

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200190

金康媛牌氨基葡萄糖牦牛骨粉钙咀嚼片

【原料】 牦牛骨粉、碳酸钙、氨基葡萄糖盐酸盐、硫酸软骨素钠、骨胶原蛋白、维生素D₃粉（胆钙化醇、阿拉伯胶、抗坏血酸钠、二氧化硅、麦芽糊精、白砂糖、玉米油）

【辅料】 木糖醇、山梨糖醇、糊精、柠檬酸、硬脂酸镁、桔子香精、β-胡萝卜素粉（β-胡萝卜素、菜籽油、维生素E油、麦芽糊精、淀粉、抗坏血酸钠、磷酸三钙、纯化水）、甜菊糖苷

【生产工艺】 本品经过筛、混合、制粒、干燥、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	淡黄色，色泽均匀
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味、无异味
性状	片剂，完整光洁，有适宜的硬度
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	≥5.2	《中华人民共和国药典》
灰分，%	≤28.0	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
-----------------	------	------------

【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
钙（以Ca计）, g/100g	6.8~9.4	GB 5009.92中“第一法 火焰原子吸收光谱法”
维生素D ₃ , mg/100g	0.08~0.15	1 维生素D ₃ 的测定
氨基葡萄糖盐酸盐, g/100g	≥10.0	GB/T 20365
硫酸软骨素, g/100g	≥9.5	GB/T 20365

1 维生素D₃的测定

1.1 试剂

1.1.1 乙醇：色谱纯。

1.1.2 氢氧化钾。

1.1.3 石油醚（沸程：30℃~60℃）。

1.1.4 甲醇：色谱纯。

1.1.5 抗坏血酸。

1.1.6 无水硫酸钠。

1.1.7 水：娃哈哈纯净水。

1.1.8 正己烷。

1.1.9 环己烷。

1.1.10 异丙醇。

1.1.11 硫酸锌。

1.2.13 维生素D₃标准溶液的配制：取维生素D₃对照品适量，加乙醇溶解配置成每1mL含25ng的溶液，即得。

1.2 仪器

1.2.1 高效液相色谱仪（带紫外检测器）。

1.2.2 旋转蒸发器。

1.2.3 恒温磁力搅拌器。

1.2.4 电子天平。

1.2.5 氮吹仪。

1.3 色谱条件

1.3.1 色谱柱： C_{18} ，250mm×4.5mm，5 μ m或具同等性能的色谱柱。

1.3.2 流动相：甲醇：水=95：5。

1.3.3 流速：1mL/min。

1.3.4 检测波长：264nm。

1.3.5 柱温：35±1℃。

1.3.6 进样量：100 μ L。

1.4 样品处理

1.4.1 样品制备：取混合均匀样品2.5g，精密称定，于250mL三角瓶中，加入50mL（45～50℃）水使其溶解，加入5mL硫酸锌（15g/L）混合均匀。

1.4.2 皂化：于上述处理的试样溶液加入100mL维生素C的乙醇溶液（15g/L）充分混匀后加入25mL氢氧化钾水溶液（250g氢氧化钾加入200mL水溶解）混匀，放入磁力搅拌棒，充氮排出空气，盖上胶塞。1000mL的烧杯中加入约300mL水，将烧杯放在磁力搅拌器上，当水温控制在53±2℃时，将三角瓶放入烧杯中，磁力搅拌皂化45min，取出立刻冷却至室温。

1.4.3 提取：用少量的水将皂化液全部转移至500mL分液漏斗中，加入100mL石油醚，轻轻摇动，排气后盖好瓶塞，室温下震荡约10min后静置分层，将水相转入另一个分液漏斗中，按上述方法进行第二次萃取。合并醚液，用水洗至中性。醚液通过无水硫酸钠过滤脱水，滤液收入500mL圆底烧瓶中，于旋转蒸发器上在40±2℃充氮条件下蒸至近干，残渣用甲醇溶解并定容至10mL，摇匀，用于维生素D₃含量的测定。（残渣用正己烷转移至10mL容量瓶中，定容，摇匀，用于维生素D₃净化的测定。）

1.5 结果计算

$$X = \frac{C \times A_{\text{样}} \times V \times \mu_{\text{对}} \times 100}{m \times A_{\text{对}} \times \mu_{\text{样}}}$$

式中：

X—维生素D₃的含量，mg/100g；

A_对—对照品峰面积；

V—样品测定液体积，mL；

A_样—测定用样品峰面积；

m—样品质量，g；

C—对照品浓度，mg/mL；

$\mu_{\text{对}}$ —对照品进样量， μ L；

$\mu_{\text{样}}$ —样品进样量， μ L。

【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. 牦牛骨粉：应符合GB 1903.19《食品安全国家标准 食品营养强化剂 骨粉》的规定。

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. 盐酸氨基葡萄糖盐酸盐：应符合WS₁-XG-028-2001《国家药品标准 盐酸氨基葡萄糖》的规定。

4. 硫酸软骨素钠：应符合《中华人民共和国药典》及下表的规定。

项 目	指 标
来源	牛的软骨组织（喉骨、鼻中骨、气管等）
制法	经碱解提取（2%氯化钠和2%氢氧化钠混合液，90℃提取5~6h，加压110℃提取8h）、酶解（盐酸调节pH8.5~9.0，53~56℃胰蛋白酶水解6~7h）、浓缩、沉淀、过滤、二次沉淀、干燥（75~80℃）、研磨、混合、包装等主要工艺制成
旋光度	-20.0° ~-30.0°

5. 骨胶原蛋白：应符合QB 2732《水解胶原蛋白》的规定。

6. 维生素D₃粉（胆钙化醇、阿拉伯胶、抗坏血酸钠、二氧化硅、麦芽糊精、白砂糖、玉米油）

项 目	指 标
来源	胆钙化醇、阿拉伯胶、抗坏血酸钠、二氧化硅、麦芽糊精、白砂糖、玉米油
制法	经溶解、剪切、乳化、均质（40MPa）、喷雾干燥（进风温度165~200℃，出风温度90~100℃）、过筛、混合、过筛、包装等主要工艺制成
感官要求	白色至类白色粉末
含量，IU/g	≥100,000
干燥失重，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
菌落总数，CFU/g	≤30000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

7. 木糖醇：应符合GB 1886.234《食品安全国家标准 食品添加剂 木糖醇》的规定。

8. 山梨糖醇：应符合GB 1886.187《食品安全国家标准 食品添加剂 山梨糖醇和山梨糖醇液》的规定。

9. 糊精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

10. 柠檬酸：应符合GB 1886.235《食品安全国家标准 食品添加剂 柠檬酸》的规定。

11. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

12. 桔子香精：应符合GB 30616《食品安全国家标准 食品用香精》的规定。

13. β-胡萝卜素粉（β-胡萝卜素、菜籽油、维生素E油、麦芽糊精、淀粉、抗坏血酸钠、磷酸三钙、纯化水）

项 目	指 标
来源	β-胡萝卜素、菜籽油、维生素E油、麦芽糊精、淀粉、抗坏血酸钠、磷酸三钙、纯化水
制法	经溶解、乳化、均质、喷雾干燥（进风温度约180℃、出风温度约80℃）、混合、过筛、称量包装、检测入库等主要工艺制成
感官要求	桔红色粉末
含量，%	≥1.0
干燥失重，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
菌落总数，CFU/g	≤30000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

14. 甜菊糖苷：应符合GB 8270《食品安全国家标准 食品添加剂 甜菊糖苷》的规定。
