

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20210264

瑞沃德牌芦荟当归洋参片

【原料】 芦荟全叶烘干粉、火麻仁提取物、当归提取物、决明子提取物、西洋参提取物

【辅料】 乳糖、微晶纤维素、包衣粉（羟丙基甲基纤维素、三乙酸甘油酯、二氧化钛、红氧化铁、黄氧化铁、滑石粉）、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经过筛、混合、压片、包衣、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	包衣呈红棕色或红褐色，片芯呈棕色
滋味、气味	具本品固有的滋味、气味，无异味
性状	片剂，完整光洁
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
崩解时限, min	≤60	《中华人民共和国药典》
灰分, %	≤9	GB 5009. 4
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. 1	GB/T 5009. 19

滴滴涕，mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
总蒽醌（以1，8-二羟基蒽醌计），mg/100g	85~200	1 总蒽醌的测定

1 总蒽醌的测定

1.1 原理：本方法适用于保健食品中含蒽醌类（anthraquinone）化合物如豆科植物决明子、百合科植物萱草等总蒽醌的测定。蒽醌类化合物经酸水解用氯仿提取后，再用稀碱液萃取，与1，8二羟基蒽醌对照品比较，在分光光度计530nm处比色定量。

1.2 仪器

1.2.1 分光光度计、带冷凝管的加热回流装置等。

1.3 试剂

1.3.1 5mol/L硫酸。

1.3.2 氯仿（AR）。

1.3.3 5%氢氧化钠（m/v）+2%氢氧化铵（m/v）（1+1）混合碱液。

1.3.4 1，8二羟基蒽醌对照品：中国药品生物制品检定所。

1.3.5 1，8二羟基蒽醌对照品贮备液：准确称取1，8二羟基蒽醌对照品5.8mg，置于50mL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。

1.4 测定步骤

1.4.1 样品处理：准确称取均匀的样品粉末0.5~2g或适量，液体样品可取10mL左右（视含量而定），置于200mL带冷凝管的锥形瓶中，加5mol/L硫酸40mL，加热回流水解2h，稍冷后加氯仿30mL，水浴加热回流1h，分离出氯仿液，再加氯仿30mL，加热回流水解30min，分离出氯仿液，再加氯仿20mL，如此反复，提取至氯仿无色为止，将氯仿提取液过滤，将滤液移至容量瓶中，用氯仿定容至刻度（ V_1 ）摇匀，精密吸取一定量（10mL）左右（ V_2 ）置分液漏斗中，用混合碱液（每次5mL）萃取至无色，将萃取液移至50mL量瓶中，用混合碱液调至刻度。

1.4.2 标准曲线绘制：精密吸取上述对照品贮备液1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL（相当于1，8二羟基蒽醌0.116、0.232、0.348、0.464、0.580mg），分别置于50mL量瓶中，加混合碱液至刻度，摇匀，20min后以混合碱液作空白对照，于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（以1，8二羟基蒽醌计），mg/100g（mL）；

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（mL）。

【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, mg/100g	45~100	1 芦荟苷的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），mg/100g	≥114	2 总皂苷的测定

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：0~100μg/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;

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%。

2 总皂苷的测定 (来源于《保健食品检验与评价技术规范》(2003年版))

2.1 试剂

2.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂, Sigma化学公司、U. S. A. 。

2.1.2 正丁醇: 分析纯。

2.1.3 乙醇: 分析纯。

2.1.4 中性氧化铝: 层析用, 100~200目。

2.1.5 人参皂苷Re: 购自中国食品药品检定研究院。

2.1.6 香草醛溶液: 称取5g香草醛, 加冰乙酸溶解并定容至100mL。

2.1.7 高氯酸: 分析纯。

2.1.8 冰乙酸: 分析纯。

2.1.9 人参皂苷Re标准溶液: 精确称取人参皂苷Re标准品0.020g, 用甲醇溶解并定容至10.0mL, 即每毫升含人参皂苷Re2.0mg。

2.2 仪器

2.2.1 比色计。

2.2.2 层析柱。

2.3 实验步骤

2.3.1 试样处理: 称取1.000g左右的试样 (根据试样含人参量定), 置于100mL容量瓶中, 加少量水, 超声30min, 再用水定容至100mL, 摇匀, 放置, 吸取上清液1.0mL进行柱层析。

2.3.2 柱层析: 用10mL注射器作层析管, 内装3cmAmberlite-XAD-2大孔树脂, 上加1cm中性氧化铝。先用25mL70%乙醇洗柱, 弃去洗脱液, 再用25mL水洗柱, 弃去洗脱液, 精确加入1.0mL已处理好的试样溶液 (见2.3.1), 用25mL水洗柱, 弃去洗脱液, 用25mL70%乙醇洗脱人参皂苷, 收集洗脱液于蒸发皿中, 置于60℃水浴挥干。以此作显色用。

