

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20060595

HPSON牌左旋肉碱芦荟口服液

【原料】 芦荟汁、低聚果糖、左旋肉碱盐酸盐、维生素C（L-抗坏血酸）、维生素B₁（盐酸硫胺素）、维生素B₂（核黄素）、维生素B₆（盐酸吡哆醇）

【辅料】 纯化水、羧甲基纤维素钠、阿斯巴甜（含苯丙氨酸）

【生产工艺】 本品经溶解、过滤、混合、灌装、湿热灭菌（115℃，30min）、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】 玻璃瓶应符合GB 4806.5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	浅棕色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	澄清液体，不得有发霉、酸败等变质现象
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），g/100mL	0.03~0.19	1 总蒽醌的测定
低聚果糖，g/100mL	≥7.1	2 低聚果糖的测定
维生素C，g/100mL	0.20~0.45	GB 5009.86
维生素B ₁ ，mg/100mL	2.4~5.4	GB 5009.84
维生素B ₂ ，mg/100mL	2.4~5.4	GB 5009.85
维生素B ₆ ，mg/100mL	2.4~5.4	GB 5009.154
pH值	3.4~4.0	《中华人民共和国药典》

可溶性固形物（25℃折光计法），%	9.0~15.0	GB/T 12143
铅（以Pb计），mg/L	≤0.5	GB 5009.12
总砷（以As计），mg/L	≤0.3	GB 5009.11
六六六，mg/L	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/L	≤0.2	GB/T 5009.19

1 总蒽醌的测定

1.1 原理：样品经提取分离后，利用羟基蒽醌衍生物与碱液生成红色进行比色。

1.2 试剂

1.2.1 对照品：精密称8mg1,8-二羟基蒽醌对照品，用冰乙酸溶解并定容至50mL。

1.2.2 混合酸溶液：25%盐酸溶液2mL加冰乙酸18mL。

1.2.3 混合碱溶液：取等量的10%氢氧化钠溶液和4%的氨溶液混合。

1.3 仪器

1.3.1 分光光度计。

1.3.2 水浴锅。

1.4 样品处理：精密量取3mL（V）样品，置于100mL烧瓶中，加混合酸溶液40mL，混匀，置沸水浴中回流2h，放冷，提取液通过脱脂棉滤入100mL（V₁）容量瓶，用水定容至刻度，此溶液为待测液。分取10mL（V₂）上述溶液置分液漏斗中，分别用30、20、20mL无水乙醚提取3次，合并乙醚层，用水振摇洗涤乙醚层数次至水层无色，每次20mL，弃去水洗液，分别用20、10、10mL混合碱溶液提取3次，合并碱液于50mL（V₃）容量瓶中，用混合碱溶液定容至刻度，置90℃水浴30min，取出，迅速冷却至室温，补加碱液至刻度，混匀，此溶液为显色液。以混合碱溶液为空白，于525nm波长处测定吸光度值。

1.5 标准曲线的绘制：精密吸取上述对照液0.5、1.0、1.5、2.0、2.5mL，分别置于50mL容量瓶中，加混合碱溶液至刻度，混匀，于暗处放置30min，以混合碱溶液为空白，于525nm波长处测定吸光度值。以浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

1.6 结果计算

$$X = \frac{C \times V_1 \times V_3}{V \times V_2} \times \frac{100}{1000}$$

式中：

X—样品中总蒽醌含量（以1,8-二羟基蒽醌计），g/100mL；

C—曲线上查出显色液中总蒽醌浓度，mg/mL；

V₁—待测液体积，mL；

V₂—用于显色的待测液体积，mL；

V₃—显色液体积，mL；

V—样品体积，mL。

2 低聚果糖的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版）中“异麦芽低聚糖、低聚果糖、大豆低聚糖的测定”）

2.1 范围

本方法规定了保健食品中异麦芽低聚糖、低聚果糖、大豆低聚糖的测定方法。

本方法适用于保健食品（糖浆、糖粉、饮料、奶粉）中异麦芽低聚糖、低聚果糖、大豆低聚糖的含量测定。

本方法最低检出量：异麦芽糖2μg；潘糖5μg；异麦芽三糖10μg；蔗果三糖（GF₂）5μg；蔗果四糖（GF₃）5μg；蔗果五糖（GF₄）10μg；棉籽糖20μg；水苏糖30μg。

2.2 原理：试样除去蛋白后，离心、脱色，用液相色谱分析，用NH₂柱分离，示差检测器测定，外标法定量。

2.3 试剂

除特殊说明，所用试剂均为分析纯。实验用水为去离子水或同等纯度的蒸馏水。

2.3.1 乙腈：色谱纯。

2.3.2 无水乙醇。

2.3.3 麦芽糖、异麦芽糖、潘糖、麦芽三糖、异麦芽三糖、棉籽糖、水苏糖（含量 $\geq 98\%$ ）。

2.3.4 低聚果糖（总含量 $\geq 96\%$ ，其中GF₂38%，GF₃51%，GF₄7%）。

2.3.5 麦芽糖、异麦芽糖混合标准溶液：分别称取麦芽糖10.0mg、异麦芽糖15.0mg、潘糖9.0mg、麦芽三糖15.0mg、异麦芽三糖12.0mg、用水溶解并定容至1.0mL。将此溶液逐级稀释成下列浓度：

