

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20100184

朱博士牌芦荟山药胶囊

【原料】 芦荟提取物、山药提取物、火麻仁提取物、黑芝麻提取物、郁李仁提取物

【辅料】 微晶纤维素

【生产工艺】 本品经过筛、混合、装囊、包装、辐照灭菌（⁶⁰Co，6KGy）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】 聚氯乙烯固体药用硬片应符合YBB00212005的规定。药品包装用铝箔应符合YBB00152002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	内容物呈棕黄色
滋味、气味	具有产品应有的滋味和气味
性状	硬胶囊，表面光洁，无破损；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，mg/100g	40～60	1 总蒽醌的测定
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤9.0	GB 5009.4
酸价（以脂肪计），mgKOH/g	≤3.0	GB 5009.229
过氧化值（以脂肪计），g/100g	≤0.25	GB 5009.227
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	≤0.2	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 分光光度计。

1.1.2 带冷凝管的加热回流装置。

1.2 试剂

1.2.1 5mol/L硫酸。

1.2.2 氯仿(AR)。

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 1,8-二羟基蒽醌对照品:中国食品药品检定研究院。

1.2.5 1,8-二羟基蒽醌对照品储备液:准确称1,8-二羟基蒽醌对照品5.8mg,置于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储备液。

1.3 样品处理:准确称取内容物均匀的样品粉末1.0g适量,液体样品可取10mL左右(视情况而定),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,水浴加热回流水解1h,分离出氯仿液,再加氯仿30mL,加热回流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,收集氯仿提取液过滤,将滤液移至容量瓶中,用氯仿定容至刻度(V₁),摇匀,精密吸取一定量(10mL左右)(V₂)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容量瓶中,用混合碱液调至刻度。

1.4 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容量瓶中,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1,8-二羟基蒽醌计的质量为横坐标、吸光度值为纵坐标绘制标准曲线。

1.5 样品测定:以混合碱液作空白对照,在530nm处以1cm比色杯测定样品溶液吸光度,从标准曲线上读出样品溶液中1,8-二羟基蒽醌含量,计算,即得。

1.6 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;

A—样液比色相当于标准品质量,mg;

V₁—氯仿提取液总体积,mL;

V₂—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
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
总皂苷（以人参皂苷Re计）， m g/100g	≥600	1 总皂苷的测定
粗多糖（以葡聚糖计）， g/100g	≥5	2 粗多糖的测定

1 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））

1.1 试剂

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

1.1.2 正丁醇：分析纯。

1.1.3 乙醇：分析纯。

1.1.4 中性氧化铝：层析用，100～200目。

1.1.5 人参皂苷Re：购自中国食品药品检定研究院。

1.1.6 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。

1.1.7 高氯酸：分析纯。

1.1.8 冰乙酸：分析纯。

1.1.9 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。

1.2 仪器

1.2.1 比色计。

1.2.2 层析柱。

1.3 实验步骤

1.3.1 试样处理

1.3.1.1 固体试样：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。

1.3.1.2 液体试样：含乙醇的补酒类保健食品，吸取1.0mL试样放水浴挥干，用水溶解残渣，用此液进行柱层析。

非乙醇类的液体试样：吸取1.0mL试样（假如浓度高、或颜色深，需稀释一定体积后再取1.0mL）进行柱层析。

1.3.2 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1.3.1），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。

1.3.3 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。

1.3.4 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“1.3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