2.3.3 显色: 在上述已挥干的蒸发皿中准确加入0.2mL5%香草醛冰乙酸溶液, 转动蒸发皿, 使残渣都溶解, 再加0.8mL高氯酸, 混匀后移入5mL带塞刻度离心管中, 60℃水浴上加热10min, 取出, 冰浴冷却后, 准确加入冰乙酸5.0mL, 摇匀后, 以1cm比色池于560nm波长处与标准管一起进行比色测定。

2.3.4 标准管: 吸取人参皂苷Re标准溶液 (2.0mg/mL) 100μL放蒸发皿中, 放在水浴挥干 (低于60℃), 或热风吹干 (勿使过热), 以下操作从“2.3.2柱层析…”起, 与试样相同。测定吸光度值。

2.4 计算

$$X = \frac{A_1}{A_2} \times C \times \frac{V}{m} \times \frac{100}{1000} \times \frac{1}{1000}$$

式中:

X—试样中总皂苷含量 (以人参皂苷Re计), g/100g;

A₁—被测液的吸光度值;

A₂—标准液的吸光度值;

C—标准管人参皂苷Re的量, μg;

V—试样稀释体积, mL;

m—试样质量, g。

计算结果保留二位有效数字。

【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。

【原料物料要求】

1. 芦荟全叶烘干粉：应符合QB/T 2489《食用原料用芦荟制品》的规定。

2. 火麻仁提取物

项 目	指 标
来源	火麻仁饮片 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经浸提（8倍量60%乙醇提取2次，每次2h）、浓缩、真空干燥（70~80℃）、粉碎、包装等主要工艺制成
提取率（或得率），%	10
感官要求	棕色精细粉末，具有本品特殊气味
目数	80目
总黄酮，%	≥0.5
干燥失重，%	≤5
灰分，%	≤5
重金属，mg/kg	≤10
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	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤100
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

3. 当归提取物

项 目	指 标
来源	当归饮片 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经浸提（8倍量水提提取2次，每次2h）、浓缩、真空干燥（70~80℃）、粉碎、包装等主要工艺制成
提取率（或得率），%	20
感官要求	棕黄色精细粉末，具有本品特殊气味
目数	80目
阿魏酸，%	≥0.2
干燥失重，%	≤5
灰分，%	≤5
重金属，mg/kg	≤10.0
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	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

4. 决明子提取物

项 目	指 标
来源	决明子饮片 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、浸提（8倍量60%乙醇提取2次，每次2h）、浓缩、真空干燥（70~80℃）、粉碎、包装等主要工艺制成

提取率（或得率），%	12
感官要求	棕色精细粉末，具有本品特殊气味
目数	80目
大黄酚，%	≥ 0.2
干燥失重，%	≤ 5
灰分，%	≤ 5
重金属，mg/kg	≤ 10
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	≤ 0.1
滴滴涕，mg/kg	≤ 0.1
菌落总数，CFU/g	≤ 1000
大肠菌群，MPN/g	≤ 0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤ 100
沙门氏菌	$\leq 0/25g$
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25g$

5. 西洋参提取物

项 目	指 标
来源	西洋参饮片 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经浸提（8倍量70%乙醇提取2次，分别2h、1.5 h）、浓缩、真空干燥（70~80℃）、粉碎、包装等主要工艺制成
提取率（或得率），%	15
感官要求	淡黄色精细粉末，具有本品特殊气味
目数	80目
总皂苷，%	≥ 5
干燥失重，%	≤ 5
灰分，%	≤ 5
重金属，mg/kg	≤ 10.0
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	≤ 0.1
滴滴涕，mg/kg	≤ 0.1
菌落总数，CFU/g	≤ 1000
大肠菌群，MPN/g	≤ 0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤ 100
沙门氏菌	$\leq 0/25g$
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25g$

6. 微晶纤维素：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

7. 乳糖：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

8. 包衣粉（羟丙基甲基纤维素、三乙酸甘油酯、二氧化钛、红氧化铁、黄氧化铁、滑石粉）

项目	指标
来源	羟丙基甲基纤维素、三乙酸甘油酯、二氧化钛、红氧化铁、黄氧化铁、滑石粉
感官要求	颜色均一的红棕色粉末，无杂质
粒度（不能通过80目筛的量），%	≤ 2.0
灼烧残渣，%	19.95~30.51
菌落总数，CFU/g	≤ 1000
大肠菌群，MPN/g	≤ 0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤ 50
沙门氏菌	$\leq 0/25g$
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25g$

9. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

