

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190489

鸿洋神牌左旋肉碱芦荟片

- 【原料】 左旋肉碱酒石酸盐、芦荟冻干粉、荷叶提取物、山楂提取物
- 【辅料】 L-苹果酸、磷酸氢钙、微晶纤维素、淀粉、硬脂酸镁
- 【生产工艺】 本品经过筛、混合、制粒、干燥、压片、包装、辐照灭菌（5kGy，⁶⁰Co）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	土黄色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	片剂，片面光洁，边缘整齐
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	50~200	1 总蒽醌的测定
灰分，%	≤24	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
展青霉素，μg/kg	≤50	GB 5009.185

1 总蒽醌的测定（参照中华人民共和国卫生部 内部统一方法）

1.1 仪器：分光光度计。

1.2 试剂

1.2.1 5mol/L硫酸。

1.2.2 氯仿。

1.2.3 5%氢氧化钠（m/V）+2%氢氧化铵（m/V）（1+1）混合碱液。

1.2.4 对照品：1，8二羟基蒽醌（购自中国食品药品检定研究院）。

1.2.5 1，8二羟基蒽醌对照品贮备液：准确称取5.8mg 1，8-二羟基蒽醌对照品，置50mL容量瓶中，用混合碱液溶解，充分混匀，再用混合碱液稀释至刻度，配制成0.116mg/mL贮备液。

1.3 样品处理：准确称取均匀的样品粉末0.5~2g，于200mL带冷凝管的锥形瓶中，加5mol/L硫酸40mL，加热回流2h，放冷，加氯仿30mL，水浴加热回流1h，分离出氯仿液，再加氯仿30mL，水浴加热回流0.5h，分离出氯仿液，再加氯仿20mL，如此反复，提取至氯仿无色为止，收集氯仿提取液，过滤，滤液定容（ V_1 ），精密吸取一定量（10mL左右）（ V_2 ）置分液漏斗中用混合碱液萃取至无色（每次5mL），将萃取液移至50mL容量瓶中，用混合碱液调至刻度。

1.4 标准曲线的绘制：精密吸取上述对照品贮备液1、2、3、4、5mL，分别置于50mL量瓶中，加混合碱液至刻度，摇匀，20min后以混合碱液为空白对照，在530nm处测定和记录相应的吸光度值，以1，8二羟基蒽醌的质量为横坐标、吸光度值为纵坐标绘制标准曲线。

1.5 结果计算

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

式中：

X—样品中总蒽醌量，mg/100g；

A—样液比色相当于标准品质量，mg；

V_1 —氯仿提取液总体积，mL；

V_2 —氯仿测定液体积，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

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
肉碱, g/100g	≥22	1 肉碱的测定
芦荟苷, g/100g	0.04~0.60	2 芦荟苷的测定

1 肉碱的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

1.1 范围

本方法规定了片剂、胶囊保健食品中肉碱的测定方法。

本方法适用于以肉碱为主要原料的片剂、胶囊中肉碱的测定。

本方法最低检出量为0.27μg。

本方法最佳线性范围：0.050mg/mL~2.0mg/mL。

1.2 原理：试样中的肉碱以0.5mmol/L的盐酸超声提取，反相色谱分离，与标准品的保留时间比较定性，以峰面积外标法定量。

1.3 试剂

除特殊说明，所用试剂均为分析纯；实验用水为去离子水或同等纯度的蒸馏水。

1.3.1 磷酸氢二钾。

1.3.2 辛烷磺酸钠。

1.3.3 0.50mmol/L盐酸。

1.3.4 肉碱标准溶液：精密称取干燥至恒重的肉碱标准品（含量98%）0.0200g，用0.50mmol/L盐酸溶解并定容为10.0mL，此溶液浓度为2.0mg/mL。

1.4 仪器

1.4.1 HPLC系统：配有紫外检测器和色谱工作站。

1.4.2 超声波提取器。

1.4.3 溶剂微孔过滤器带0.45μm水相滤膜。

1.5 分析步骤

1.5.1 试样预处理：准确称取粉碎并混合均匀的试样0.50g（含肉碱约40mg），于50mL容量瓶中，加入0.50mmol/L盐酸约35mL，超声提取10min，用0.50mmol/L盐酸定容，混匀，过滤，弃初滤液数毫升，收集滤液，过0.45μm水相滤膜，为试样处理液。供HPLC分析。

