15mM，在10mL乙腈中溶解50±1.0mg FMOC-Su，实验前均要新配制溶液。
- 1.2.8 流动相A（0.05%三氟乙酸溶液，pH2.4）：在盛有约900mL水的1L容量瓶中加入0.5mL三氟乙酸，用水定容至刻度线并混匀，用pH计测定溶液pH值。使用前用0.45μm尼龙滤膜过滤溶液。
- 1.2.9 流动相B：乙腈。

1.3 仪器

注：等效装置可替换，玻璃器皿均为A级。

- 1.3.1 液相色谱体系：安捷伦1100系列高效液相色谱仪由泵，脱气机，自动进样器，柱温箱，可变波长检测器，系统控制与数据采集工作站（www.agilent.com）组成。流动相：0.8mL/min，波长：265nm，柱温：30℃，进样量：10μL。
 - 1.3.2 液相色谱柱：PhenomenexProdigy (MidBore™)ODS-3100Å, 5μm, 150×3.2 mm, Phenomenex, No.00 F-4097-R0 (Phenomenex, CA 90501, USA; www.phenomenex.com)。
 - 1.3.3 液相色谱保护柱：Phenomenex Prodigy SecurityGuard™Cartridges ODS-3100Å, 4×3.0 mm, Phenomenex, No.AJ0-4287 (Phenomenex)。
 - 1.3.4 分析天平：精确度±0.0001g。
 - 1.3.5 超声波仪：Branson (Danbury, CT, USA) 8210超声波清洁剂。
 - 1.3.6 涡旋：Barnstead (Newton, MA, USA) 16700型搅拌器。
 - 1.3.7 pH计：Beckman (Fullerton, CA, USA)。
 - 1.3.8 粉碎机：单触式咖啡粉碎机。
 - 1.3.9 容量瓶：5mL，100mL。
 - 1.3.10 移液管：10mL（仅用作液体分析）。
 - 1.3.11 液相色谱溶剂过滤器：0.45μm尼龙滤膜。
 - 1.3.12 针头过滤器：聚四氟乙烯（PTFE），0.45μm×13mm和0.45μm×25mm。
 - 1.3.13 注射器：Luer-Lok™，3mL。
 - 1.3.12 Eppendorf公司容量可调移液枪和枪头：50~200μL。（准确度：±1.0~0.6%，精密度：0.3~0.2%）；500~2500μL（准确度：±1.5~0.6%，精密度：0.3~0.2%）。
 - 1.3.13 液相色谱进样小瓶：瓶口用带特氟龙（聚四氟乙烯）涂层的盖子旋紧。
- 1.4 待测溶液制备：按照表1，精确称量供试样品，分别放入100mL容量瓶中。药片：取20片药片，记录平均片重，研磨，混匀，称重。胶囊：取20粒胶囊，记录内容物平均重量，研磨内容物，混匀，称重。液体制剂：取样测试前充分摇匀。供试品中加入约80mL水，于涡旋混合器中混合1min，超声5min或等所有固体溶解（注：一些产品的辅料不溶，如二氧化硅）。分别吸取750μL三乙胺于容量瓶中，用水定容至刻度。每份溶液通过0.45μm×25mm PTFE过滤约1.5mL滤液于液相色谱进样小瓶中。

表1 氨基葡萄糖供试材料的检测量

产品	检测量
氨基葡萄糖盐酸盐标准品	240mg（普通标准溶液）
含标示量供试样品	按标示量计算得出：含有240mg盐酸盐或340mg硫酸

	盐的供试样品
无标示量供试样品	原料：300mg
	药片粉末：430mg
	胶囊内含物：500mg
	粉体饮料：2000mg
	液体：10mL

1.4.1 衍生化：将液相色谱进样小瓶中的滤液按照如下份量准确移取至5mL容量瓶中：氨基葡萄糖标准工作溶液（3点校准法）：分别移取50、125、200 μ L；其他产品：移取125 μ L。再于容量瓶中分别加入500 μ L 15mM FMOC-Su溶液。各容量瓶瓶口用聚四氟乙烯(Teflon)塞旋紧，在涡旋混合器中充分混合，在50℃水浴中超声30min。取出容量瓶，冷却至室温，用流动相A/B（1/1，v/v）定容至刻度，用涡旋混合器混匀。溶液经0.45 μ m $\times$ 13 mm PTFE过滤器过滤至液相色谱进样小瓶中。

