

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20110347

海王金樽牌牡蛎大豆肽肉碱口服液

【原料】 牡蛎提取物、大豆肽粉、左旋肉碱、牛磺酸

【辅料】 纯化水、果葡糖浆、蜂蜜、可溶性膳食纤维（抗性糊精）、β-环状糊精、维生素C（L-抗坏血酸）、葡萄糖酸锌、维生素B₆（盐酸吡哆醇）、薄荷香精

【生产工艺】 本品经溶解、酶解、除腥、灭酶、过滤、炼制、混合、灌装、湿热灭菌（115℃，30min，0.12Mpa）、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】 钠钙玻璃药瓶应符合YBB00272002的规定；铝防伪瓶盖应符合BB/T0034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、黄色或棕色、色泽均匀
滋味、气味	具海鲜特有的鲜味，酸甜，淡牡蛎腥味
性状	透明液体
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
pH值	4.0~5.0	GB 8538
可溶性固形物，%	≤25	GB/T 12143
维生素B ₆ ，mg/kg	2~8	1 维生素B ₆ 的测定
氨基酸（游离），mg/100ml	≥23	GB 5009.124
总糖，%	≤15	GB 5009.8 “第二法 酸水解-莱因-埃农氏法 ”
多氯联苯，mg/kg	≤0.2	GB 5009.190
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5	GB 5009.12
总砷(以As计)，mg/kg	≤0.3	GB 5009.11

总汞(以Hg计)，mg/kg	≤0.3	GB 5009.17
镉(以Cd计)，mg/kg	≤0.2	GB 5009.15
锌(以Zn计)，mg/kg	11~20	GB 5009.14
铜(以Cu计)，mg/kg	≤5.0	GB 5009.13

1 维生素B₆的测定

1.1 原理：将粉碎混匀的片剂、胶囊或液体试样使用甲醇-水-磷酸=100:400:0.5进行提取和稀释，根据高压液相色谱紫外检测器外标法定性定量检测。

1.2 试剂

1.2.1 甲醇：优级纯。

1.2.2 乙腈：色谱纯。

1.2.3 磷酸：分析纯。

1.2.4 1-癸烷磺酸钠(Sodium 1-Decanesulfonate)：高压液相色谱用离子对试剂。

1.2.5 标准储备液A：准确称量已扣除水分的盐酸硫胺素和盐酸吡哆醇标准品各0.0500g，溶于水中并定容至50mL。

1.3 仪器和设备

1.3.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器(UV)。

1.3.2 超声波清洗器。

1.3.3 离心机。

1.4 分析步骤：液体试样直接以甲醇-水-磷酸=100:400:0.5混合溶液稀释，充分混匀后经0.45μm滤膜过滤后待进样。

1.5 色谱条件

1.5.1 色谱柱：液体试样TSK C₁₈ 4.6×150mm。

1.5.3 柱温：室温。

1.5.4 检测波长：盐酸吡哆醇：280nm。

1.5.5 流动相：盐酸吡哆醇：1-癸烷磺酸钠溶液(1.22→850)-乙腈-磷酸=850:150:1。

1.6.6 流速：1mL/min。

1.6.7 进样量：10μL。

1.7 分析结果表示

1.7.1 计算

$$X = \frac{h_1 \times C \times V}{h_2 \times m \times 1000}$$

式中：

X—试样中盐酸吡哆醇的含量，mg/g；

h₁—试样峰高或峰面积；

C—标准溶液浓度，μg/mL；

V—试样定容体积，mL；

h₂—标准溶液峰高或峰面积；

m—试样量，g。

1.7.2 结果表示：检测结果保留三位有效数字。

【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/mL	≤1000	GB 4789.2
大肠菌群，MPN/mL	≤0.43	GB 4789.3 “MPN计数法”
霉菌和酵母，CFU/mL	≤50	GB 4789.15

金黄色葡萄球菌	≤0/25mL	GB 4789.10
沙门氏菌	≤0/25mL	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
多肽, mg/100mL	≥900	1 多肽的测定
牛磺酸, mg/100mL	≥50	GB 5009.169
左旋肉碱, mg/100mL	≥60	2 左旋肉碱的测定

1 多肽的测定

1.1 原理：高分子蛋白质在酸性条件下易被沉淀，相对分子量较小的蛋白质水解物（酸溶蛋白质）可溶于酸性溶液（其中包含肽及游离氨基酸），样品经酸化后，滤液中的酸溶蛋白质含量减去游离氨基酸含量即为肽的含量。

