

国家食品药品监督管理总局

保健食品产品技术要求

BJG20150516

益普欣牌安立片

yipuxinpaiantlipian

【配方】 D-氨基葡萄糖硫酸钾盐、牦牛骨粉、骨胶原蛋白粉、硫酸软骨素、杜仲叶提取物、骨碎补提取物、淀粉、硬脂酸镁、药用薄膜包衣预混剂（羟丙基甲基纤维素、聚乙二醇4000、滑石粉、二氧化钛、柠檬黄铝色淀、胭脂红铝色淀）

【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。

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	包衣呈黄色，片芯呈灰色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	薄膜包衣片，完整光洁，硬度适宜
杂质	无肉眼可见外来杂质

【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
钙（以Ca计），g/100g	≥4	GB/T 5009.92中“滴定法（EDTA法）”
灰分，%	≤35	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》（2010年版）一部
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
六六六，mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19

【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、溶血性链球菌)	不得检出	GB 4789.4、GB 4789.5、GB 4789.10、GB/T 4789.11

【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
D-氨基葡萄糖硫酸钾盐, g/100g	≥ 17.5	1 D-氨基葡萄糖硫酸钾盐的测定
硫酸软骨素, g/100g	≥ 8.7	GB/T 20365
胶原蛋白, g/100g	≥ 5.8	2 胶原蛋白的测定
总黄酮(以芦丁计), g/100g	≥ 0.32	《保健食品检验与评价技术规范》(2003年版)中“保健食品中总黄酮的测定”

1 D-氨基葡萄糖硫酸钾盐的测定: 按GB/T 20365《硫酸软骨素和盐酸氨基葡萄糖含量的测定液相色谱法》规定的方法测定D-氨基葡萄糖盐酸盐的含量A, 根据分子量换算关系计算D-氨基葡萄糖硫酸钾盐的含量B。即: $B = (605.52/431.26)A$, 其中605.52为氨基葡萄糖硫酸钾盐的分子量, 431.26为2倍氨基葡萄糖盐酸盐的分子量。

2 胶原蛋白的测定

2.1 原理: 样中胶原蛋白在氯化亚锡盐酸溶液中水解释放出羟脯氨酸, 经氯胺T氧化, 与对二甲氨基苯甲醛在一定温度下发生反应, 生成红色的吡咯化合物, 于560nm波长处测定吸光度值, 比色法定量。

2.2 仪器

2.2.1 WFZ800-D3A紫外可见分光光度计

2.2.2 250mL磨口烧瓶

2.2.3 冷凝管回流装置等

2.3 试剂

除特殊注明外, 本方法所用试剂均为分析纯; 所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

2.3.1 0.75%氯化亚锡溶液: 取氯化亚锡3.75g, 放于250mL盐酸溶液(浓度为6mol/L)中溶解, 置于500mL容量瓶中, 加水定容至刻度。

2.3.2 pH值调节剂: 10mol/L氢氧化钠、1mol/L氢氧化钠。

2.3.3 氯胺T水溶液: 称取氯胺T7.0g溶于100mL水中, 贮存于棕色瓶中置于暗处, 可保存1周。

2.3.4 醋酸-柠檬酸缓冲溶液(pH=6.0): 称取醋酸钠5.70g、柠檬酸三钠3.75g、柠檬酸0.55g, 加入少量水溶解后, 再加入38.50mL异丙醇, 用水稀释并定容至100mL。

2.3.5 氧化剂: 临用前将氯胺T水溶液与醋酸-柠檬酸缓冲溶液1:4配制。

2.3.6 显色剂: 称取对二甲氨基苯甲醛10g, 用40mL高氯酸溶解, 缓缓加入60mL异丙醇, 摇匀, 备用。

2.3.7 羟脯氨酸标准储备液: 将4-羟基-L脯氨酸标准品置于干燥器中使恒重, 精密称取0.3200g

溶于0.001mol/L的盐酸溶液中,置于100mL容量瓶中,加0.001mol/L的盐酸定容至刻度,4℃以下保存。

2.3.8 羟脯氨酸标准应用液:临用时精密量取羟脯氨酸标准储备液1.00mL,置于50mL容量瓶中,加水至刻度,混匀,备用。此溶液1.00mL含羟脯氨酸64.0μg。

2.4 标准曲线的绘制:取64.0μg/mL的标准溶液0.00、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50mL,分别置于10mL具塞比色管中,再分别依次加入2.50、2.00、1.50、1.00、0.50、0.00mL蒸馏水、2mL异丙醇、1mL氧化剂,摇匀,放置4min,加入2mL显色剂,加水定容至刻度加塞摇匀,放入60℃水浴中加热20min,冷却至室温,于560nm波长处测定吸光度值,绘制标准曲线。

2.5 样品处理:取样品适量,除去包衣,研细,混合均匀,精密称取细粉适量,置于250mL磨口烧瓶中,加几粒沸石,加氯化亚锡100mL放于水浴上加热回流6h,趁热将溶液过滤于250mL容量瓶中,用6mol/L热的盐酸10~20mL反复冲洗烧瓶和滤纸,冷却,加水定容至刻度,混匀。吸取50mL水解溶液于100mL烧瓶中,用10mol/L、1mol/L氢氧化钠调pH值为8左右,并过滤于250mL容量瓶中,用水冲洗烧杯和滤纸,反复数次,加水至刻度,混匀,备用。

2.6 空白样品测定:精密吸取制备好的样品溶液1.00mL,置于10mL具塞比色管中,加水定容至刻度,摇匀,放入60℃水浴加热20min,冷却至室温,于560nm波长处测定吸光度值。

2.7 样品测定:精密吸取制备好的样品溶液1.00mL,置于10mL具塞比色管中,加入1.50mL蒸馏水、2mL异丙醇、1mL氧化剂,摇匀,放置4min,加入2mL显色剂,加水定容至刻度加塞摇匀,放入60℃水浴加热20min,冷却至室温,于560nm波长处测定吸光度值。

2.8 结果计算

$$X = \frac{A \times 7.1 \times \text{稀释倍数}}{m \times 1000}$$

式中:

X—样品中胶原蛋白的含量,mg/g;

A—从工作曲线中查得的测定液中羟脯氨酸的含量,μg/mL;

m—样品称取量,g;

7.1—胶原蛋白水解为羟脯氨酸的系数。

【保健功能】 增加骨密度

【适宜人群】 中老年人

【不适宜人群】 少年儿童、孕妇、乳母

【食用方法及食用量】 每日2次,每次2片,口服

【规格】 1.0g/片

【贮藏】 密封、置干燥处

【保质期】 24个月