注：标准品与样品溶液必须同时于5mL容量瓶中衍生化。

1.5 样品测定

1.5.1 系统适用性测试：液相色谱系统用流动相平衡至少30min。重复注入5次第二浓度水平的氨基葡萄糖盐酸盐（中等浓度）标准工作溶液。氨基葡萄糖异构体1的保留时间（ t ）（较早的洗脱峰）应该不超过4min，氨基葡萄糖异构体峰2和峰1的相对保留时间（ R_r ）应为1.2（ $R_r = t_2/t_1$ ）。峰拖尾因子（ T ）应该不超过2.0（ $T = W_{0.05}/2f$ ， $W_{0.05}$ 是距离基线5%峰高处的峰宽； f 为5%峰高处的峰的前沿边缘到峰顶点垂直线的距离）。氨基葡萄糖5次进样的峰1和峰2总面积的相对标准偏差(RSD)应不超过2.0%。

1.5.2 方法验证要求：参照AOAC方法验证指导文件，加标回收率必须满足如下要求：

浓度范围	回收率范围
100%	98~101%
10%	95~102%
1%	92~105%

1.5.3 流动相梯度洗脱程序：流动相A与B按以下梯度模式进行组分洗脱：

时间，min	比例：A:B
0.0~6.0	70:30等度
6.0~11.0	0:100
11.0~13.0	70:30
13.0~15.0	70:30等度

1.5.4 运行时间：15 min。

1.5.5 进样：每个标准工作溶液和未知样品溶液均进一针。

1.5.6 结果计算

1.5.6.1 氨基葡萄糖标准工作溶液浓度—计算FMOC衍生化后，标准工作溶液中氨基葡萄糖（GFB）的浓度：

$$STD_n, \text{mg/mL} = 0.83091 \times d \times W \times F$$

式中：

N —1, 2, 3代表三种不同的标准工作溶液；

0.83091—氨基葡萄糖盐酸盐和GFB的换算系数：179.17/215.63；

d —稀释因子： $v/(100 \text{ mL} \times 5 \text{ mL})$ ， v 在STD1，STD2，STD3溶液中分别取0.050，0.125和0.200 mL；

W —氨基葡萄糖盐酸盐标准重量，mg；

F —所使用标准氨基葡萄糖盐酸盐纯度。

1.5.6.2 氨基葡萄糖（GFB）在所有含氨基葡萄糖的材料中所占百分比—计算所有包含氨基葡萄糖的材料中的% GFB:

$$\% \text{ GFB, mg/mg} = (P - b) \times 100 / (a \times D \times W)$$

式中:

P—未知受试样品中氨基葡萄糖峰1和峰2的峰面积总和;

a—标准曲线斜率;

b—标准曲线截距;

D—稀释因子: $v / (100\text{mL} \times 5\text{mL})$, 其中 $v=0.125\text{mL}$;

W—受试样品称取质量, mg。

对液体来说:

$$\text{GFB, mg/mL} = (P - b) / (a \times D \times V)$$

式中:

V—受试样品量取体积, mL。

1.5.6.3 成品或原材料中氨基葡萄糖盐酸盐的百分比—计算氨基葡萄糖盐酸盐成品或原材料中的%G·HCL:

$$\% \text{ G} \cdot \text{HCl, mg/mg} = (P - b) \times 100 / (0.83091 \times a \times D \times W)$$

对于液体来说:

$$\text{G} \cdot \text{HCl, mg/mL} = (P - b) / (0.83091 \times a \times D \times V)$$

1.5.6.4 成品或原材料中氨基葡萄糖硫酸盐 ($2\text{GFB} \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$) 的百分比—计算氨基葡萄糖硫酸盐成品或原材料的% G·sulfate:

$$\% \text{ G} \cdot \text{sulfate, mg/mg} = (P - b) \times 100 / (0.78511 \times a \times D \times W)$$

式中:

0.78511—氨基葡萄糖硫酸盐 ($2\text{GFB} \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$) 换算到氨基葡萄糖 (GFB) 的换算系数, $(2 \times 179.17) / 456.418$ 。

对于液体来说:

$$\text{G} \cdot \text{Sulfate, mg/mL} = (P - b) / (0.78511 \times a \times D \times V)$$

1.5.6.5 单位产品中氨基葡萄糖硫酸盐 (或盐酸盐) 含量—计算每片药片 (或每个胶囊) 中的氨基葡萄糖硫酸盐 (或盐酸盐) 含量, 或者每份服用量 (液体) 中的氨基葡萄糖硫酸盐 (或盐酸盐) 含量:

每片药片 (或每个胶囊) 所含mg G·sulfate (HCL) = % w/w G·Sulfate (HCL) $\times 100 \times \text{mg/Tab (Cap)}$

