

附2

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200234

秦歧牌芦荟当归胶囊

- 【原料】 芦荟全叶冻干粉、当归提取物、莱菔子提取物
- 【辅料】 玉米淀粉
- 【生产工艺】 本品经混合、制粒、干燥、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乙烯瓶应符合YBB00122002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	棕黄色至棕褐色
滋味、气味	具有中药气味，微苦，无异味
性状	硬胶囊，整洁，无粘结、变形和破裂现象，内容物为颗粒和粉末
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
总蒽醌（以1，8二羟基蒽醌计），mg/100g	100～450	1 总蒽醌的测定
水分，%	≤9	GB 5009.3
灰分，%	≤9	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0	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

六六六，mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19

1 总蒽醌的测定

1.1 仪器

1.1.1 紫外可见分光光度计。

1.1.2 恒温水浴箱。

1.1.3 分析天平。

1.1.4 玻璃回流装置。

1.2 试剂

1.2.1 1，8—二羟基蒽醌标准品。

1.2.2 乙醚（分析纯）。

1.2.3 混合酸溶液：25%盐酸2mL加冰醋酸18mL。

1.2.4 混合碱溶液：等体积10%氢氧化钠和4%的氨溶液混合。

1.3 对照品溶液的制备：精密称取1，8—二羟基蒽醌（AR）对照品适量，加甲醇溶解制成0.8mg/mL的溶液。临用时再用甲醇稀释10倍，即得0.08mg/mL的溶液。

1.4 工作曲线的制作：分别取含蒽醌0.08mg/mL的标准液0.00、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL置于10mL比色管中，加混合碱溶液至刻度，混匀，于暗处放置30min。以混合碱溶液为空白，在525nm波长处，测定各标准液的吸光度，以浓度为横坐标，以吸光度为纵坐标，绘制工作曲线，求回归方程。

1.5 样品溶液的制备及含量测定：称取样品0.5g，精密称定，置于100mL圆底烧瓶中，加混合酸溶液10mL，在沸水浴中回流15min，放冷，加乙醚20mL提取，提取液通过脱脂棉滤入分液漏斗中，继续用乙醚洗涤残渣二次，每次10mL，残渣再加混合酸10mL，在沸水浴中回流15min，放冷，用乙醚15mL提取，并用乙醚洗涤残渣二次，每次10mL，合并乙醚液于分液漏斗中，分别用水40、30mL振摇二次，弃去水洗液，乙醚液用混合碱溶液50、20、20mL提取三次，合并碱提取液，置之于100mL容量瓶中，加混合碱溶液至刻度，混匀取约50mL置100mL锥形瓶中，称重（准确至0.01g），置沸水浴中回流30min，取出，迅速冷至室温，称重，补加10%氨液到原来重量，混匀待测。以混合碱溶液为空白，在525nm波长处，测定各样品溶液的吸光度，计算，即得样品中总蒽醌的含量。

1.6 计算

$$X = \frac{A \times V_1}{V_2 \times M} \times 100$$

式中：

X—样品中总蒽醌含量，mg/100g；

A—由标准曲线算得被测液中总蒽醌量，mg；

V₁—样品定容体积，mL；

V₂—被测液体积，mL；

M—样品质量，g。

【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
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10

【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
芦荟苷, g/100g	0.5~2.0	1 芦荟苷的测定
芥子碱（以芥子碱硫氰酸盐计）, mg/100g	≥180	《中华人民共和国药典》中“莱菔子”项下“含量测定”规定的方法

1 芦荟苷的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

1.1 范围

本方法规定了芦荟胶囊、芦荟片剂、芦荟汁等保健食品中芦荟苷含量的测定方法。

本方法适用于芦荟胶囊、芦荟片剂、芦荟汁等保健食品中芦荟苷含量的测定。

本方法的最低检出量10ng。

本方法的最佳线性范围：0~100μg/mL， $y=1124194x+3215$ ；线性关系 $r=0.9999$ 。

1.2 原理：用甲醇-水（55+45）作为溶剂，提取试样中的芦荟苷，经高效液相色谱仪C₁₈柱分离，紫外检测器293nm条件下检测，以芦荟苷保留时间定性，峰面积定量。

