



部分运动营养品的功效成分检测与结果分析

邵 晶, 伊木清, 高 红, 许葆华, 付劲德, 李俊涛, 王启荣, 周丽丽, 方子龙

摘 要: 对国家队运动营养食品集中采购单中的 18 种营养品的主要功效成分进行了检测, 结果表明, 大部分检测的运动营养品含有所标示的主要功效成分, 含量达到相关标准提出的“保质期内营养成分含量需 $\geq 80\%$ 标示值”的要求; 少数运动营养品功效成分的标示及含量存在问题, 需要进一步的验证和确认。

关键词: 运动营养品; 功效成分检测; 质量监控

中图分类号: G804.3 文献标志码: A 文章编号: 1006-1207(2012)05-0002-03

Determination of Functional Ingredients and Result Analysis of Part of Sports Nutritions

SHAO Jing, YI Mu-qing, GAO Hong, et al

(Center for Sports Nutrition, National Institute of Sports Medicine; National Center for Testing and Research of Sports Nutrition; Key Lab of Sports Nutrition, General Administration of Sport, Beijing 100029, China)

Abstract: The main functional ingredients of 18 nutritions purchased by the National Teams were determined. The result shows that the labeled main ingredient contents of most of the tested sports nutritions meet the relative standard requirement, i.e., the nutritional contents should be 80% or over 80% of the labeled value within the quality guarantee period. The identification and contents of the functional ingredients of a few sports nutritions have some problems, which need to be further tested and verified.

Key words: sports nutritions; functional ingredient determination; quality control

随着竞技体育和全民健身的发展, 运动员和健身人群越来越多地会用到运动营养品。为运动员筛选安全(不含违禁物质和营养功效成分及含量符合要求)、优质、高效的运动营养品非常重要。功效成分是衡量运动营养品质量的重要技术指标, 对运动营养品的功效成分及其含量进行检测是保证运动营养品质量的有效手段。就目前国家队运动员集中采购单所列的运动营养食品看, 产品涉及到食品、药品、保健品等多种来源。因此, 严格意义上讲, 这些产品不能笼统地称“运动营养食品”, 还是称“运动营养品”比较合理。目前, 运动营养品尚未纳入国家的统一化管理, 国家体育总局对进入集中采购目录的运动营养食品除了进行兴奋剂等违禁成分的检测外, 尚未对功效及其功效成分等提出具体要求。

对“2009 年国家队集中采购运动营养食品目录”中的运动营养品进行了分类统计, 并对部分营养品中功效成分进行了检测。检测营养品中是否含有所标识的功效成分及所含功效成分是否达标, 探索建立我国运动营养品质量监控的科学方法。

1 材料与方法

1.1 仪器设备

高效液相色谱仪(Waters Alliance 2695 HPLC-2996 二极管阵列检测器)、Pharmacia 4060 型紫外分光光度仪、电子天平(1 mg)、凯氏定氮仪、电热恒温水浴锅、Millipore 纯水机、超声提取仪。

1.2 标准品及试剂

维生素 B₁ (thiamine HCl)、B₂ (Riboflavin)、B₆

(Pyridoxine HCl)、烟酰胺(Nicotiamid); 氨基葡萄糖(D-(+)-Glucosamine hydrochloride)和肌酸(Creatine monohydrate)均购自 Sigma-Aldrich 公司; 人参皂甙 Re 标准品购自中国生物制品检定所; 17 种氨基酸混和标准和谷氨酰胺标准品购自国家标准物质研究中心。

甲醇、乙腈为色谱纯, 其余药品为分析纯。

1.3 测定方法

关于功效成分或营养成分的检测方法, 我们遵循首先选择国家标准规定的检测方法, 没有国标方法可参考国际组织推荐或权威文献报道或行业内推荐的方法, 也可根据文献修改进实验室自己的方法。

液相色谱法同时测定维生素 B₁、B₂、B₆ 和烟酰胺^[1-3]: 胶囊样品用含 0.05 mol/L 盐酸的水溶液提取和稀释, 经 C18 反相柱分离, 在波长 290 nm 和 260 nm 处检测, 外标法定量。