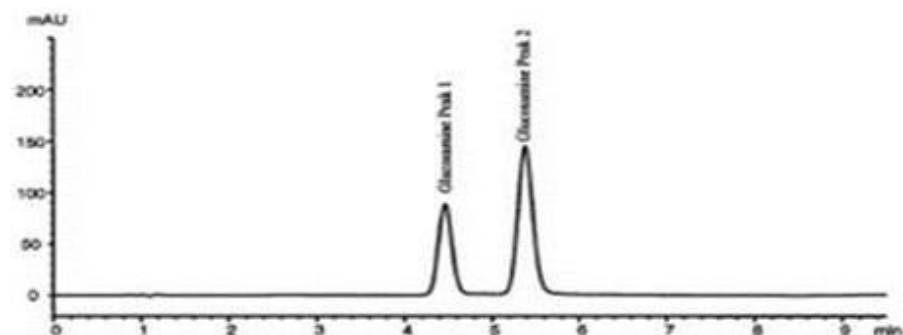
每份服用量 (液体) 所含mg G·Sulfate (HCL) = mg/mL G·Sulfate (HCL) $\times \text{mL/Serving}$

式中:

mg/Tab (Cap) —每片药片均重或每个胶囊中内容物均重, mg;

mL/Serving—液体产品的服用量, mL。

下图是氨基葡萄糖片的典型色谱图



【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】

净含量为800g/罐，允许负偏差为15g。

【原辅料质量要求】

1. 氨基葡萄糖硫酸盐

项 目	指 标
来源	柠檬酸渣（淀粉质或糖质原料经黑曲霉（ <i>Aspergillus niger</i> ）发酵生产柠檬酸过程中产生的副产品）
制法	经盐酸水解（55~65℃，维持1.5~2h后，继续升温至95~105℃，保温3~3.5h进行水解反应）、浓缩、活性炭脱色、结晶、离心、干燥（65℃~75℃，烘干3~3.5h）等主要工艺制成。
感官要求	白色或类白色结晶性粉末，无臭，味微甜；在水中易溶，在乙醇中极微溶解
鉴别	符合《国家药品标准第16册WS1-XG-028-2001》中鉴别项下的要求
比旋光度	+50.0° ~+52.0°
含量，%	98.0~102
pH值	3.0~5.0
干燥失重，%	≤1.0
炽灼残渣，%	≤0.1
溶剂残留，%	≤0.5
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5
总砷（以As计），mg/kg	≤0.3
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

2. 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。

3. 维生素和矿物质预混料（L-抗坏血酸钠、硫酸锌、维生素D₃、麦芽糊精）

项 目	指 标
来源	L-抗坏血酸钠、硫酸锌、维生素D ₃ 、麦芽糊精
制法	经过筛，混合，金属探测，包装等主要工艺制成。
感官要求	类白色至褐色细颗粒状粉末，无肉眼可见外来杂质
锌，mg/g	10.8~13.2
维生素D ₃ ，μg/g	15.84~19.36

维生素C, mg/g	72~88
水分, %	≤4.5
铅（以Pb计）, mg/kg	≤0.5
总砷（以As计）, mg/kg	≤1.0
菌落总数, CFU/g	≤1000
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

4. 脱脂奶

项 目	指 标
来源	生牛乳
制法	经分离等主要工艺制成。
感官要求	呈乳白色或微黄色、均匀一致液体，无凝块、无沉淀、无正常视力可见异物，具有本品固有的香味，无异味
蛋白质, g/100g	≥2.8
相对密度, 20℃/4℃	≥1.027
非乳脂固体, g/100g	≥8.1
酸度, ° T	12~18
脂肪, g/100g	≤0.2
杂质度, mg/kg	≤4.0
铅（以Pb计）, mg/kg	≤0.05
总砷（以As计）, mg/kg	≤0.1
总汞（以Hg计）, mg/kg	≤0.01
铬（以Cr计）, mg/kg	≤0.3
亚硝酸盐（以NaNO ₂ 计）, mg/kg	≤0.4
抗生素	不得检出
黄曲霉毒素 M ₁ , μg/kg	≤0.5
三聚氰胺, mg/kg	≤2.5
菌落总数, CFU/mL	≤2×10 ⁶

5. 鲜牛奶：应符合GB 19301《食品安全国家标准生乳》的规定。

6. 麦芽糊精：应符合GB 15203《食品安全国家标准 淀粉糖》的规定。

7. 大豆磷脂：应符合GB 28401《食品安全国家标准食品添加剂 磷脂》的规定。

8. 食用香精（奶味香精、牛奶香精 1、牛奶香精 2）：应符合GB 30616《食品安全国家标准 食品用香精》的规定。
