

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190174

合辉牌芦荟低聚木糖胶囊

- 【原料】 低聚木糖、全叶芦荟冷冻干燥粉
- 【辅料】 微晶纤维素
- 【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	内容物呈浅棕色至棕黄色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味
性状	硬胶囊，完整光洁，无变形、破裂现象；内容物为粉末
杂质	无肉眼可见外来杂质

【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
总蒽醌（以1,8-二羟基蒽醌计），g/100g	0.10~0.40	1 总蒽醌的测定
水分，%	≤9	GB 5009.3
灰分，%	≤8	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	≤0.2	GB/T 5009.19

1 总蒽醌的测定

1.1 原理：样品用甲醇提取，经酸解氧化，使结合态的蒽醌分解为游离态，使还原态的蒽酚、蒽酮、二蒽酮等蒽醌类化合物氧化成氧化态，再经乙醚提取，用醋酸镁甲醇液显色测定。

1.2 仪器：分光光度计

1.3 试剂：1,8-二羟基蒽醌对照品（分析纯）

1.4 对照品溶液的制备：精确称取1,8-二羟基蒽醌对照品10mg，置于100mL容量瓶中，加甲醇适量溶解，加甲醇至刻度，摇匀。

1.5 标准曲线的制备：精密量取对照品溶液0.0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0、1.5mL，分别置于10mL容量瓶中，各加醋酸镁甲醇溶液（0.5g/100mL）至刻度，摇匀，照紫外-可见分光光度法，于510nm波长处测定吸光度值，以吸光度值为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

1.6 测定：取样品内容物粉末，混匀，精密称取0.200~0.500g，置于150mL锥形瓶中，准确加入50mL甲醇，90℃水浴回流1h，放冷，过滤，精密量取2.00~10.00mL滤液（相当于20~150μg蒽醌），置于150mL锥形瓶中，蒸干，加20mL水溶解，加30%过氧化氢溶液3.0mL、50%盐酸溶液（盐酸-水=1:1）0.5mL，于90℃水浴回流30min，放冷，用乙醚提取3次（20、20、15mL），合并乙醚提取液，水洗2次（10、10mL），弃水液，取醚液挥干，残渣加醋酸镁甲醇溶液（0.5g/100mL）溶解，转移至10mL容量瓶中，加醋酸镁甲醇溶液至刻度，摇匀，照紫外-可见分光光度法，于510nm波长处测定吸光度值，从标准曲线上读出样品溶液中蒽醌的含量，计算，即得。

1.7 结果计算

$$X = \frac{\frac{c \times n}{1000}}{m \times 1000} \times 100$$

式中：

X—样品中总蒽醌含量（以1,8-二羟基蒽醌计），%；

c—在标准曲线上读出的样品浓度，μg/mL；

m—样品称取量，g；

n—样品稀释倍数。

【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
芦荟苷, g/100g	0.18~0.88	1 芦荟苷的测定

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： $0 \sim 100 \mu\text{g/mL}$ $y=1124194x+3215$ ；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： C_{18} （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，5 μm 。

1.4.3 超声波清洗器。

1.4.4 C_{18} 净化富集柱： C_{18} 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：10 μL 。

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（0.45 μm ）过滤，芦荟汁饮料直接经0.45 μm 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10 μL 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；

A₂—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. 全叶芦荟冷冻干燥粉：应符合QB/T 2489《食品原料用芦荟制品》的规定。
 2. 低聚木糖：应符合QB/T 2984《低聚木糖》的规定。
 3. 微晶纤维素：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-