

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20120516

易元集牌芦荟当归低聚木糖胶囊

【原料】 当归、白芍、桃仁、芦荟、低聚木糖

【辅料】 硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经提取（当归、白芍、桃仁，10、8倍量水100℃提取2次，每次1.5h）、过滤、浓缩、减压干燥（60～70℃，0.06～0.09MPa）、粉碎、过筛、混合、装囊、包装、辐照灭菌（⁶⁰Co，5KGy）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，药品包装用铝塑封口垫片应符合YBB00212004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	内容物呈棕色
滋味、气味	味微苦，具有本品特有的滋味和气味，无异味
状态	硬胶囊，完整光洁，无黏结、变形、漏囊等现象，内容物为粉末；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，mg/100g	60～102	1 总蒽醌的测定
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤8.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30	《中华人民共和国药典》
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5	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

1 总蒽醌的测定

1.1 仪器：725型分光光度计。

1.2 试剂

本方法所用试剂除特殊注明外，均为分析纯；所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

1.2.1 混合酸溶液（25%盐酸2mL加冰乙酸18mL）。

1.2.2 混合碱溶液（等体积10% NaOH和4%NH₃·H₂O混合）。

1.2.3 氯仿。

1.2.4 1,8-二羟基蒽醌对照品（购自于中国食品药品检定研究院）。

1.3 标准液制备：精密称取1,8-二羟基蒽醌对照品8mg，置10mL量瓶中，加冰乙酸适量使溶解，并稀释至刻度，摇匀。精密量取1mL置量瓶中，加混合碱溶液至刻度，摇匀，在暗处放置30min，即得。

1.4 标准曲线的制备：精密量取对照品溶液0.00、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL，分别置10mL量瓶中，加混合碱溶液至刻度，混匀，在暗处放置30min，即得，以相应溶剂为空白，照分光光度法（《中华人民共和国药典》一部附录V），在525nm波长处立即测定吸光度。以吸光度为纵坐标，相应得mg数为横坐标绘制标准曲线。结果表明，1,8-二羟基蒽醌在0.016~0.08范围内线性良好。回归方程Y=0.0047+18.2437X，r=0.9994。

1.5 测定方法：取装量差异项下的本品内容物，研细，取约1g，精密称定，置100mL圆底烧瓶中，加混合酸溶液6mL。在沸水浴中回流15min，放冷，加氯仿30mL，提取液通过脱脂棉滤入分液漏斗中，继续用氯仿洗涤残渣二次，每次5mL，残渣再加混合酸4mL，在沸水浴中回流15min，放冷；用氯仿20mL提取，并用氯仿洗涤残渣二次，每次5mL，合并氯仿液于分液漏斗中，分别用水30、20mL振摇二次，弃去水洗液；氯仿用混合碱溶液50、20、20mL提取三次；合并碱提取液，置100mL量瓶中，加混合碱溶液至刻度，摇匀，取约50mL置100mL锥形瓶中，称定重量，置沸水浴中回流30min，立即冷却至室温，再称定重量，用混合碱溶液补足减失的重量，混匀，测定吸光度，以回归方程计算样品中总蒽醌的含量。

1.6 结果计算：

$$X = \frac{A \times 100}{W} \times 100$$

式中：

X—样品中总蒽醌的含量（以1,8-二羟基蒽醌计），%；

A—样品相当于标准系列中蒽醌的mg数；

W—样品重，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
芦荟苷, g/100g	2-5	1 芦荟苷

1 芦荟苷的测定

1.1 范围

本方法规定了芦荟胶囊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。

本方法的最低线性范围：0~100g/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 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。

1.3 试剂

1.3.1 水。

1.3.2 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 μ m。

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 μ L。

1.6 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，上清液经微孔滤膜（0.45 μ m）过滤。

1.7 测定：分别精密吸取标准溶液和试样溶液10 μ L注入高效液相色谱仪，依1.5项色谱条件，以保留时间定性，用外标法计算试样中芦荟苷的含量。

1.8 结果计算

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

式中：

X—试样中芦荟苷含量，mg/g；

A_1 —试样中芦荟苷的峰面积；

C—标准液的质量浓度，mg/mL；

A_2 —标准液中芦荟苷的峰面积；

V—试样定容体积，mL；

m—试样质量，g。

计算保留三位有效数字。

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：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 白芍：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 3. 桃仁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 4. 芦荟：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 5. 低聚木糖：应符合《关于批准嗜酸乳杆菌等7种新资源食品的公告》（卫生部2008年第12号）的规定。
 6. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 7. 明胶空心胶囊：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-