

国家食品药品监督管理总局

保健食品产品技术要求

BJG20140397

维士莱牌邦利得片

weishilaipaibanglidepian

【配方】 碳酸钙、海洋鱼骨胶原低聚肽粉、盐酸氨基葡萄糖、酪蛋白磷酸肽、天然维生素E粉（天然维生素E油、麦芽糊精）、维生素C、维生素K₁粉（维生素K₁、淀粉、白砂糖、阿拉伯胶）、维生素B₁₂、维生素D₃粉（维生素D₃、淀粉、白砂糖、阿拉伯胶）、膳食纤维、微晶纤维素、羧甲基淀粉钠、硬脂酸镁、聚维酮K30、胃溶型薄膜包衣预混剂（二氧化钛、羟丙基甲基纤维素、聚乙二醇、棕氧化铁）

【生产工艺】 本品经过筛、混合、制粒、干燥、压片、包衣、包装等主要工艺加工制成。

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	包衣呈棕褐色，片芯呈类白色至淡黄色
滋味、气味	具本品特有滋味、气味，不得有异臭、异味
性状	薄膜衣片，完整光洁
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【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，%	≤5.0	GB 5009.3
灰分，%	≤55	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》（2010年版）二部
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5	GB 5009.12
砷（以As计），mg/kg	≤0.3	GB/T 5009.11
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3	GB/T 5009.17
镉（以Cd计），mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.15

【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	≤1000	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/100g	≤40	GB/T 4789.3-2003
霉菌, cfu/g	≤25	GB 4789.15
酵母, cfu/g	≤25	GB 4789.15
致病菌(指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌及溶血性链球菌)	不得检出	GB 4789.4、GB/T 4789.5、GB 4789.10、GB/T 4789.11

【功效成分含量测定】应符合表4的规定。

表4 功效成分含量测定

项 目	指 标	检测方法
钙(以Ca计), mg/100g	$1.60 \times 10^4 \sim 3.00 \times 10^4$	GB/T 5009.92-2003
维生素C, mg/100g	$4.00 \times 10^3 \sim 7.50 \times 10^3$	GB/T 5009.159-2003
盐酸氨基葡萄糖, mg/100g	$1.00 \times 10^4 \sim 1.87 \times 10^4$	1 盐酸氨基葡萄糖的测定
维生素E, mg/100g	$1.20 \times 10^3 \sim 2.25 \times 10^3$	GB/T 5009.82-2003
维生素B ₁₂ , mg/100g	0.08~0.15	2 维生素B ₁₂ 的测定
维生素D ₃ , mg/100g	0.120~0.225	3 维生素D ₃ 的测定
维生素K ₁ , mg/100g	1.20~2.25	GB 5413.10-2010

1 盐酸氨基葡萄糖的测定

1.1 仪器

1.1.1 高效液相色谱仪

1.1.2 分析天平

1.1.3 pH计

1.1.4 水浴锅

1.2 试剂

1.2.1 盐酸氨基葡萄糖对照品: 购自中国食品药品检定研究院

1.2.2 芴甲氧羰酰琥珀酰亚胺(FMOC-OSu, 99%)

1.2.3 磷酸: 分析纯

1.2.4 三乙胺: 分析纯

1.2.5 乙腈: 色谱纯

1.2.6 氢氧化钾: 分析纯

1.2.7 纯化水

1.3 色谱条件

1.3.1 色谱柱: C₁₈ (5μm, 250mm×4.6mm)

1.3.2 流动相: 乙腈(流动相A)-0.05%磷酸溶液(氢氧化钾溶液调节pH值为2.5)(流动相B) =

40:60。梯度洗脱程序如下：0~4min, A-B=40:60；4~9min, A-B=90:10；接着梯度洗脱1min, 10~14min, A-B=40:60。

1.3.3 检测波长：265nm

1.3.4 柱温：30℃

1.3.5 流速：1.0mL/min

1.3.6 进样量：10μL

1.4 对照品溶液的配制：取盐酸氨基葡萄糖对照品约20mg，精密称定，置于10mL容量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，即得。