1.2 试剂

1.2.1 三氯乙酸溶液

1.2.2 硫酸钾-硒粉=99:1

1.2.3 浓硫酸

1.2.4 2%硼酸溶液

1.2.5 0.1mol/L盐酸

1.2.6 混合指示液：1份甲基红乙醇溶液（1g/L）与5份溴甲酚绿乙醇溶液（1g/L）临用时混合。

1.2.7 混合氨基酸标准液

1.2.8 缓冲液

1.2.8.1 pH2.2的柠檬酸钠缓冲液：取19.6g柠檬酸钠（ $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ）和16.5mL浓盐酸，加水稀释到1000mL，用浓盐酸或500g/L的氢氧化钠溶液调节pH至2.2。

1.2.8.2 pH3.3的柠檬酸钠缓冲液：取19.6g柠檬酸钠和12mL浓盐酸，加水稀释到1000mL，用浓盐酸或500g/L的氢氧化钠溶液调节pH至3.3。

1.2.8.3 pH4.0的柠檬酸钠缓冲液：称取19.6g柠檬酸钠和9mL浓盐酸，加水稀释到1000mL，用浓盐酸或500g/L的氢氧化钠溶液调节pH至4.0。

1.2.8.4 pH6.4的柠檬酸钠缓冲液：称取19.6g柠檬酸钠和46.8g氯化钠（优级纯），加水稀释到1000mL，用浓盐酸或500g/L的氢氧化钠溶液调节pH至6.4。

1.2.9 pH5.2的乙酸锂溶液：称取氢氧化锂（ $\text{LiOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$ ）168g，加入冰乙酸（优级纯）279mL，加水稀释到1000mL，用浓盐酸或500g/L的氢氧化钠溶液调节pH至5.2。

1.2.10 茚三酮溶液：取150mL二甲亚砜（ $\text{C}_2\text{H}_6\text{OS}$ ）和50mL乙酸锂溶液，加入4g水合茚三酮（ $\text{C}_9\text{H}_4\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ）和0.12g还原茚三酮（ $\text{C}_{18}\text{H}_{10}\text{O}_6 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ），搅拌至完全溶解。

1.2.11 高纯氮气：纯度为99.99%

1.3 仪器

1.3.1 离心机

1.3.2 移液管

1.3.3 消化管

1.3.4 定氮蒸馏装置

1.3.5 氨基酸自动分析仪

1.4 酸溶蛋白的测定：量取样品10.0mL，加入10.0mL 30%的三氯乙酸溶液，混合均匀，静置5min。用移液管取10.0mL于离心管中，在4000r/min下离心10min，取全部上清液，加入消化管中，往消化管中滴加催化剂（硫酸钾-硒粉=99:1）适量，摇匀，再加入浓硫酸20mL，消化2h。取出定容，取20mL消化液于蒸馏管中蒸馏，用2%硼酸溶液吸收，吸收液用0.1mol/L的盐酸滴定。（空白对照实验：不加样品消化，其他操作与样品相同。）

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times C \times 0.0140}{\quad} \times 6.25 \times 100$$

式中：

X_1 —酸溶蛋白质含量，g/100g；

V_1 —样液定氮所耗盐酸标准溶液的量，mL；

V_2 —空白对照定氮所耗盐酸标准溶液的量，mL；

C —盐酸标准溶液的浓度，mol/L；

M —酶解时所称量样品的质量，g。

1.5 游离氨基酸的测定：将样品摇匀后过水性滤膜，取滤液上机测试，以外标法测定样品的游离氨基酸含量。

1.6 结果计算

样品中多肽的含量 = 酸溶蛋白质含量 - 游离氨基酸含量

2 左旋肉碱的测定

2.1 原理：试样中的肉碱以0.5mmol/L的盐酸超声提取，反相色谱分离，与标准品的保留时间比较定性，以峰面积外标法定量。

2.2 试剂

除特殊说明，所用试剂均为分析纯；实验用水为去离子水或同等纯度的蒸馏水。

2.2.1 磷酸氢二钾。

2.2.2 辛烷磺酸钠。

2.2.3 0.50mmol/L盐酸。

2.2.4 肉碱标准溶液：精密称取干燥至恒重的肉碱标准品（含量98%）0.0200g，用0.50mmol/L盐酸溶解并定容为10.0mL，此溶液浓度为2.0mg/mL。

