

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G20160475

启美®水苏糖低聚木糖苹果纤维咀嚼片

- 【原料】 水苏糖、苹果纤维、低聚木糖
- 【辅料】 乳糖、甜橙香精、硬脂酸镁、薄膜包衣预混剂（羟丙基甲基纤维素、聚乙二醇6000、滑石粉、胭脂红、日落黄）
- 【生产工艺】 经粉碎、过筛、混合、制粒、干燥、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】 高密度聚乙烯瓶应符合GB 4806.7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	包衣呈橙色，片芯呈棕色
滋味、气味	具有产品应有的滋味和气味，无异味
状态	片剂，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
灰分，%	≤6.0	GB 5009.4
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
胭脂红，mg/kg	≤25	GB 5009.35
日落黄，g/kg	≤0.3	GB 5009.35

【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	$\leq 0/25g$	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25g$	GB 4789.10 第一法 定性检验

【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
低聚木糖, g/100g	≥ 11	1 低聚木糖的测定
水苏糖, g/100g	≥ 18	2 水苏糖的测定
膳食纤维, g/100g	≥ 9	GB 5009.88

1 低聚木糖的测定 1.1 试剂 1.1.1 4mol/L硫酸: 98%硫酸用水稀释而成, 并标定校准浓度。 1.1.2 40%氢氧化钠: 取40.0g氢氧化钠, 加入100mL水溶解即可。 1.1.3 无水乙醇 (AR)。 1.1.4 乙腈 (色谱级)。 1.1.5 0.45 μ m水相过滤膜。 1.1.6 标准样品溶液: 取纯度为99.5%木糖75.0mg于25.0mL容量瓶中, 用水定容至刻度, 摇匀, 制成3.0mg/mL木糖标准品溶液, 备用。 1.2 仪器 1.2.1 高压液相系统: 附515高压泵、7725进样阀、柱温箱、2414示差折光检测器、色谱工作站。 1.2.2 真空泵或电吹风。 1.3 色谱条件 1.3.1 色谱柱: Waters Carbohydrate High Performance, 4 μ m, 4.6 $\times$ 250mm, Cartridge。 1.3.2 流动相: 乙腈-水=75:25 (v/v)。 1.3.3 流速: 1.0mL/min。 1.3.4 柱温: 35 $^{\circ}$ C。 1.3.5 示差检测器温度: 35 $^{\circ}$ C。 1.3.6 进样量: 20.0 μ L。 1.4 样品处理: 取约1.0g样品于50.0mL小烧杯中, 加10.0mL水溶解样品, 并转入50.0mL容量瓶中, 再加5.0mL水洗涤烧杯并全部转入容量瓶中, 最后用无水乙醇定容至刻度, 摇匀离心 (4000r/min, 离心10min), 取上清液15.0mL于小烧杯中用电吹风 (不高于50 $^{\circ}$ C) 吹赶尽乙醇, 用水溶解定容至15.0mL (该溶液为样品水解前上机测定溶液M₁)。取10.0mL该溶液于水解管中, 加入4mol/L硫酸1.80mL, 摇匀, 于100 $^{\circ}$ C水解2h, 冷却; 用40% NaOH中和 (PH值5~7), 加水定容至25.0mL的容量瓶中, 摇匀, 取上清液2.0mL, 用无水乙醇定容至10.0mL刻度, 摇匀离心, 取上清液8.0mL于小烧杯中, 电吹风吹干。加水溶解并定容2.0mL, 用0.45 μ m水相膜过滤。 (该溶液为样品水解后上机测定溶液M₂)。 1.5 上机测定: 样品的体积V₁=50mL, V₂=156.25mL。 1.6 结果计算: $X = \frac{M_2 - M_1}{W} \times 100$
 $M_1 = \frac{Aspl}{Astd} \times Cstd \times V_1 \times 10^{-3} / W \times 100$ $M_2 = \frac{Aspl}{Astd} \times Cstd \times V_2 \times 10^{-3} / W \times 100$
式中: X—样品中低聚木糖的含量 (以木糖计), g/100g; M₁—样品水解前低聚木糖含量, g/100g; M₂—样品水解后低聚木糖含量, g/100g; Aspl—样品中木糖组分峰面积; Astd—标样木糖组分峰面积; Cstd—标样木糖组分浓度, mg/mL; V₁—水解前稀释体积, mL; V₂—水解后稀释体积, mL; W—样品重量, g。 2 水苏糖的测定 2.1 仪器 2.1.1 高效液相色谱仪系统: 附Waters 515泵、Waters2410示差折光检测器、柱温箱、Millennium³²工作站。 2.1.2 电子天平: 感量0.0001g。 2.2 试剂 2.2.1 水: 用新制备的高纯水。 2.2.2 乙腈: HPLC级。 2.2.3 水苏糖标准品: 含量 $\geq 98\%$, 购自sigma公司。 2.3 色谱条件 2.3.1 色谱柱: 氨基键结合柱, CHROMATOREX NH₂, 粒径为5 μ m, 4.6 $\times$ 250mm或分林效果相类似的其它氨基柱。 2.3.2 流动相: 乙腈-水=65: 35 (用前经0.45 μ m滤膜过滤并超声脱气) (流动相比比例和流速可根据分离效果作适当调节)。 2.3.3 流速: 1.0mL/min。 2.3.4 进样量: 5 μ L (定量环)。 2.3.5 柱温: 35 $^{\circ}$ C。 2.3.6 检测器温度: 35 $^{\circ}$ C。 2.4 仪器稳定准备: 样品测定前一天接通示差折光检测器电源, 设定其温度为35 $^{\circ}$ C, 预热稳定, 设定柱温35 $^{\circ}$ C, 以0.1mL/min的流速通入流动相平衡过夜。正式进样分析前, 用流动相以1.0mL/min冲洗检测器参比池20min以上, 再恢复正常流路使流动相经过样品池, 稳定基线20min, 直至基线稳定方可进样。 2.5 样品处理: 将所用标准品及样品在真空度为-0.09MPa、温度在70~75 $^{\circ}$ C的真空干燥箱内烘干1.5~2h。精确称取水苏糖标准品150mg左右于10mL容量瓶中, 用高纯水定容于满刻度, 平行