1.5 供试品溶液的配制：取样品，研细，精密称取适量（约含盐酸氨基葡萄糖20mg），置于10mL容量瓶中，加水超声溶解并定容至刻度，然后将溶液用滤纸过滤后，取续滤液备用。

1.6 衍生化反应：精密量取对照品溶液或供试品溶液1.0mL，置于50mL容量瓶中，加入0.2%三乙胺溶液1.0mL和0.4%的FMOC-OSμ乙腈溶液5mL，摇匀，置60℃水浴中加热30min，再立即加入乙腈-0.05%磷酸溶液（40:60）的流动相使反应停止（容量瓶中有沉淀产生则用超声波使其溶解），并稀释至刻度，摇匀，用孔径0.45μm微孔滤膜过滤后即得。将对照品溶液和供试品溶液衍生化后得到的溶液，精密量取10μL注入液相色谱仪，记录色谱图，在色谱图中出现两个峰，外标法按两个峰的总峰面积进行定量分析。盐酸氨基葡萄糖存在两个天然的异构体，刚溶于水时其比旋度值最高，随着时间的延长，其比旋度迅速下降。约2小时后，比旋度趋于稳定，稳定的盐酸氨基葡萄糖盐酸水溶液是α型和β型的平衡混合物。盐酸氨基葡萄糖水溶液经衍生化后，在色谱图中出现两个峰，这两个峰经二极管阵列检测器扫描后，发现具有相同的光谱图，因而认为这两个峰是盐酸氨基葡萄糖的两个异构体峰，所以定量计算时按两个峰的总峰面积用外标法进行定量分析。

1.7 结果计算

$$X = \frac{A_{\text{供}}}{A_{\text{对}}} \times \frac{m_{\text{对}}}{10} \times \frac{10}{m_{\text{供}}} \times 100$$

式中：

X—样品中盐酸氨基葡萄糖的含量，mg/100g；

$A_{\text{供}}$ —样品中盐酸氨基葡萄糖经衍生化后得到的两个峰的总峰面积；

$A_{\text{对}}$ —盐酸氨基葡萄糖对照品经衍生化后得到的两个峰的总峰面积；

$m_{\text{对}}$ —盐酸氨基葡萄糖对照品的称样量，mg。

$m_{\text{供}}$ —样品称取量，g。

2 维生素B₁₂测定

2.1 试剂

除另有规定外，本标准中所用试剂均为分析纯；实验用水均为纯化水，电导率（25℃）为0.01mS/m。

2.1.1 乙腈（C₂H₃N）：色谱纯

2.1.2 乙醇（C₂H₆O）

2.1.3 三氟乙酸（C₂F₃O₂H）

2.1.4 维生素B₁₂标准品：纯度≥99%

2.1.5 5%乙腈：量取50mL乙腈，用水稀释定容至1000mL。

2.1.6 维生素B₁₂标准储备液：称取维生素B₁₂标准品10mg（精确至0.1mg），用5%乙醇溶解并定容至10mL棕色容量瓶中，混匀，得到维生素B₁₂标准储备液。冷藏保存。

