

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190412

东流水牌阿胶片

【原料】 驴皮

【辅料】 冰糖、大豆油、黄酒

【生产工艺】 本品经泡皮、洗皮、焯皮、化皮（12h/次，熬制4次）、过滤、浓缩、凝胶、切胶、晾胶、擦胶、消毒、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】 食品用塑料包装袋应符合BB/T 0039《商品零售包装袋》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	黑褐色，有光泽
滋味、气味	具本品固有气味，味微甘，无异味
性状	长方形块，质硬而脆，断面光亮，碎片对光照视呈棕色半透明
杂质	无正常视力可见外来异物

【鉴别】 薄层鉴别：取本品粗粉0.02g，置2mL安瓿中，加6mol/L盐酸溶液1mL，熔封，置沸水浴中煮沸1小时。取出，加水1mL，摇匀，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇1mL，使溶解，作为供试品溶液。另取甘氨酸对照品，加甲醇制成每1mL中含1mg的溶液，作为对照品溶液。照“薄层色谱法”（《中华人民共和国药典》）试验，吸取上述两种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以苯酚-0.5%硼砂水溶液（4:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷0.2%茚三酮乙醇液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【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，%	≤15.0	GB 5009.3

灰分, %	≤1.0	GB 5009.4
水不溶物, %	≤2.0	1 水不溶物的测定
挥发性碱性物质（以氮计），g/100g	≤0.1	2 挥发性碱性物质的测定
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.0	GB 5009.12
总砷(以As计)，mg/kg	≤0.3	GB 5009.11
总汞(以Hg计)，mg/kg	≤0.1	GB 5009.17
镉（以Cd计），mg/kg	≤0.1	GB 5009.15
铜（以Cu计），mg/kg	≤10	GB 5009.13
铬（以Cr计），mg/kg	≤2.0	GB 5009.123

1 水不溶物的测定

1.1 样品测定：取本品1.0g，精密称定，加水5mL，加热使溶解，转移至已恒重的10mL具塞离心管中，用温水5mL分3次洗涤，洗液并入离心管中，摇匀，置40℃水浴保温15min，离心（2000r/min）10min，去除管壁浮油，倾去上清液，沿管壁加入温水至刻度，离心，如法清洗3次，倾去上清液，离心管在105℃加热2h，取出，置干燥器中冷却30min，精密称定，计算，即得。

1.2 结果计算

$$X = \frac{W_1 - W_2}{W_3} \times 100\%$$

式中：

X—水不溶物，%；

W₁—离心管的质量，g；

W₂—加热后离心管和样品的质量，g；

W₃—样品的质量，g。

2 挥发性碱性物质的测定

2.1 仪器

2.1.1 电子天平。

2.1.2 凯氏烧瓶。

2.1.3 容量瓶。

2.1.4 移液管。

2.1.5 量筒。

2.1.6 酸式滴定管。

2.2 试剂

2.2.1 水。

2.2.2 氧化镁。

2.2.3 硼酸。

2.2.4 甲基红。

2.2.5 溴甲酚绿。

2.2.6 硫酸。

2.3 样品测定：取本品约5g，精密称定，置100mL容量瓶中，加水使溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取

5mL，置凯氏烧瓶中，立即加1%氧化镁混悬溶液5mL，迅速密塞，通入水蒸气进行蒸馏，以2%硼酸溶液5mL为接收液，加甲基红-溴甲酚绿混合指示液5滴，从滴出第一滴凝结水珠时起，蒸馏7min停止，馏出液用硫酸滴定液（0.005mol/L）滴定至溶液由蓝绿色变为灰紫色，记录硫酸滴定液（0.005mol/L）消耗量。同时用空白试验校正，计算，即得。

2.4 结果计算

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \times F \times 0.1401}{m \times 5 / 100 \times 1000} \times 100$$

式中：

- X—供试品中挥发性碱性物质的含量，g/100g；
- V₁—测定用供试品溶液消耗硫酸滴定液体积，mL；
- V₀—测定空白溶液消耗硫酸滴定液体积，mL；
- F—硫酸滴定液实际浓度值与理论浓度比值；
- 0.1401—1mL硫酸滴定液[c（H₂SO₄）=0.005mol/L]相当的氮的质量，mg；
- m—样品质量，g。