2.3 仪器

2.3.1 HPLC系统：配有紫外检测器和色谱工作站。

2.3.2 超声波提取器。

2.3.3 溶剂微孔过滤器带0.45μm水相滤膜。

2.4 分析步骤

2.4.1 试样预处理：液体试样取5.0mL，于50mL容量瓶中，加入0.50mmol/L盐酸约35mL，超声提取10min，用0.50mmol/L盐酸定容，混匀，过滤，弃初滤液数毫升，收集滤液，过0.45μm水相滤膜，为试样处理液。供HPLC分析。

2.4.2 试样分析

2.4.2.1 色谱条件：Shim-pakCLC ODS柱，4.6×200mm，10μm。

2.4.2.2 流动相：0.05mol/L（3.4g）磷酸氢二钾溶液，0.002mol/L辛烷磺酸钠；10%乙腈；pH2.5。

2.4.2.3 流速：0.8mL/min。

2.4.2.4 检测器：紫外检测器；检测波长210nm。

2.4.3 标准曲线：分别取标准溶液0.0、0.25、0.50、1.0、2.0、2.5、5.0mL标准溶液（1.3.4）于5mL比色管中；用0.50mmol/L盐酸稀释并定容为5.0mL，分别进样20μL进行色谱分析。用标准浓度-峰面积绘制标准曲线。

2.4.4 试样测定：取20μL试样处理液（2.5.1）注入色谱仪中，以保留时间定性，面积定量。

2.4.5 分析结果表述：试样中肉碱的含量按式计算

2.4.5.1 计算

$$X = \frac{C \times V}{m}$$

式中：

X —试样中肉碱的含量，mg/g；

m —试样质量，g；

C —试样处理液中肉碱的浓度，mg/mL；

V —试样处理液体积，mL。

2.4.5.2 结果表示：结果保留三位有效数字。

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】 装量指标应符合《中华人民共和国药典》中“制剂通则”项下“口服溶液剂 口服混悬剂 口服乳剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 牡蛎提取物:

项 目	指 标
来源	新鲜或冷冻的牡蛎 应符合相关食品安全国家标准
制法	经挑选、去壳、清洗、提取（加入1倍量水75~85℃提取1次，60~120min，0.1Mpa）、过滤、浓缩、酸解、醇沉、离心、喷雾干燥（进风温度：170~230℃，出风温度：65~100℃）、包装等工艺制成。
感官要求	呈均匀一致的淡黄色或乳白色略干燥粉末，具有牡蛎特有的鲜味，无异味，无粘连，结块，无正常视力可见外来异物
得率，%	4~8
蛋白质，g/100g	≥30.0
牛磺酸，g/100g	≥1.5
水分，%	≤7.0
灰分，%	≤8.0
锌（以Zn计），mg/kg	≥600
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
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

2. 大豆肽粉：应符合GB/T 22492《大豆肽粉》的规定。

3. 左旋肉碱：应符合GB 1903.13《食品安全国家标准 食品营养强化剂左旋肉碱（L-肉碱）》的规定。

4. 牛磺酸：应符合GB 14759《食品安全国家标准 食品添加剂 牛磺酸》的规定。

5. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 果葡糖浆：应符合GB/T 20882《果葡糖浆》的规定。

7. 蜂蜜：应符合GB 14963《食品安全国家标准 蜂蜜》的规定。

8. 可溶性膳食纤维（抗性糊精）：

项 目	指 标
来源	食用淀粉
制法	经投料、糊精化、烘干、维持螺旋、纯化（活性炭脱色，离子交换树脂去离子）、分离、过滤、喷雾干燥（进风温度：80~130℃，出风温度：80~130℃）、包装等工艺制成。
感官要求	白色粉末，微甜，无异味，无正常视力可见外来异物
水分，g/100g	≤7.0
灰分，%	≤0.2
膳食纤维含量，%	≥90
pH（10%水溶液）	4~6
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	0/25g

金黄色葡萄球菌	≤0/25g
---------	--------

- 9. β-环状糊精：应符合GB 1886.180《食品安全国家标准 食品添加剂 β-环状糊精》的规定。
 - 10. 维生素C（L-抗坏血酸）：应符合GB 14754《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素C（抗坏血酸）》的规定。
 - 11. 葡萄糖酸锌：应符合GB 8820《食品安全国家标准 食品添加剂 葡萄糖酸锌》的规定。
 - 12. 维生素B₆（盐酸吡哆醇）：应符合GB 14753《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素B₆（盐酸吡哆醇）》的规定。
 - 13. 薄荷香精：应符合GB 30616《食品安全国家标准 食品用香精》的规定。
-