1.4 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。

2 粗多糖的测定

2.1 试剂

实验用水为双蒸水, 所用试剂为分析纯级。

2.1.1 80%乙醇溶液: 20mL水中加入无水乙醇80mL, 混匀。

2.1.2 氢氧化钠溶液 (100g/L): 称取100g氢氧化钠, 加水溶解并稀释至1L, 加入固体无水硫酸钠至饱和, 备用。

2.1.3 铜储备液: 称取3g五水硫酸铜, 30g柠檬酸钠, 加水溶解并稀释至1L, 混匀备用。

2.1.4 铜试剂溶液: 取铜储备溶液50mL, 加水50mL, 混匀后加入固体无水硫酸钠12.5g, 并使其溶解。临用现配。

2.1.5 洗涤剂: 取水50mL, 加入10mL铜试剂溶液、10mL氢氧化钠溶液, 混匀。

2.1.6 硫酸溶液 (10%): 取100mL浓硫酸加入到800mL左右水中, 混匀, 冷却后稀释至1L。

2.1.7 苯酚溶液 (50g/L): 称取精制苯酚5.0g, 加水溶解并稀释至100mL, 混匀, 溶液置冰箱中可保存1个月。

2.1.8 葡萄糖标准储备液: 准确称取干燥恒重的分析纯无水葡萄糖0.5000g, 加水溶解并定容至50mL, 混匀, 置冰箱中保存, 此溶液1mL含葡萄糖10mg。

2.1.9 葡萄糖标准使用液: 吸取葡萄糖标准储备液1.0mL, 至于100mL容量瓶中, 加水至刻度, 混匀, 置冰箱中保存。此溶液1mL含葡萄糖0.10mg。

2.2 仪器

2.2.1 离心机: 4000r/min。

2.2.2 50mL离心管或15mL具塞离心管。

2.2.3 分光光度计。

2.2.4 水浴锅。

2.2.5 漩涡混合器。

2.3 实验步骤

2.3.1 试样处理: 称取混合均匀的样品1.0g, 置于100mL容量瓶中, 加水80mL左右, 于沸水浴中加热2h, 冷却至室温后补加水至刻度 (V_1), 混匀后过滤, 弃去初滤液, 收集续滤液供沉淀粗多糖。

2.3.2 沉淀粗多糖: 准确吸取2.3.1项续滤液5.0mL (V_2), 置于50mL离心管中, 加入无水乙醇20mL, 混匀5min后, 以4000r/min离心5min, 弃去上清液, 残渣用80%乙醇溶液数毫升洗涤, 离心后弃去上清液, 反复操作3次, 残渣用水溶解并定容至5.0mL (V_3) (根据糖浓度而定)。混匀后, 供沉淀粗多糖。准确吸取终滤液2mL, 置于20mL离心管中, 加入氢氧化钠溶液 (100g/L) 2.0mL、铜试剂溶液2.0mL, 置沸水浴中煮沸2min, 冷却, 以3000r/min离心5min, 弃去上清液。残渣用洗涤液数毫升洗涤, 离心后弃去上清液, 反复操作3次。残渣用10%硫酸溶液2.0mL溶解并转移至50mL容量瓶中, 加水稀释至刻度, 混匀。此溶液为样品测定液。

2.3.3 标准曲线的绘制: 准确吸取葡萄糖标准使用液0、0.20、0.40、0.60、0.80、1.0mL (相当于葡萄糖0、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10mg) 置于25mL比色管中, 准确补加水至2.0mL, 加入苯酚溶液 (50g/L) 1.0mL, 小心加入浓硫酸10.0mL, 在漩涡混合器上混匀, 置沸水浴中加热2min, 取出, 在流水中冷却20min后, 用分光光度计在485nm波长处, 以试剂空白溶液为参比, 1cm比色皿测定吸光度值。以葡萄糖质量为横坐标, 吸光度值为纵坐标, 绘制标准曲线。

2.3.4 样品测定: 准确吸取样品待测液2.0mL (含糖20~100 μ g) 按2.3.3项标准曲线的绘制步骤于485nm波长处测定吸光度值并求出样品中粗多糖含量。同时做样品空白试验。

2.4 结果计算:

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times V_1 \times V_3 \times V_5}{m_3 \times V_2 \times V_4 \times V_6 \times 1000} \times 100$$

式中:

X—样品中粗多糖含量 (以葡萄糖计), mg/100g;

m_1 —样品测定液中葡萄糖的质量, mg;

m_2 —样品测空白中葡萄糖的质量，mg；
 m_3 —样品的质量，g；
 V_1 —样品提取液总体积，mL；
 V_2 —沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；
 V_3 —粗多糖溶液体积，mL；
 V_4 —沉淀葡萄糖所用粗多糖溶液体积，mL；
 V_5 —测定用样品液体积，mL；
 V_6 —测定用样品测定溶液体积，mL；

