

# 国家食品药品监督管理总局

## 保健食品产品技术要求

BJG20070380

### 蓝钥匙牌藻怡胶囊

lanyaoshi paizaoyi jiaonang

【配方】 海藻酸钠、牛磺酸

【生产工艺】 本品经辐照灭菌、混合、装囊、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	内容物呈浅黄色
滋味、气味	具海藻类特殊气味
性状	硬胶囊，完整光洁，无破裂；内容物为粉末状
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【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
水分，%	≤9	GB 5009.3
灰分，%	≤20	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30	《中华人民共和国药典》一部
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5	GB 5009.12
砷（以As计），mg/kg	≤0.5	GB/T 5009.11
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3	GB/T 5009.17
镉（以Cd计），mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.15
多氯联苯，mg/kg	≤0.01	GB/T 5009.190

【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/T 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
粗多糖(以葡萄糖计), g/100g	15.0~20.0	1 粗多糖的测定
牛磺酸, g/100g	30.0~40.0	2 牛磺酸的测定

## 1 粗多糖的测定

### 1.1 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。

#### 1.1.1 无水乙醇

1.1.2 苯酚试液:称取苯酚100g,加铝片0.1g、碳酸氢钠0.05g,蒸馏收集182℃馏份,称取馏份5.0g,加水溶解并稀释至100mL,混匀,备用。临用新配。

1.1.3 葡萄糖标准储备液:精密称取经105℃干燥至恒重的标准葡萄糖1.000g,加水溶解并定容至100mL,混匀,置冰箱中保存。每毫升含葡萄糖10.0mg。

1.1.4 葡萄糖标准使用液:吸取葡萄糖标准储备液1.00mL,置于100mL容量瓶中,加水至刻度,混匀,置冰箱中保存。每毫升含葡萄糖0.10mg。

### 1.2 仪器

#### 1.2.1 分光光度计

#### 1.2.2 离心机

#### 1.2.3 旋转混匀器

1.3 标准曲线的制备:精密吸取葡萄糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL(相当于葡萄糖0、0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10mg),分别置于具塞试管中,准确补水至2.0mL,加入5%苯酚溶液1.0mL,于旋转混匀器上混匀,迅速加入浓硫酸10.0mL,于旋转混匀器上小心混匀,置沸水浴中加热2min,取出冷却至室温,用分光光度计于485nm波长处,以试剂空白溶液为参比,1cm比色皿测定吸光度值。以葡萄糖浓度为横坐标,吸光度值为纵坐标,绘制标准曲线。

1.4 样品处理:称取样品1.0g,置于250mL烧杯中,加水150mL(水温以室温为宜,约20~30℃),搅拌至均匀。准确量取1mL,置于离心管中,加入无水乙醇50mL,混匀后以3000r/min离心5min,弃去上清液。用玻璃棒或小羹匙将沉淀物取出并转移至500mL酸水解瓶底部,取50mL热水(温度高于90℃),其中部分用来冲洗离心瓶或离心管壁中剩余的沉淀物,将沉淀物一并转移至500mL酸水解瓶中,加入15mL浓盐酸于酸水解瓶中,开启冷凝水,置沸水浴中加热2h,冷却,然后先用40%的氢氧化钠溶液粗调,后用稀的氢氧化钠溶液细调,再置于pH计上调整pH值至6.8~7.2(不要用pH纸调试)。将已中和的酸解液转移至100~250mL容量瓶中(视糖浓度而定),加水定

容 ( $V_1$ )。用滤纸过滤, 滤液为待测液。

1.5 样品测定: 精密吸取样品测定液2.0mL, 置于25mL比色管中, 以下同1.3项“加入5%苯酚溶液1.0mL”至“1cm比色皿测定吸光度值”操作, 并根据标准曲线求出样品测定液中的葡萄糖含量。

1.6 结果计算

$$X = \frac{C \times D}{V_1} \times 100$$

式中:

X—样品中粗多糖含量(以葡萄糖计), g/100g;

C—样品测定液的葡萄糖浓度, mg/mL;

D—样品测定液的稀释倍数;

$V_1$ —样品质量, g。

## 2 牛磺酸的测定

2.1 原理: 牛磺酸在pH9的碳酸氢钠溶液中定量地与2,4-二硝基氟苯起衍生化反应, 缩合成二硝基苯氨基酸。应用高效液相色谱法, 于 $C_{18}$ 反相色谱柱上进行分离测定, 过量的2,4-二硝基氟苯对定量测定无干扰。

### 2.2 试剂

除甲醇为色谱纯外, 本方法所用试剂均为分析纯。

2.2.1 0.05mol/L醋酸钠溶液: 称取醋酸钠4.100g, 加适量水溶解并定容至1000mL。

2.2.2 磷酸盐缓冲液(pH7.0): 称取磷酸二氢钠0.680g, 加0.10mol/L氢氧化钠溶液2.91mL, 加水至100mL。

2.2.3 衍生化试剂: 取2,4-二硝基氟苯1mL, 加乙腈至100mL, 摇匀。

2.2.4 牛磺酸标准溶液: 精密称取牛磺酸100mg, 加水适量使溶解, 置于100mL容量瓶中, 加水至刻度, 摇匀后取10.0mL加水稀释至100mL备用。

### 2.3 仪器

2.3.1 高效液相色谱仪: 附可变波长紫外-可见检测器和微机工作站

2.3.2 电子天平

### 2.4 色谱条件

2.4.1 色谱柱:  $C_{18}$ , 200mm×4.6mm, 5 $\mu$ m。

2.4.2 流动相: 甲醇-0.05mol/L醋酸钠溶液=37:63

2.4.3 检测波长: 360nm

2.4.4 柱温: 35℃

2.4.5 流速: 1.2mL/min

2.5 标准曲线的制备: 精密吸取牛磺酸标准溶液0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00mL, 分别置于10mL容量瓶中, 加水定容至刻度, 分别取10 $\mu$ L注入高效液相色谱仪, 测定峰面积, 绘制标准曲线。

2.6 样品处理: 精密称取样品约1.5g, 置于100mL容量瓶中, 加水50mL, 振摇使溶解, 置沸水中加热20min, 放冷, 加水至刻度, 摇匀。滤过, 取续滤液备用。

2.7 样品测定: 精密量取牛磺酸标准溶液和供试品溶液各2mL, 分别置于10mL容量瓶中, 加0.5mol/L碳酸氢钠溶液2.0mL和1%的2,4-二硝基氟苯-乙腈溶液1.0mL, 混匀, 置暗处60℃水浴加热1h, 放冷至室温, 用pH7.0的磷酸盐缓冲液定容, 摇匀。分别取10 $\mu$ L注入高效液相色谱仪, 记录色谱图, 按外标法以峰面积定量。

### 2.8 结果计算

$$X = \frac{A_r}{A_u} \times \frac{C_s}{m} \times 100$$

式中：

X—试样中牛磺酸含量，mg/100g；

$A_r$ —待测样品液的牛磺酸色谱峰面积；

$A_u$ —牛磺酸标准溶液色谱峰面积；

$C_s$ —牛磺酸标准溶液的浓度，mg/100mL；

m—样品称取量，g。

**【保健功能】** 对化学性肝损伤有辅助保护功能、增强免疫力

**【适宜人群】** 有化学性肝损伤危险者、免疫力低下者

**【不适宜人群】** 少年儿童、孕妇

**【食用方法及食用量】** 每日2次，每次3粒，早、晚饭前或空腹服用，服用期间多饮白开水

**【规格】** 500mg/粒

**【贮藏】** 密封、置于阴凉干燥处

**【保质期】** 24个月