蛋白质测定^[4]: 凯氏定氮法

Elson-Morgan 分光光度法测定氨基葡萄糖^[5-7]: D-氨基葡萄糖在碱性条件下与乙酰丙酮缩合成生色原 2-甲基-3-二乙酰吡咯衍生物, 生色原与对-二甲氨基苯甲醛在酸性条件下发生络合反应呈现紫红色, 在 530 nm 处测定其吸光度与标准比较定量。

肌酸测定^[8, 9]: 样品中的肌酸一水合物提取后, 经 C18 柱分离, 可用紫外检测器检测, 外标法定量。

保健食品中总皂甙的测定^[10, 11]: 样品中总皂甙经提取, Amberlite-XAD-2 大孔树脂分离后, 在酸性条件下, 香草醛与人参皂甙生成有色化合物, 以人参皂甙 Re 为对照品, 于

收稿日期: 2012-09-17

基金项目: 国家体育总局科研项目(09B043)

第一作者简介: 邵 晶, 女, 副研究员, 主要研究方向: 运动营养、运动员食品安全。

作者单位: 国家体育总局运动医学研究所运动营养研究中心, 国家运动营养测试研究中心, 国家体育总局运动营养重点实验室, 北京 100029



560 nm 处比色测定。

柱前衍生 - 高效液相色谱法测定氨基酸^[12, 13] 衍生试剂 AQC (6-氨基喹啉-N-羟基琥珀酰亚氨基甲酸酯) 能与氨基酸迅速反应生成衍生物, 该衍生物在室温下可稳定一周, 可利用液相色谱在 248 nm 波长分离检测。过量的衍生试剂可在 1 min 内水解为不干扰测定的副产物 6-氨基喹啉-N-羟基琥珀酰亚胺和二氧化碳。

以上主要功效成分的检测方法都进行了重复性和回收实

验, 均符合要求。

样品测定时均设平行样, 测定结果为两个样品的平均值。

2 结果

在 2011 年对收集的 5 类 18 种运动营养品标示的主要功效成分进行了测定, 结果如下表 1。因为本研究的工作并非管理意义上的抽检, 所以, 表中我们隐去了产品的商品名称, 代之运动营养品编号。

表 1 运动营养品功效成分测定结果
Table 1 Determination Result of the Functional Ingredients of Sports Nutritions

产品分类	产品编号	功效成分	实验测定值	标签标示值	单位	标签值 80%
补充维生素类	1	维生素 B ₁	1.5	1.5	mg/片	1.2
		烟酰胺	6.3	5.6		4.5
	2	维生素 B ₁	1.7	1.5	mg/片	1.2
		维生素 B ₂	1.4	1.7		1.4
		维生素 B ₆	2.7	2.0		1.6
		烟酰胺	19.5	20.0		16
增强免疫力	3	苏氨酸	4.1	4.2	mg/粒	3.4
		缬氨酸	5.7	6.7		5.4
		甲硫氨酸	14.7	18.4		14.7
		异亮氨酸	5.1	5.9		4.7
		亮氨酸	14.9	18.3		14.6
		赖氨酸	21.5	25.0		20
		苯丙氨酸	4.7	5.0		4.0
		色氨酸	5.4	5.0		4.0
	4	谷氨酰胺	368	无标示值	mg/粒	/
	5	谷氨酰胺	802	1000	mg/粒	800
消除疲劳	6	总皂甙	3.9	≥ 3	g/100g	
能量补充与恢复	7	肌酸	74	≥ 80	g/100g	
	8	肌酸	56	59	g/100g	47
	9	蛋白质	17.6	17.3	g/100g	13.8
	10	蛋白质	68.1	69.6	g/100g	55.7
	11	蛋白质	67.6	66.7	g/100g	53.4
预防关节损伤	12	蛋白质	73.4	≥ 75	g/100g	
	13	蛋白质	69.4	79.9	g/100g	63.9
	14	氨基葡萄糖硫酸盐	1138	1500	mg/片	1200
	15	氨基葡萄糖盐酸盐	267	无标示值	mg/片	/
	16	氨基葡萄糖硫酸盐	437	500	mg/粒	400
	17	氨基葡萄糖硫酸盐	678	500	mg/片	400
	18	氨基葡萄糖硫酸盐	167	83	mg/片	66