1.5.2 试样分析

1.5.2.1 色谱条件：Shim-pakCLC ODS柱，4.6×200mm，10μm。

1.5.2.2 流动相：0.05mol/L（3.4g）磷酸氢二钾溶液，0.002mol/L辛烷磺酸钠；10%乙腈；pH2.5。

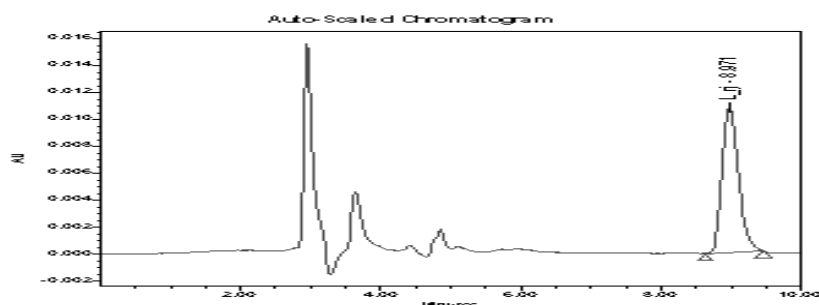
1.5.2.3 流速：0.8mL/min。

1.5.2.4 检测器：紫外检测器；检测波长210nm。

1.5.3 标准曲线：分别取标准溶液0.0、0.25、0.50、1.0、2.0、2.5、5.0mL标准溶液（1.3.4）于5mL比色管中；用0.50mmol/L盐酸稀释并定容为5.0mL，分别进样20μL进行色谱分析。用标准浓度-峰面积绘制标准曲线。

1.5.4 试样测定：取20μL试样处理液（1.5.1）注入色谱仪中，以保留时间定性，面积定量。

1.5.5 色谱图



1.5.6 分析结果表述：试样中肉碱的含量按5.6.1式计算

1.5.6.1 计算

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

式中：

X—试样中肉碱的含量，mg/g；

m—试样质量，g；

C—试样处理液中肉碱的浓度，mg/mL；

V—试样处理液体积，mL。

1.5.6.2 结果表示：结果保留三位有效数字。

1.6 技术参数：

1.6.1 重复测定值的RSD小于6.0%。

1.6.2 回收率：90.3~101.1%。

2 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））

2.1 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 $r=0.9999$

2.2 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 C_{18} 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。

2.3 试剂

2.3.1 甲醇：色谱纯。

2.3.2 水：重蒸水。

2.3.3 芦荟苷标准品：纯度≥98%。

2.3.4 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。

2.4 仪器

2.4.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器。

2.4.2 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，5μm。

2.4.3 超声波清洗器。

2.4.4 C_{18} 净化富集柱： C_{18} 预柱，装量0.5g，分配型。

2.4.5 离心机：3000r/min。

2.5 色谱分离条件

2.5.1 流动相：甲醇+水=55+45。

2.5.2 流速：1mL/min。

- 2.5.3 柱温：40℃。
- 2.5.4 检测波长：293nm。
- 2.5.5 灵敏度：0.016AUFs。
- 2.5.6 进样量：10μL。
- 2.6 分析步骤
- 2.6.1 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。
- 2.6.2 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。
- 2.7 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。

- 2.8 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“片剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 左旋肉碱酒石酸盐：应符合GB 25550《食品安全国家标准 食品添加剂 L-肉碱酒石酸盐》的规定。
2. 芦荟冻干粉：应符合QB/T 2489《食品原料用芦荟制品》的规定。
3. 荷叶提取物

项 目	指 标
来源	荷叶 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（15倍量水85～90℃提取2次、每次1 h）、浓缩、干燥（0.06～0.08MPa，60～80℃）、粉碎过筛等主要工艺制成
提取率，%	10
感官要求	棕黄色粉末
过筛	80目
荷叶碱，%	≥1.0
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.2

滴滴涕, mg/kg	≤0.2
菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

4. 山楂提取物

项 目	指 标
来源	山楂 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（8倍量70%乙醇回流提取2次，每次1 h）、浓缩、干燥（0.06~0.08MPa，60~80℃）、粉碎过筛等主要工艺制成
感官要求	土黄色粉末
提取率, %	10
过筛	80目
黄酮, %	≥5.0
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六, mg/kg	≤0.2
滴滴涕, mg/kg	≤0.2
展青霉素, μg/kg	≤50
乙醇残留, %	≤0.5
菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

5. L-苹果酸：应符合GB 1886.40《食品安全国家标准 食品添加剂 L-苹果酸》的规定。

6. 磷酸氢钙：应符合GB 1886.3《食品安全国家标准 食品添加剂磷酸氢钙》的规定。

7. 微晶纤维素：应符合GB 1886.103《食品安全国家标准 食品添加剂 微晶纤维素》的规定。

8. 食用淀粉：应符合GB 31637《食品安全国家标准 食用淀粉》的规定。

9. 硬脂酸镁：应符合GB 1886.91《食品安全国家标准 食品添加剂 硬脂酸镁》的规定。