配置两份。精确称取水苏糖样品0.2g~0.25g,用高纯水定容于10mL容量瓶,平行配制两份。样品溶液在注入色谱仪前应通过0.45μm滤膜过滤。2.6 测定:进样时先进标样,标准品溶液每份进样两次,其水苏糖面积的RSD要小于1.5%,以保留时间定性,用外标法计算样品中水苏糖的含量。2.7 结果计算:

$$X = A \times C_R \times V \times 100 / (A_S \times m)$$

式中: X—样品中水苏糖的含量, g/100g;
A—样品中水苏糖的峰面积;
C_R—标准溶液中水苏糖标准品的浓度, mg/mL;
A_S—标准溶液中水苏糖标准品的峰面积;
m—样品质量, g;
V—样品定容体积, mL。

【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. 水苏糖:应符合QB/T 4260《水苏糖》的规定。

2. 苹果纤维:

项 目	指 标
来源	苹果
制法	经粉碎、过滤、干燥(水分≤9%)、包装等主要工艺加工制成。
感官要求	褐色或红褐色干燥粉末,具苹果特有的甜味、香味和酸味
膳食纤维, %	≥40
水分, %	≤9
灰分, %	≤9
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
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

3. 低聚木糖:应符合QB/T 2984《低聚木糖》的规定。

4. 乳糖:应符合GB 25595的《食品安全国家标准 乳糖》规定。

5. 甜橙香精:应符合GB 30616《食品安全国家标准 食品用香精》的规定。

6. 硬脂酸镁:应符合《中华人民共和国药典》的规定。

7. 薄膜包衣预混剂(羟丙基甲基纤维素、聚乙二醇6000、滑石粉、胭脂红、日落黄):

项 目	指 标
来源	羟丙基甲基纤维素、聚乙二醇6000、滑石粉、胭脂红、日落黄
制法	经混合、包装等主要工艺加工制成
感官要求	橙色粉末
灰分, %	30.32~38.32
菌落总数, CFU/g	≤30000
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
大肠埃希菌	不得检出