3 分析与讨论

3.1 营养品来源

“2009 年国家队集中采购运动营养品目录”的分类依据和准入要求与保健品类似, 在 60 种运动营养食品中进口产品 25 种、国产产品 35 种, 类别有药准字号产品 (OTC)、卫食证字号产品、保健食品、QS 认证产品、其他 (没有上述标识)。药准字和保健食品所占比例较少, 大部分是食品类产品。但是有企业仍沿用以前由卫生部门发放的卫食证字号食品卫生许可证, 随着 2009 年 6 月 1 日新《食品安

全法》的实施, 卫食证字已不再使用, 现在普通食品已经纳入 QS 管理, 生产食品的企业必须有 QS (食品生产许可证) 认证才可进行生产。本次测定的 18 种营养品中有国产产品 8 种、进口产品 10 种, 其中 OTC 药准字产品 2 种, 卫食证字产品 2 种, 保健食品 0 种, 有 QS 标志产品 3 种。

3.2 功效成分及其含量

《预包装特殊膳食用食品标签通则》^[14] 附录 A 中指出食品中能量、营养素有三种标示方式: 标示范围值、平均值和最低值或最高值, 企业可用任意一种或兼用 2 种、3 种方式标示。按范围值标示时, 营养素的实际含量不得超出标



示值的范围;按平均值标示时,强化的营养素或天然存在的固有营养素的实际含量不得低于标示值的80%;按最高值或最低值标示时,营养素的实际含量不得高于或低于对应的标示值。最新的《预包装食品营养标签通则》^[15]附表2中规定:在产品保质期内,能量和营养成分含量应 $\geq 80\%$ 标示值。我们假定营养品标签上标示值为准确值,我们以上述通则规定作为营养品是否达标的判定标准。

根据上述规定,营养品都含有所标示的营养成分或功效成分,其测定值与标示值相比大部分营养品含量都符合要求,如药准字(OTC)的营养品其主要功效成分含量均达到甚至高于标准;但是也有几个产品测定值略低于标签上标示值的80%,对于同时兼用平均值和最低值标示的营养品,虽然测定值达到标签标识值的80%,但是比标签标示的最低值要低,按照GB13432-2004规定,认为此营养品主要功效成分含量未达标。

3.3 存在问题

3.3.1 营养标签标示不完整或不准确

我们发现:少数营养品的营养标签标示不完整或不准确。如作用为预防关节损伤的“氨基葡萄糖胶囊”,营养标签中標示的营养成分为碳水化合物和维生素C。

3.3.2 营养成分或功效成分测定值与标签标示值存在差异

差异的可能原因有:企业确定标签标示值的检测方法与本文所用检测方法不一致;生产、运输和保存方式的不同以及添加功效成分稳定性等因素造成产品含量的偏高或偏低;产品质量确实不达标。因此,我们将进一步验证和确认。

3.3.3 运动营养品批号单一

“国家队集中采购目录”中的运动营养品均由中国体育科学学会统一进行管理和采购,为保证运动员的安全,学会要求进入采购目录中每一批次产品必须提供一份兴奋剂检测报告。为节省成本,企业提供给国家队的运动营养品每年甚至每2年只有一个批次。

3.3.4 需要建立标准的营养品功效成分检测方法

目前,一部分功效成分的检测方法有统一的国家标准或行业标准;一部分功效成分的国标检测方法步骤繁琐,重复性差或者随着新技术的发展已经过时,需要对这部分方法重新进行修订或建立新的检测方法;还有一部分没有统一、有效的检测方法,不同实验室对运动营养品功效成分的检测采用的方法各异,相互之间也未进行一致性对比和论证。企业在建立自己的检测方法进行营养标签示值标示时,往往倾向于选择检测设备简单、成本较低的方法进行测定。还有一部分营养品无法确定其功效成分,例如,多种植物提取物或中药混合物,因而,没有合适的检测方法表征其质量。此外,缺乏合适的含有食品基体的标准物质也是无法建立有效检测方法的原因。在不增加企业成本的前提下,需要建立统一、有效的标准方法才能更好地开展运动营养品质量监控。

