

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190294

易丽牌芦荟火麻仁胶囊

- 【原料】 库拉索芦荟全叶冷冻干燥粉、火麻仁提取物
- 【辅料】 无
- 【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	内容物呈淡黄色至棕黄色
滋味、气味	微苦，无异味
性状	硬胶囊，胶囊完整，无破损，无粘结；内容物为颗粒和粉末
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
总蒽醌（以1,8-二羟基蒽醌计），g/100g	0.2~2.0	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	≤0.1	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%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，加甲醇配成含蒽醌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值，以浓度为横坐标，以吸光度值为纵坐标，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值，计算，即得样品中总蒽醌的含量。

1.6 结果计算

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

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	$\leq 0/25g$	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25g$	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

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 $\geq 98\%$ 。

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 $\times$ 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（0.45μm）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；
 - 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.库拉索芦荟全叶冷冻干燥粉：应符合QB/T 2489《食品原料用芦荟制品》的规定。
- 2.火麻仁提取物

火麻仁提取物质量标准

项 目	指 标
来源	火麻仁 应符合《中华人民共和国药典》的要求
制法	经提取（加8倍量80%乙醇回流2次，每次1.5 h）、过滤、浓缩、减压干燥（-0.075MPa～-0.085MPa，65℃）等工艺制成。
提取率，%	6.7
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
总黄酮，%	≥1.5
干燥失重，%	≤5
灰分，%	≤5
粒度（80目筛的通过率），%	≥95
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
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤30000

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	不得检出
沙门氏菌	不得检出