

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190188

谷宜甘牌谷胱甘肽茶多酚片

- 【原料】 谷胱甘肽、茶多酚
- 【辅料】 微晶纤维素、蔗糖、硬脂酸镁、薄膜包衣剂（羟丙基甲基纤维素、聚维酮K30、聚乙二醇6000、滑石粉、二氧化钛、柠檬黄、亮蓝）
- 【生产工艺】 本品经粉碎、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】
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	包衣呈淡绿色，片芯呈淡粉色至粉红色
滋味、气味	具本品特有滋味、气味
性状	片剂，完整光洁，色泽均匀，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
灰分，g/100g	≤5	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	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
亮蓝, g/kg	≤0.2	GB 5009.35
柠檬黄, g/kg	≤0.1	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	≤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
谷胱甘肽, g/100g	≥28.0	1 谷胱甘肽的测定
茶多酚, g/100g	≥13.5	2 茶多酚的测定

1 谷胱甘肽的测定

1.1 仪器

1.1.1 高效液相色谱仪：带紫外检测器。

1.1.2 超声波振荡器。

1.1.3 分析天平：感量0.1mg。

1.1.4 酸度计：精度0.02pH。

1.1.5 滤膜：孔径为0.45μm。

1.1.6 容量瓶：100mL。

1.2 试剂

1.2.1 甲醇：色谱级。

1.2.2 磷酸：分析纯。

1.2.3 磷酸二氢钾：分析纯。

1.2.4 庚烷磺酸钠：分析纯。

1.3 色谱条件

1.3.1 色谱柱：C₁₈，4.6×250mm，粒度5μm不锈钢色谱柱；也可使用分离效果相当的其他不锈钢柱。

1.3.2 流动相：甲醇-磷酸盐溶液（PH=3.0）=3:97。

- 1.3.3 流速：1.0mL/min
- 1.3.4 检测波长：210nm。
- 1.3.5 进样量：10μL。
- 1.3.6 柱温：30℃。
- 1.4 磷酸盐溶液：称取6.8g磷酸二氢钾和2.2g庚烷磺酸钠溶于1000mL水中，用磷酸调节pH至3.0，过滤。
- 1.5 谷胱甘肽标准品溶液：精密称取还原型谷胱甘肽对照品（购自中国食品药品检定研究院，含量99.4%）适量，加水溶解制成每1mL含0.2mg的溶液，即得。
- 1.6 样品处理：取本品适量，除去薄膜衣，研细，取约80mg，精密称定，置于100mL容量瓶中，加水约80mL，超声（250W，40kHz）30min，取出放冷，用水定容至刻度，摇匀，用微孔滤膜（0.45μm）滤过，取续滤液，即得。
- 1.7 样品测定：吸取上述谷胱甘肽标准溶液和供试品溶液各10μL，注入液相色谱仪，测定。
- 1.8 结果计算