3.3.5 需要建立统一的营养品应用安全评价标准

运动营养品的功效研究和毒理学研究整体落后于营养品产业的发展,目前仍有很多问题尚未解决。例如,由多种植物提取物或中药混合物配制而成的运动营养品,其多个功效与非功效成分的协同或拮抗作用还不完全清楚,并且运动员中还存在多种营养品同时服用的现象,这些营养品是否存在竞争抑制作用,长期服用是否会给身体带来危害都需要进

一步研究,并建立各类营养品应用的功效与安全评价标准。

4 结论

功效成分是衡量营养品质量的关键,我们通过检测运动营养品中营养成分或功效成分,以此监控运动员所用营养品质量的优劣。本研究中所测18种运动营养品中大部分均含有营养标签所标示的营养成分并且含量达标,仍有个别营养品存在营养标签未标示功效成分及含量或测定值与标签标示值不符的现象。我们还需要对存在的问题和原因做进一步的验证与确认。建议相关的管理部门加强运动营养品的监控,对运动营养品质量和效果把关,让运动员用到既安全而又有效的运动营养品。同时,督促生产企业进行规范化生产与经营,引导运动营养产业的良性发展。

参考文献:

- [1] GB/T5009.197-2003 保健食品中盐酸硫胺素、盐酸吡哆醇、烟酸、烟酰胺和咖啡因的测定。
- [2] 王光亚主编. 保健食品功效成分检测方法[M]. 北京: 轻工业出版社: 52-60
- [3] 吴淑君, 庄志辉, 朱孟丽, 等. 高效液相色谱法测定保健品中的6种水溶性维生素及咖啡因[J]. 色谱, 2006, 24(3): 319
- [4] 国标GB5009.5-2010 食品中蛋白质的测定. 第一法 凯氏定氮法
- [5] 王维, 尤瑜敏, 周培根. D-氨基葡萄糖测定方法的比较[J]. 食品研究与开发, 2003, 24(2): 84-87
- [6] 翟咏红, 万丹晶. 氨基葡萄糖和硫酸软骨素含量测定方法的建立[J]. 药物鉴定, 2005, 14(4): 44-45
- [7] 宁武, 石涛, 廖玉山. 高效液相色谱法测定复方氨基葡萄糖咀嚼片中氨基葡萄糖的含量, 现代医学, 2009, 37(60): 472-474
- [8] QB/T 2834-2006 运动营养食品食用肌酸, 轻工业行业标准
- [9] Alekha K. (2002). Dash, Angeli Sawhney, A simple LC method with UV detection for the analysis of creatine and creatinine and its application to several creatine formulations, *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 29:939-945
- [10] 保健食品检验与评价技术规范(2003版), 中华人民共和国卫生部, 保健食品中总皂甙的测定: 306-307
- [11] 沈向红, 任一平, 陈翊. HPLC法与香草醛比色法测定保健品中的人参皂甙[J]. 中国卫生检验杂志, 2004, 14(6): 681-683
- [12] 王—红, 冯家力, 潘振球, 等. 液相色谱—质谱/质谱联用技术分析18种游离氨基酸[J]. 中国卫生检验杂志, 2006, 16(2): 161-239
- [13] Hongji Liu, Biying Chang, Huiwen Yan, Fenghua Yu, Xingxiang Lu. (1995). Determination of amino acids in food and feed by derivatization with 6-aminoquinolyl-N-hydroxysuccinimide carbamate and reversed phase liquid chromatographic separation, *Journal of AOAC International*, Vol 78 No3: 736-744
- [14] GB13432-2004 预包装特殊膳食用食品标签通则
- [15] GB28050-2011 预包装食品营养标签通则

(责任编辑: 何聪)