2.1.7 维生素B₁₂标准中间液：吸取1mL储备液至25mL棕色量瓶中，用水稀释得到维生素B₁₂的标准中间液。冷藏保存。

2.1.8 维生素B₁₂标准系列：分别吸取0.05、0.1、0.50、1.00、2.00、5.00mL标准中间液于10mL棕色容量瓶中，用水稀释，即得。

2.2 仪器

2.2.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器

2.2.2 超声波清洗器

2.2.3 漩涡混合器

2.2.4 旋转蒸发仪

2.3 色谱条件

- 2.3.1 色谱柱: C_{18} (4.6mm×250mm, 5 μ m), 反相色谱柱。
- 2.3.2 流动相: 0.025%三氟乙酸 (pH=2.6) -乙腈=85:15
- 2.3.3 检测波长: 361nm
- 2.3.4 柱温: 室温
- 2.3.5 流速: 1mL/min
- 2.4 供试品溶液的制备: 取样品适量, 祛除包衣, 粉碎研细, 过100目筛。称取样品25g (精确至0.001g), 加水250mL, 用力振摇, 漩涡混匀, 低温超声约15min, 过滤, 收集滤液。将上述滤液在50~60℃水浴中旋转蒸发至近干, 加乙醇200~250mL溶解, 漩涡混匀, 低温超声约15min, 过滤, 收集滤液, 在50~60℃水浴中旋转蒸发至干, 并用适量5%乙腈溶解, 即得。
- 2.5 测定: 吸取适量标准溶液和供试品溶液注入高效液相色谱仪, 以保留时间定性, 用标准曲线进行测定。
- 2.6 结果计算

$$X = \frac{A \times f}{m}$$

式中:

- X—样品中维生素 B_{12} 的含量, μ g/g;
- A—从标准曲线上查得的含量, μ g;
- f—样品稀释倍数;
- m—样品称取量, g。

3 维生素 D_3 的测定

3.1 仪器

- 3.1.1 高效液相色谱仪
- 3.1.2 分析天平
- 3.1.3 高速离心机
- 3.1.4 离心管
- 3.1.5 超声波

3.2 试剂

- 3.2.1 二甲基亚砷: 分析纯
- 3.2.2 甲醇: 色谱纯
- 3.2.3 正己烷: 色谱纯
- 3.2.4 异丙醇: 色谱纯
- 3.2.5 纯化水

3.3 色谱条件

- 3.3.1 色谱柱: 依利特硅胶柱 (5 μ m, 300mm×4.0mm)。
- 3.3.2 流动相: 正己烷-异丙醇=99:1
- 3.3.3 检测波长: 265nm
- 3.3.4 柱温: 25℃
- 3.3.5 流速: 0.8mL/min
- 3.3.6 进样量: 50 μ L

3.4 对照品溶液的制备: 取维生素 D_3 对照品 (4000万IU/g) 约15mg, 精密称定, 置于25mL容量瓶中, 加入正己烷溶解并稀释至刻度, 即得对照品储备液。然后精密量取对照品储备液0.1mL, 置于100mL容量瓶中, 加入正己烷稀释并定容刻度, 即得对照品溶液。用微孔滤膜过滤后, 进样50 μ L, 记录维生素 D_3 色谱峰。

3.5 供试品溶液的制备: 取样品10片于研钵中, 研细, 精密称取适量 (约相当于维生素 D_3 6 μ g), 置于50mL离心管中, 加DMSO:水 (3:1) 溶液15mL、甲醇5mL, 超声10min使其溶解, 取出放冷至室温, 加入10mL正己烷, 猛烈振摇使其混合均匀后, 以5000r/min离心5min, 取上清液用微孔滤膜过滤后, 进样50 μ L, 记录维生素 D_3 色谱峰, 外标法计算含量。

3.6 结果计算

$$X = \frac{A_{\text{供}}}{A_{\text{对}}} \times \frac{m_{\text{对}}}{m_{\text{供}}} \times 10 \times 100$$

式中：
$$X = \frac{A_{\text{供}}}{A_{\text{对}}} \times \frac{m_{\text{对}}}{m_{\text{供}}} \times 25 \times 1000$$

X—样品中维生素D₃的含量，mg/100g；

A_供—样品中维生素D₃的峰面积；

A_对—维生素D₃对照品的峰面积；

m_对—维生素D₃对照品的称样量，mg；

m_供—样品称取量，g。

【保健功能】 增加骨密度、抗氧化

【适宜人群】 中老年人

【不适宜人群】 少年儿童

【食用方法及食用量】 每日2次，每次1片，口服

【规格】 1.0g/片

【贮藏】 密封、置阴凉干燥处

【保质期】 24个月