1.3 试剂

1.3.1 甲醇：色谱纯。

1.3.2 水：重蒸水。

1.3.3 芦荟苷标准品：纯度≥98%。

1.3.4 芦荟苷标准溶液的制备：精确称取芦荟苷标准品10mg，加流动相甲醇+水（55+45）溶解并移入100mL容量瓶中，定容至刻度。

1.4 仪器

1.4.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器。

1.4.2 色谱柱：C₁₈（以十八烷基键合硅胶填料为填充剂）或具同等性能的色谱柱，150mm×6mm，5μm。

1.4.3 超声波清洗器。

1.4.4 C₁₈净化富集柱：C₁₈预柱，装量0.5g，分配型。

1.4.5 离心机：3000r/min。

1.5 色谱分离条件

1.5.1 流动相：甲醇+水=55+45。

1.5.2 流速：1mL/min。

1.5.3 柱温：40℃。

1.5.4 检测波长：293nm。

1.5.5 灵敏度：0.016AUFS。

1.5.6 进样量：10μL。

1.6 分析步骤

1.6.1 试样制备：将固体试样粉碎成粉末状，混匀。准确称取上述经处理后的试样1.00g于50mL容量瓶中，加检测用流动相30mL溶解，经超声振提5min加流动相定容50mL，离心沉淀，上清液经滤膜（0.45μm）过滤，芦荟汁饮料直接经0.45μm滤膜过滤。

1.6.2 测定步骤：分别精密吸取标准溶液和试样溶液10μL注入高效液相色谱仪，依上述色谱条件，以保留时间定性，用外标法计算试样中芦荟苷的含量。

1.7 计算公式

$$X = \frac{A_1 \times C \times V}{A_2 \times m}$$

式中：

X—试样中芦荟苷含量，mg/g（mg/mL）；

A₁—试样中芦荟苷的峰面积；

C—标准液的质量浓度，mg/mL；

A_2 —标准液中芦荟苷的峰面积;

V—试样定容体积, mL;

m—试样的质量, g (mL)。

计算结果保留三位有效数字。

1.8 允许误差: 同一试样两次测定值之差不得超过两次测定平均值的10%。

【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. 芦荟全叶冻干粉: 应符合QB/T 2489《食品原料用芦荟制品》的规定。

2. 当归提取物

项 目	指 标
来源	当归 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取(8倍量水100℃提取2次, 每次1.5h)、过滤、浓缩、醇沉、减压干燥(65℃)、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成
提取率, %	16.7
感官要求	棕黄色或棕色粉末, 具有本品特有滋味、气味、无异味
粗多糖, %	≥20
粒度(80目筛的通过率), %	≥95
干燥失重, %	≤5
灰分, %	≤5
铅(以Pb计), mg/kg	≤0.5
总砷(以As计), mg/kg	≤0.3
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.3
有机残留	不得检出
硫化物	不得检出
有机磷	不得检出
六六六, mg/kg	≤0.2
滴滴涕, mg/kg	≤0.1
菌落总数, CFU/g	≤1000
大肠菌群, MPN/100g	不得检出
霉菌, CFU/g	≤25
酵母, CFU/g	≤25
金黄色葡萄球菌(/25g)	不得检出
沙门氏菌(/25g)	不得检出

3. 莱菔子提取物

项 目	指 标
原料来源	莱菔子 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取(10倍量水100℃提取2次, 每次1.5h)、过滤、浓缩、醇沉、减压干燥(65℃)、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成
提取率, %	8.3

感官要求	淡黄色或棕黄色粉末, 具有本品特有滋味、气味、无异味
芥子碱, %	≥ 2.0
粒度(80目筛的通过率), %	≥ 95
干燥失重, %	≤ 5
灰分, %	≤ 5
铅(以Pb计), mg/kg	≤ 0.5
总砷(以As计), mg/kg	≤ 0.3
总汞(以Hg计), mg/kg	≤ 0.3
有机残留	不得检出
硫化物	不得检出
有机磷	不得检出
六六六, mg/kg	≤ 0.2
滴滴涕, mg/kg	≤ 0.1
菌落总数, CFU/g	≤ 1000
大肠菌群, MPN/100g	不得检出
霉菌, CFU/g	≤ 25
酵母, CFU/g	≤ 25
金黄色葡萄球菌(/25g)	不得检出
沙门氏菌(/25g)	不得检出

4. 玉米淀粉: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