标准溶液名称：麦芽糖、异麦芽糖、潘糖、麦芽三糖、异麦芽三糖（mg/mL）

1	0.50	0.75	0.45	0.75	0.60
2	1.00	1.50	0.90	1.50	1.20
3	2.00	3.00	1.80	3.00	2.40
4	10.00	15.00	9.00	15.00	12.00

2.3.6 低聚果糖标准溶液：精密称取含GF₂38%、GF₃51%、GF₄7%的低聚果糖标准品0.0500g，用水溶解并定容至2.50mL。将此液逐级稀释成下列浓度：

标准溶液名称：GF₂、GF₃、GF₄（mg/mL）

1	1.50	2.00	0.30
2	3.00	4.00	0.60
3	4.50	6.00	0.90
4	6.00	8.00	1.20
5	7.50	10.00	1.40

2.3.7 棉籽糖、水苏糖标准溶液：精密称取棉籽糖0.0400g、水苏糖0.0600g，用水溶解并定容至4.0mL。将此液逐级稀释成下列浓度：

标准溶液名称：棉籽糖 水苏糖（mg/mL）

1	2.0	3.0
2	4.0	6.0
3	6.0	9.0
4	8.0	12.0
5	10.0	15.0

由于试样中程度不同的含有葡萄糖、果糖、蔗糖、乳糖，所以在配制标准应用液时可加入适量的葡萄糖、果糖、蔗糖、乳糖，主要是用于定性。

将各标准系列注入高效液相色谱仪进行测定，绘制标准工作曲线。

2.4 仪器

2.4.1 高效液相色谱仪（附带示差检测器）。

2.4.2 离心机：10000r/min。

2.4.3 分析天平：1/10000。

2.4.4 分析天平：1/1000。

2.5 分析步骤

2.5.1 试样制备

2.5.1.1 糖浆和糖粉：称取1.0000g糖浆或0.2000g糖粉，用水稀释或溶解，并定容置10.0mL，摇匀，溶液过0.45 μ m滤膜，滤液用于HPLC测定。

2.5.1.2 不含乳液体饮料：饮料直接离心，上清液过0.45 μ m滤膜，滤液用于HPLC测定。

2.5.1.3 含乳液体饮料：取10.0mL试样放入烧杯中，加无水乙醇30mL，搅拌混匀，放置5min，离心，取上清液20 mL在沸水浴上挥发近干。残液用水溶解并定容至5-10 mL，溶液过0.45 μ m滤膜，滤液用于HPLC测定。

2.5.1.4 奶粉：称取2.000g试样，放入200mL烧杯中，加水15.0mL溶解，再加45.0mL无水乙醇，搅匀，放置5min，离心，取上清液30.0mL在沸水浴上挥发近干，残液用水溶解并定容至一定体积，溶液过0.45 μ m滤膜，滤液用于HPLC测定。

2.5.2 高效液相色谱参考条件

2.5.2.1 色谱柱：不锈钢柱，内径4.6mm $\times$ 300mm反相氨基柱，粒径5 μ m。

2.5.2.2 柱温：45 $^{\circ}$ C，检测室40 $^{\circ}$ C。

2.5.2.3 流动相：乙腈+水=76+24。

- 2.5.2.4 流量：1.5mL/min。
- 2.5.2.5 灵敏度：64。
- 2.5.2.6 进样量：20μL。
- 2.5.2.7 在上述色谱条件下注入标准溶液和试样溶液，以保留时间定性，外标法定量。
- 2.6 分析结果的表述
- 2.6.1 计算

$$X = \frac{A \times C_i \times V}{A_i \times m \times 1/2}$$

式中：

- X—试样中某低聚糖的含量，g/kg（g/L）；
- A—试样的峰面积或峰高；
- C_i—单一低聚糖标准溶液的浓度，mg/mL；
- A_i—标准溶液的峰面积或峰高；
- m—试样质量，g（mL）；
- V—试样定容体积，mL。

- 2.6.2 结果表示：结果保留两位有效数字。
- 注：功能性异麦芽低聚糖的含量以异麦芽糖、潘糖、异麦芽三糖计。
- 2.7 允许差：同一实验室，平行测定两次结果的相对偏差不得超过10%。
- 2.8 准确度
- 2.8.1 准确度以回收率表示。
- 2.8.2 将某种低聚糖加入糖浆、饮料或奶粉中，做回收率实验，回收率应在90~104%范围内。
- 2.9 正相氨基色谱柱转换为反相氨基色谱柱的步骤以产品说明书为准。

