

国家食品药品监督管理总局

保健食品产品技术要求

BJG20060499

伊美娜牌伊美娜胶囊

yimeinapaiyimeinajiaonang

【配方】 荷叶、山楂、泽泻、决明子、郁李仁、桃仁、麦芽、莱菔子、左旋肉碱

【生产工艺】 本品经提取、浓缩、干燥、混合、装囊、包装等主要工艺加工制成。

【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	具本品特有的滋味及气味，无异味
性状	硬胶囊，内容物为粉末
杂质	无肉眼可见外来杂质

【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/g	0.6~0.9	1 总蒽醌的测定
水分，%	≤5.0	GB 5009.3-2010
灰分，%	≤8.0	GB 5009.4-2010
崩解时限，min	≤30	《中华人民共和国药典》（2010年版）
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5	GB 5009.12-2010
砷（以As计），mg/kg	≤1.0	GB/T 5009.11-2003
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3	GB/T 5009.17-2003

1 总蒽醌的测定

1.1 仪器

除特殊注明外，本方法所用试剂均为分析纯；所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

1.1.1 725型分光光度计

1.1.2 混合酸溶液：25%盐酸2mL加冰乙酸18mL

1.1.3 混合碱溶液：等体积10%NaOH和4% $\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ 混合

1.1.4 氯仿

1.1.5 1,8-二羟基蒽醌对照品：购自中国食品药品检定研究院

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

1.3 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，分别置于10mL容量瓶中，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》（2010年版）一部附录V]，于525nm波长处立即测定吸光度值。以吸光度值为纵坐标，相应得毫克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。

1.4 测定：取装量差异项下的样品内容物，研细，取约1g，精密称定，置于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容量瓶中，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，测定吸光度值，以回归方程计算样品中总蒽醌的含量。

1.5 结果计算

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

式中：

X—样品中总蒽醌含量（以1,8-二羟基蒽醌计），g/100g；

A—样品相当于标准系列中蒽醌的毫克数

W—样品重量，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	≤1000	GB 4789.2-2010
大肠菌群，MPN/100g	≤40	GB/T 4789.3-2003
霉菌，cfu/g	≤25	GB 4789.15-2010
酵母，cfu/g	≤25	GB 4789.15-2010
致病菌（指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌、溶血性链球菌）	不得检出	GB 4789.4-2010、GB/T 4789.5-2003、GB 4789.10-2010、GB/T 4789.11-2003

【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

总黄酮（以芦丁计），mg/100g	≥95.6	《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版）中“保健食品中总黄酮的测定”
L-肉碱，g/100g	≥35.3	1 L-肉碱的测定

1 L-肉碱的测定

1.1 原理：样品的水溶液用高效液相色谱法将左旋肉碱分离，经紫外检测器检测，测定出相应的峰面积，用外标法定量。

1.2 仪器

1.2.1 Bio-Rad700高效液相色谱仪（附UV-1706紫外检测器）

1.2.2 超声波振荡器。

1.2.3 微孔过滤器（0.45μm滤膜）

1.3 试剂

1.3.1 甲醇：色谱纯

1.3.2 水：为三蒸水并经Milli-Q超纯处理。

1.3.3 离子对色谱试剂：IPR-B7（庚烷磺酸钠·C₇H₁₅SO₃Na）

1.3.4 磷酸（H₃PO₄）：分析纯

1.3.5 氢氧化钠（NaOH）：分析纯

1.3.6 左旋肉碱标准品：L-4-氨基-羟基丁酸（C₇H₁₅NO₃）

1.3.7 对氨基苯甲酸（C₇H₇NO₂）：分析纯。准确称取100mg对氨基苯甲酸用水溶解至100mL容量瓶中，加水至刻度，配成1mg/mL的内标溶液（样品用）。此液用水稀释10倍为0.1mg/mL（标准用）。

1.3.8 标准溶液：准确称取25、50、75、100、125mg左旋肉碱标准品溶于流动相中，用流动相稀释至25mL刻度，配成每1mL含左旋肉碱1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mg。

1.4 色谱条件

1.4.1 色谱柱：BIO-RAD BIO-SIL ODS，10 250mm×4mm。

1.4.2 流动相：吸取2.5mL磷酸于475mL水中，加入25mL 1mol/L NaOH摇匀，调整pH值至2.4，再加入50mg庚烷磺酸钠（B7），溶解后加入260mL甲醇。

1.4.3 检测波长：210nm

1.4.4 流速：1mL/min

1.4.5 灵敏度：0.001

1.4.6 进样量：20μL

1.5 样品处理（外标法）：准确称取含左旋肉碱500mg左右的样品于50mL容量瓶中，加水约40mL，置超声振荡器中20min助溶，冷却，用水稀释置刻度，过滤，吸取5mL滤液于25mL容量瓶中，用流动相稀释至刻度，经0.45μm滤膜过滤，滤液备用。

1.6 标准曲线的绘制：分别准确吸取以上各种浓度的标准溶液和样品滤液20 μL于HPLC中进行测定，记录各组峰面积，以左旋肉碱的浓度为横坐标，左旋肉碱的峰面积（或与内标峰的面积比值）为纵坐标绘制标准曲线。

1.7 样品测定：准确吸取样品滤液20μL于高效液相色谱仪中，并根据样品组分的峰面积（或与内标峰的面积比值）在标准曲线上查出相应的左旋肉碱的含量。

1.8 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times n}{m \times 1000} \times 100$$

式中：

X—样品中左旋肉碱的含量，g/100g；

m₁—出标准曲线上查出相应的左旋肉碱质量，mg；

n—样品的稀释倍数；

m—样品质量，g；

1000—mg换算成g的换算系数。

【保健功能】 减肥、通便

【适宜人群】 单纯性肥胖人群、便秘者

【不适宜人群】 少年儿童、孕期及哺乳期妇女、慢性腹泻者

【食用方法及食用量】 每日2次，每次2粒，口服

【规格】 0.5g/粒

【贮藏】 置阴凉干燥处

【保质期】 24个月
