

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200221

维诺牌当归黄芪胶囊

【原料】 当归提取物(经辐照)、维生素E(dl- α -醋酸生育酚、明胶、阿拉伯胶、二氧化硅、麦芽糊精、食用葡萄糖)、黄芪提取物(经辐照)、芦荟提取物(经辐照)

【辅料】 预胶化淀粉、二氧化硅

【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	内容物呈黄色至棕黄色
滋味、气味	具本品固有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，无粘结、变形、囊壳破裂等现象；内容物为粉末状
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	140~230	1 总蒽醌的测定
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤5.0	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 总蒽醌测定

1.1 试剂

1.1.1 对照品溶液：精密称取1,8-二羟基蒽醌对照品适量，用冰醋酸溶解，制成0.5mg/mL，作为对照品储备液，精密量取0.3、0.6、0.9、1.2、1.5mL对照品溶液，置50mL容量瓶中，加混合碱溶液稀释至刻度，混匀，即得，于暗处放置30min备用。

1.1.2 混合碱溶液：取等量的10%氢氧化钠溶液-4%氨溶液混合。

1.1.3 混合酸溶液：25%盐酸溶液2mL，加冰醋酸18mL。

1.2 仪器：分光光度计。

1.3 样品测定：精密称取0.5g样品，置于100mL圆底烧瓶中，加混合酸溶液6mL，混匀，在沸水浴中回流15min，放冷，加乙醚30mL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5mL，药渣再加混合酸4mL，在沸水浴中回流15min，放冷，加乙醚20mL提取，并用乙醚洗涤残渣二次，每次5mL，合并乙醚液，用水30、20mL振摇洗涤二次，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，迅速冷却至室温，称重，补加10%氨溶液到原来的重量，混匀即得。以混合碱溶液为空白，在525nm波长处，分别测得样品、对照品溶液的吸光度值。

1.4 结果计算

$$X = \frac{C_{\text{样}} \times V_{\text{样}}}{M_{\text{样}}} \times 100$$

式中：

X—样品中总蒽醌的含量（以1,8-二羟基蒽醌计），mg/100g；

C_样—样品浓度，mg/mL；

V_样—样品体积，mL；

M_样—样品称取量，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	0.40~0.66	1 芦荟苷的测定
维生素E, g/100g	7.5~12.5	GB 5009.82中“第一法 食品中维生素A和维生素E的测定 反相高效液相色谱法”

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： $0 \sim 100 \mu\text{g/mL}$ $y=1124194x+3215$ ；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 $^{\circ}\text{C}$ 。

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

$$\frac{A_1}{X} = \frac{C \times V}{\text{————}}$$

$A_2 \times m$
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. 当归提取物（经辐照）

项 目	指 标
来源	伞形科植物当归 <i>Angelica sinensis</i> (Oliv.) <i>Diels</i> 的干燥根 应符合《中华人民共和国药典》的要求
制法	经提取（10倍量水提取3次，100℃，每次2h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度140～190℃，出风温度75～85℃）、辐照灭菌（ ⁶⁰ Co，5kGy）、包装等主要工艺加工制成。
得率, %	约10
感官要求	黄色均匀粉末，具有本品特有的滋味、气味
目数	80目
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	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤30000
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
多糖（以葡萄糖计），%	≥20

2. 维生素E（dl-α-醋酸生育酚，明胶，阿拉伯胶，二氧化硅，麦芽糊精，食用葡萄糖）

项 目	指 标
来源	d1- α -醋酸生育酚，明胶，阿拉伯胶，二氧化硅，麦芽糊精，食用葡萄糖
制法	经壁材制备、芯材制备、搅拌、喷雾干燥（进风温度175~185℃，出风温度70~80℃）、过筛、包装等主要工艺加工制成。
感官要求	白色或类白色流动性粉末，具有本品特有的滋味、气味
目数	80目
水分，%	≤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
菌落总数，CFU/g	≤30000
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
含量（d1- α -醋酸生育酚），%	≥50

3. 黄芪提取物（经辐照）

项 目	指 标
来源	豆科植物蒙古黄芪 <i>Astragalus membranaceus</i> (Fisch.) Bge. var. <i>mongholicus</i> (Bge.) Hsiao 或膜荚黄芪 <i>Astragalus membranaceus</i> (Fisch.) Bge. 的干燥根 应符合《中华人民共和国药典》的要求
制法	经粉碎、提取（12倍量水提取3次，100℃，每次1.5 h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度140~190℃，出风温度75~85℃）、辐照灭菌（ ⁶⁰ Co，5kGy）、包装等主要工艺加工制成。
得率，%	约5
感官要求	黄色粉末，本品特有气味
目数	80目
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	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤30000
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
多糖（以葡萄糖计），%	≥30

4. 芦荟提取物（经辐照）

项 目	指 标
来源	百合科植物库拉索芦荟 <i>Aloe barbadensis</i> Miller植物叶 应符合《中华人民共和国药典》的要求
制法	经提取（15倍量60%乙醇回流提取2次，每次1h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度140~190℃，出风温度75~85℃）、辐照灭菌（ ⁶⁰ Co，5kGy）、包装等主要工艺加工制成。
得率，%	约5
感官要求	浅黄色均匀粉末，具有本品特有的滋味、气味
目数	80目
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	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤30000
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
芦荟苷，%	≥6.0

5. 预胶化淀粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 二氧化硅：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