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”项下胶囊剂的规定。

【原辅料质量要求】

1. 芦荟提取物：

项 目	指 标
来源	库拉索芦荟：百合科植物库拉索芦荟 <i>Aloe barbadensis</i> Miller 植物叶的汁液浓缩干燥物
制法	经提取（7倍水煎煮提取3次，分别2、1.5、1 h），过滤、减压浓缩、减压干燥（70～80℃，0.06～0.08MPa）、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成。
提取率，%	6
感官要求	棕黄色粉末，具本品芦荟特有的滋味、气味，无杂质
粒度，目	80
芦荟苷，g/100g	≥10
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
总砷（以As计），mg/kg	≤0.3
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.43
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	不得检出
金黄色葡萄球菌	不得检出

2. 山药提取物：

项 目	指 标
来源	山药：薯蓣科植物薯蓣 <i>Dioscorea opposita</i> Thunb. 的干燥根茎
制法	经提取（7倍量水煎煮提取3次，分别2、2、1h）、过滤、浓缩、减压干燥（70℃～80℃，0.06～0.08MPa）、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成。
提取率，%	10
感官要求	黄白色粉末，具本品山药特有的滋味、气味，无杂质
粒度，目	80
薯蓣皂苷，g/100g	≥6

水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
总砷（以As计），mg/kg	≤0.3
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.43
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	不得检出
金黄色葡萄球菌	不得检出

3. 火麻仁提取物

项 目	指 标
来源	火麻仁：桑科植物大麻Cannbis satva L的干燥成熟果实
制法	经提取（9倍量水煎煮提取3次，分别2、2、1.5 h）、过滤、浓缩、减压干燥（70~80℃，0.06~0.08MPa）、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成。
提取率，%	6
感官要求	棕黄色粉末，具本品火麻仁特有的滋味、气味，无杂质
粒度，目	80
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
总砷（以As计），mg/kg	≤0.3
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.43
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	不得检出
金黄色葡萄球菌	不得检出

4. 黑芝麻提取物

项 目	指 标
来源	黑芝麻：脂麻科植物脂麻Sesamum indicum L的干燥成熟种子
制法	经提取（9倍量水煎煮提取3次，每次2h）、过滤、浓缩、减压干燥（70~80℃，0.06~0.08MPa）、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成。
提取率，%	6
感官要求	棕色粉末，具本品黑芝麻特有的滋味、气味，无杂质
粒度，目	80
水分，%	≤5.0

灰分, %	≤5.0
六六六, mg/kg	≤0.2
滴滴涕, mg/kg	≤0.1
总砷(以As计), mg/kg	≤0.3
铅(以Pb计), mg/kg	≤0.5
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.3
菌落总数, CFU/g	≤1000
大肠菌群, MPN/g	≤0.43
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
沙门氏菌	不得检出
金黄色葡萄球菌	不得检出

5. 郁李仁提取物

项 目	指 标
来源	郁李仁：蔷薇科植物、郁李Prunus japonicath unb的干燥成熟种子
制法	经提取（8倍量水煎煮提取3次，分别2.5、2、1 h）、过滤、浓缩、减压干燥（70~80℃，0.06~0.08MPa）、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成。
提取率, %	10
感官要求	棕黄色粉末，具本品郁李仁特有的滋味、气味；无杂质
粒度, 目	80
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
六六六, mg/kg	≤0.2
滴滴涕, mg/kg	≤0.1
总砷(以As计), mg/kg	≤0.3
铅(以Pb计), mg/kg	≤0.5
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.3
菌落总数, CFU/g	≤1000
大肠菌群, MPN/g	≤0.43
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
沙门氏菌	不得检出
金黄色葡萄球菌	不得检出

6. 微晶纤维素：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
