

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190321

优纳康[®]氨糖软骨素钙片

- 【原料】 氨基葡萄糖盐酸盐、碳酸钙、硫酸软骨素钠、透明质酸钠、初乳碱性蛋白粉、维生素D₃粉（胆钙化醇、生育酚、淀粉、菜籽油）
- 【辅料】 微晶纤维素、羧甲基淀粉钠、硬脂酸镁
- 【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	白色
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
灰分，%	≤35	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
-----------------	------	------------

【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
钙(以Ca计), g/100g	8.5~12.5	GB 5009.92中“第一法 火焰原子吸收光谱法”
维生素D ₃ , mg/100g	0.18~0.25	1 维生素D ₃ 的测定
硫酸软骨素, g/100g	≥15.0	GB/T 20365
盐酸氨基葡萄糖, g/100g	≥31	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。
- 1.1.12 标准品来源: 中检所。

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 维生素D标准溶液的配制：取维生素D对照品适量，加乙醇溶解配制成每1mL含50ng的溶液，即得。
- 1.4 样品处理
- 1.4.1 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，室温下震荡约十分钟后静置分层，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D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D净化的测定。）
- 1.5 色谱条件：
- 1.5.1 色谱柱：C18 250mm×4.5mm，5μm或具同等性能的色谱柱。
- 1.5.2 流动相：甲醇-水=95：5。
- 1.5.3 流速：1mL/min。
- 1.5.4 检测波长：264nm。
- 1.5.5 柱温：35±1℃。
- 1.5.6 进样量：100μL。
- 1.6 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—样品中维生素D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；
μ_对—对照品进样量，μL；
μ_样—样品进样量，μL。

【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. 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。
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. 硫酸软骨素钠

项 目	指 标

来源	牛软骨
制法	经提取（2%氢氧化钠）、酶解（pH8.5~9.0、53~56℃、6~7h）、沉淀（95%乙醇）、干燥（75~80℃）等工艺制成
得率，%	约8
含量，%	≥90.0
感官要求	类白色粉末，具本品特有的滋味、气味
pH值	6.0~7.0
干燥失重，%	≤10
灰分，%	20~30
水分，%	10
含氮量，%	2.5~3.5
硫酸盐，%	<0.24
氯化物，%	<0.50
重金属，mg/kg	≤20
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

4. 透明质酸钠：应符合《卫生部关于批准嗜酸乳杆菌等7种新资源食品的公告》（2008年第12号）中“透明质酸钠”项下的规定，同时符合下表规定：

项 目	指 标
重金属，mg/kg	≤20
砷（以As计），mg/kg	≤2.0
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

5. 初乳碱性蛋白粉：应符合《卫生部关于批准γ-氨基丁酸等6种物质为新资源食品的公告》（2009年第12号）中“初乳碱性蛋白粉”项下的规定，同时符合下表规定：

项 目	指 标
三聚氰胺	不得检出
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

6. 维生素D₃粉（胆钙化醇、生育酚、淀粉、菜籽油）：

项 目	指 标
来源	胆钙化醇、生育酚、淀粉、菜籽油

制法	经溶解、均质（40Mpa）、干燥、过筛、混合、 包装等主要工艺加工制成
感官要求	白色至淡黄色粉末
含量，IU/g	90，000～125，000
水分，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
砷（以As计），mg/kg	≤2.0
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

7. 微晶纤维素：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

8. 羧甲基淀粉钠：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

9. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
