

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20110470

壳凰金牌盐酸氨基葡萄糖硫酸软骨素钠胶囊

- 【原料】 盐酸氨基葡萄糖、硫酸软骨素钠、大豆异黄酮
- 【辅料】 二氧化硅、硬脂酸镁
- 【生产工艺】 本品经过筛、混合、装囊、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酯瓶应符合YBB00262002的规定；铝箔封口垫片应符合YBB00152005的规定；固体药用纸袋装硅胶干燥剂应符合YBB00122005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	内容物呈类白色至淡黄色
滋味、气味	内容物微腥
性状	胶囊剂，内容物为粉末
杂质	目测无异物

- 【鉴别】
- 1 显色鉴别盐酸氨基葡萄糖：取盐酸氨基葡萄糖样品约10mg，加水1mL溶解后，加茚三酮约2mg，加热，溶液显紫色；取盐酸氨基葡萄糖样品约0.1g，加水5mL溶解后，加碱性酒石酸铜试液1mL，加热，即生成红色沉淀。
- 2 高效液相色谱鉴别硫酸软骨素钠：在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液中三个主峰的保留时间应与对照品溶液中软骨素二糖、6-硫酸化软骨素二糖、4-硫酸化软骨素二糖的保留时间一致。
- 3 高效液相色谱鉴别大豆异黄酮：在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液中四个主峰的保留时间应与对照品溶液中大豆苷、大豆苷元、染料木素、染料木苷的保留时间一致。

- 【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, %	≤9.0	GB 5009.3
灰分, %	≤7.0	GB 5009.4
崩解时限, min	≤60	《中华人民共和国药典》
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5	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
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
大豆异黄酮总量（以大豆苷、大豆苷元、染料木素、染料木苷计），mg/100g	≥2270	1 大豆异黄酮的测定
大豆苷, mg/100g	≥2000	1 大豆异黄酮的测定
大豆苷元, mg/100g	≥20	1 大豆异黄酮的测定
染料木素, mg/100g	≥4	1 大豆异黄酮的测定
染料木苷, mg/100g	≥250	1 大豆异黄酮的测定
盐酸氨基葡萄糖, g/100g	≥56.82	2 盐酸氨基葡萄糖的测定

1 大豆异黄酮的测定

1.1 试剂

1.1.1 甲醇：分析纯

1.1.2 冰醋酸：分析纯

1.1.3 乙腈：分析纯

1.1.4 乙醇：分析纯

1.1.5 盐酸：分析纯

1.2 仪器

1.2.1 高效液相色谱仪

1.2.2 电子天平

1.2.3 超声波清洗器

1.2.4 滤膜

1.3 对照品溶液的制备：精密称取大豆苷、大豆苷元、染料木素、染料木苷对照品2~4mg，用80%甲醇溶解并定容到10mL，摇匀，作为对照品溶液。

1.4 供试品溶液的制备：取样品内容物适量，研细，精密称取0.3g，置于10mL容量瓶中，加80%甲醇适量，超声溶解后，用80%甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，即得。

1.5 色谱条件

1.5.1 填充剂：十八烷基硅烷键合硅胶

1.5.2 流动相A：水-甲醇-冰乙酸（88:10:2），流动相B：2%冰乙酸的甲醇溶液，按下表进行梯度洗脱。

时间, min	流动相A, %	流动相B, %
0	95	5
12	78	22
32	40	60
37	0	100
42	95	5
50	95	5

1.5.3 流速：1.0mL/min

1.5.4 检测波长：260nm

1.5.5 柱温：32℃

1.6 样品测定：分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各10μL，注入液相色谱仪，测定峰面积，用外标法计算，即得。样品中大豆异黄酮总量为大豆苷、大豆苷元、染料木素、染料木苷含量的总和。

2 盐酸氨基葡萄糖的测定

2.1 试剂

2.1.1 碳酸钠：分析纯

2.1.2 乙醇：分析纯

2.1.3 盐酸：分析纯

2.1.4 乙酰丙酮试液：取乙酰丙酮（分析纯）2mL，加0.5mol/L碳酸钠溶液至50mL，临用前配制。

2.1.5 对二甲氨基苯甲醛试液：对二甲氨基苯甲醛（分析纯）0.8g，加无醛乙醇15mL及盐酸15mL，摇匀。

2.2 仪器

2.2.1 水浴锅

2.2.2 电子天平

2.2.3 紫外-可见分光光度计

2.3 对照品溶液的制备：精密称取盐酸氨基葡萄糖对照品适量，加水溶解制成每1mL含25μg的溶液，作为对照品溶液。

2.4 供试品溶液的制备：取样品内容物适量，研细，精密称取73mg，置于100mL容量瓶中，加水适量，超声溶解后，用水稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液5mL，置于100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，即得。

2.5 样品测定：分别取对照品溶液及供试品溶液各5mL，分别置具塞试管中，另取具塞试管1支，加蒸馏水5mL作为空白，各加乙酰丙酮试液1.0mL，摇匀，置沸水浴中（1min后密塞），准确加热25min，取出，

用冰水迅速冷却后，加无醛乙醇3.0mL，60℃水浴中保温10min后，再加对二甲氨基苯甲醛试液1.0mL，强力振摇，并继续在60℃水浴中保温1h，立即用冷水冷却至室温。照分光光度法（《中华人民共和国药典》2005年版二部附录IVA），在525nm波长处分别测定吸光度，计算，即得。

2.6 结果计算

$$\text{每1g样品中盐酸氨基葡萄糖的含量} = \frac{A \times C_S \times N}{A_S \times W}$$

式中：

- A_S—对照品溶液的吸光度；
- A—供试品溶液的吸光度；
- C_S—对照品溶液的浓度，mg/mL；
- W—供试品取样量，g；

- N—供试品稀释倍数。

【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”项下胶囊剂的规定。

【原辅料质量要求】

- 1. 盐酸氨基葡萄糖：应符合WS1-XG-028-2001《国家药品标准 盐酸氨基葡萄糖》的规定。
- 2. 硫酸软骨素钠：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 3. 大豆异黄酮：应符合NY/T 1252《大豆异黄酮》及下表的规定：

项 目	指 标
来源	大豆脱油后的胚芽
制法	经提取(50%乙醇70℃浸提2次，第一次3倍量2h，第二次3倍量1.5h)、过滤、浓缩、喷雾干燥(进口温度130℃，出口温度80℃)、粉碎等工艺制成
感官要求	淡黄色至黄色精细粉末
含量，%	40.0～80.0
干燥失重%	≤5.0
灼烧残渣，%	≤3.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.0
砷（以As计），mg/kg	≤0.5
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌和酵母，CFU/g	≤100
大肠埃希菌	不得检出
金黄色葡萄球菌	不得检出
沙门氏菌	不得检出

- 4. 二氧化硅：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 - 5. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-