【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
甘氨酸（以干燥品计）， g/100g	≥18.0	1 甘氨酸、L-脯氨酸、L-羟脯氨酸及丙氨酸的测定
L-脯氨酸（以干燥品计）， g/100g	≥10.0	1 甘氨酸、L-脯氨酸、L-羟脯氨酸及丙氨酸的测定
L-羟脯氨酸（以干燥品计）， g/100g	≥8.0	1 甘氨酸、L-脯氨酸、L-羟脯氨酸及丙氨酸的测定
丙氨酸（以干燥品计）， g/100g	≥7.0	1 甘氨酸、L-脯氨酸、L-羟脯氨酸及丙氨酸的测定

1 甘氨酸、L-脯氨酸、L-羟脯氨酸、丙氨酸的测定

1.1 原理：试样中的蛋白质经盐酸水解成为游离氨基酸，选用异硫氰酸苯酯（PITC）法柱前衍生，经高效

液相色谱仪的C₁₈柱分离，再通过紫外检测器测定氨基酸含量。

1.2 试剂

1.2.1 乙腈：色谱纯。

1.2.2 盐酸：分析纯。

1.2.3 醋酸钠：分析纯

1.2.4 冰乙酸：分析纯

1.2.5 三乙胺：分析纯。

1.2.6 异硫氰酸苯酯（PITC）：化学纯。

1.2.7 纯化水。

1.2.8 甘氨酸、L-脯氨酸、L-羟脯氨酸、丙氨酸对照品：购自中国食品药品检定研究院。

1.2.9 混合对照品溶液：取L-羟脯氨酸对照品、甘氨酸对照品、丙氨酸对照品与L-脯氨酸对照品适量，精密称定，加0.1mol/L盐酸溶液制成每1mL中分别含L-羟脯氨酸80μg、甘氨酸0.16mg、丙氨酸70μg、L-脯氨酸0.12mg的混合溶液。

1.3 仪器

1.3.1 高效液相色谱仪（附紫外检测器）。

1.3.2 电热恒温干燥箱。

1.3.3 超声波清洗器。

1.3.4 恒温水浴锅。

1.3.5 熔封仪。

1.3.6 pH计。

1.4 色谱条件

1.4.1 色谱柱：十八烷基硅烷键合硅胶色谱柱（4.6mm×250mm，5μm）。

1.4.2 检测波长：254nm。

1.4.3 柱温：43℃。

1.4.4 进样量：5μL。

1.4.5 理论板数：按L-羟脯氨酸计算应不低于4000。

1.4.6 流动相：流动相A为乙腈-0.1mol/L醋酸钠溶液（用醋酸调节pH值至6.5）（7:93），流动相B为乙腈-水（4:1）。按下表进行梯度洗脱：

表1 流动相梯度表

时间（min）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~16	100→93	0→7
16~18.9	93→88	7→12
18.9~19	88→85	12→15
19~34	85→66	15→34
34~35	66→0	34→100

1.5 样品溶液的制备：取样品0.25g，精密称定，置25mL容量瓶中，加0.1mol/L盐酸溶液20mL，超声处理（500W，40kHz）30min，放冷，加0.1mol/L盐酸溶液至刻度，摇匀。精密量取2mL，置5mL安瓿中，加盐酸2mL，熔封，150℃水解1h，放冷，移至蒸发皿中，用水10mL分次洗涤，洗液并入蒸发皿中，蒸干，残渣加0.1mol/L盐酸溶液溶解，转移至25mL容量瓶中，加0.1mol/L盐酸溶液定容至刻度，摇匀，即得。

1.6 衍生化处理：精密量取上述对照品溶液和样品溶液各5mL，分别置25mL容量瓶中，加入0.1mol/L异硫氰酸苯酯（PITC）乙腈溶液2.5mL与1mol/L三乙胺的乙腈溶液2.5mL，摇匀，室温放置1h后，加50%乙腈至刻度，摇匀。取溶液10mL，加正己烷10mL，振摇，放置10min，取下层溶液，滤过，取续滤液，即得。

1.7 样品测定：分别精密量取衍生后的对照品溶液与样品溶液各5μL，注入液相色谱仪，记录色谱图，以外标法按峰面积计算，即得。

1.8 结果计算

$$X = \frac{c \times V}{m \times 1000} \times 100$$

式中：

X—样品中氨基酸的含量，g/100g；

c—样品测定溶液中氨基酸含量，mg/mL；

V—测定用供试品溶液定容体积，mL；

m—样品质量，g。

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】

净含量为31.25g/块，允许负偏差为9%。

【原辅料质量要求】

1. 驴皮：应符合《山东省药材标准》（2002年版）的规定。
 2. 冰糖：应符合QB/T 1174《多晶体冰糖》的规定。
 3. 大豆油：应符合GB/T 1535《大豆油》的规定。
 4. 黄酒：应符合GB/T 13662《黄酒》的规定。
-