$$X = \frac{A_2 \times C \times 100}{A_1 \times m} \times 100$$

式中：

X—试样中谷胱甘肽的含量，g/100g；

A₁—标准品峰面积；

A₂—供试品峰面积；

C—标准品浓度，mg/mL；

m—试样质量，mg。

2 茶多酚的测定

2.1 原理：依据茶多酚能与亚铁离子形成紫蓝色络合物，可用分光光度法测其含量的原理制定。

2.2 试剂

2.2.1 硫酸亚铁：分析纯。

2.2.2 酒石酸钾钠：分析纯。

2.2.3 磷酸氢二钠：分析纯。

2.2.4 磷酸二氢钾：分析纯。

2.2.5 蒸馏水。

2.2.6 没食子酸乙酯：购自Sigma-Aldrich（美国西格玛奥德里奇）公司，纯度≥96%。

2.2.7 酒石酸铁溶液：称取硫酸亚铁1.0g，酒石酸钾钠5.0g，加水溶解并定容至1L，此液可稳定10天。

2.2.8 pH7.5的磷酸缓冲液a液：1/15mol/L的磷酸氢二钠溶液：称取磷酸氢二钠23.877g，加水溶解并稀释至1L。

2.2.9 pH7.5的磷酸缓冲液b液：1/15mol/L的磷酸二氢钾溶液：称取经110℃烘干2h的磷酸二氢钾9.078g，加水溶解至1L。

2.2.10 pH7.5的缓冲液：取a液85mL和b液15mL混匀，即得。

2.3 仪器：紫外-可见分光光度仪。

2.4 标准溶液的制备：准确称取没食子酸乙酯（100℃烘干燥1h）150mg，溶于100mL水中作为母液，分别吸取母液2、4、6、8、10mL于10mL容量瓶中，用水定容配制成10mL中含没食子酸乙酯3、6、9、12、15mg五种不同浓度的标准溶液。

2.5 实验步骤

2.5.1 标准工作曲线的制备：准确吸取的不同浓度的没食子酸乙酯标准溶液1mL和酒石酸铁试剂5mL，置于一系列25mL的容量瓶中，用pH7.5的缓冲液定容。用水代替没食子酸乙酯作为对照，用1cm的比色杯，在540nm处测定吸光度值（A）。所测的吸光度值与对应的没食子酸乙酯浓度绘制成标准工作曲线。

2.5.2 样品处理：取本品适量，除去薄膜衣，研细，取约0.5g，精密称定，置于100mL烧杯中，加20~30mL 90℃以上的沸水溶解，冷却，移入100mL容量瓶中，定容、过滤，弃去最初的滤液约20mL，所剩滤液为

供试液。

2.5.3 样品测定：准确吸取供试液1mL，置25mL容量瓶中，加酒石酸铁溶液5mL，充分混匀，用pH7.5的磷酸缓冲液定容。以试剂空白液作参比，于540nm处测定吸光度值(A)。按下式计算，即得。

2.6 结果计算

$$X = E \times 1.5 \times \frac{100 \times 100}{m \times (1 - G) \times 1000}$$

式中：

- X—样品中茶多酚含量，g/100g；
- E—根据试样测得的吸光度值（A）从标准曲线上查得的没食子酸乙酯相应含量，mg/mL；
- 1.5—茶多酚的换算系数；
- m—试样质量，g；
- G—试样水分，%。

【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. 谷胱甘肽：应符合《进口药品注册标准JX20030297》的规定。

项 目	指 标
性状	白色结晶或结晶性粉末
含量，%	≥98.0
比旋度（°）	-15.5~-17.5
透光度，%	不得低于98.0
铵盐，%	≤0.020
硫酸盐，%	≤0.048
铁盐，%	≤0.001
有关物质，%	≤2.0
干燥失重，%	≤0.50
炽灼残渣，%	≤0.10
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
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. 茶多酚：应符合GB1 886.211《食品安全国家标准 食品添加剂 茶多酚（又名维多酚）》及下表的规定

项 目	指 标
茶多酚，%	≥90.0
儿茶素，%	≥0.4
表没食子儿茶素没食子酸酯，%	≥20
咖啡因，%	≤5

3. 微晶纤维素：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

4. 蔗糖：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

5. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 薄膜包衣剂（羟丙基甲基纤维素、聚维酮K30、聚乙二醇6000、滑石粉、二氧化钛、柠檬黄、亮蓝）：应符合《津食药监准字F20060004》及下表的规定。

项 目	指 标
来源	羟丙基甲基纤维素、聚维酮K30、聚乙二醇6000、滑石粉、二氧化钛、柠檬黄、亮蓝
制法	经过筛、混合、检测、分装等主要工艺制成。
性状	颜色均一的绿色颗粒或粉末
粒度	80目筛残留物小于2%
颜色	ΔE 不应大于3.00或目视无颜色上的可辨差异
炽灼残渣，%	24.48~33.12
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
霉菌和酵母，CFU/g	≤ 50
大肠菌群，MPN/g	≤ 0.92
沙门氏菌	$\leq 0/25g$
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25g$