【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/mL	≤1000	GB 4789. 2
大肠菌群，MPN/mL	≤0. 43	GB 4789. 3 “MPN计数法”
霉菌和酵母，CFU/mL	≤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
左旋肉碱，g/100mL	≥1. 48	1 左旋肉碱的测定
芦荟苷，mg/100mL	30. 5~61. 0	2 芦荟苷的测定

- 1 左旋肉碱的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版）中“保健食品中肉碱的测定”）
- 1.1 范围
- 本方法规定了片剂、胶囊保健食品中肉碱的测定方法。

本方法适用于以肉碱为主要原料的片剂、胶囊中肉碱的测定。

本方法最低检出量为0.27 μ g。

本方法最佳线性范围：0.050mg/mL~2.0mg/mL。

1.2 原理：试样中的肉碱以0.5mmol/L的盐酸超声提取，反相色谱分离，与标准品的保留时间比较定性，以峰面积外标法定量。

1.3 试剂

除特殊说明，所用试剂均为分析纯；实验用水为去离子水或同等纯度的蒸馏水。

1.3.1 磷酸氢二钾。

1.3.2 辛烷磺酸钠。

1.3.3 0.50mmol/L盐酸。

1.3.4 肉碱标准溶液：精密称取干燥至恒重的肉碱标准品（含量98%）0.0200g，用0.50mmol/L盐酸溶解并定容为10.0mL，此溶液浓度为2.0mg/mL。

1.4 仪器

1.4.1 HPLC系统：配有紫外检测器和色谱工作站。

1.4.2 超声波提取器。

1.4.3 溶剂微孔过滤器带0.45 μ m水相滤膜。

1.5 分析步骤

1.5.1 试样预处理：准确称取粉碎并混合均匀的试样0.50g（含肉碱约40mg）；液体试样取5.0mL，于50mL容量瓶中，加入0.50mmol/L盐酸约35mL，超声提取10min，用0.50mmol/L盐酸定容，混匀，过滤，弃初滤液数毫升，收集滤液，过0.45 μ m水相滤膜，为试样处理液。供HPLC分析。

1.5.2 试样分析

1.5.2.1 色谱条件：Shim-pakCLC ODS柱，4.6 $\times$ 200mm，10 μ m。

1.5.2.2 流动相：0.05mol/L（3.4g）磷酸氢二钾溶液，0.002mol/L辛烷磺酸钠；10%乙腈；pH2.5。

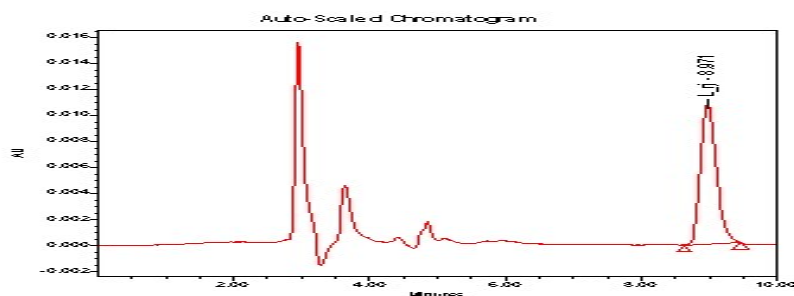
1.5.2.3 流速：0.8mL/min。

1.5.2.4 检测器：紫外检测器；检测波长210nm。

1.5.3 标准曲线：分别取标准溶液0.0、0.25、0.50、1.0、2.0、2.5、5.0mL标准溶液（1.3.4）于5mL比色管中；用0.50mmol/L盐酸稀释并定容为5.0mL，分别进样20 μ L进行色谱分析。用标准浓度-峰面积绘制标准曲线。

1.5.4 试样测定：取20 μ L试样处理液（1.5.1）注入色谱仪中，以保留时间定性，面积定量。

1.5.5 色谱图



1.5.6 分析结果表述：试样中肉碱的含量按5.6.1式计算

1.5.6.1 计算

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

式中：

X—试样中肉碱的含量，mg/g；

m—试样质量，g；

C—试样处理液中肉碱的浓度，mg/mL；

V—试样处理液体积，mL。

1.5.6.2 结果表示：结果保留三位有效数字。

1.6 技术参数：重复测定值的RSD小于6.0%。

回收率：90.3~101.1%。

2 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））

2.1 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 $r=0.9999$

2.2 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。

2.3 试剂

2.3.1 甲醇：色谱纯。

2.3.2 水：重蒸水。

2.3.3 芦荟苷标准品：纯度≥98%。

2.3.4 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。

2.4 仪器

2.4.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器。

2.4.2 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。

2.4.3 超声波清洗器。

2.4.4 C₁₈净化富集柱：C₁₈预柱，装量0.5g，分配型。

2.4.5 离心机：3000r/min。

2.5 色谱分离条件

2.5.1 流动相：甲醇+水=55+45。

2.5.2 流速：1mL/min。

2.5.3 柱温：40℃。

2.5.4 检测波长：293nm。

2.5.5 灵敏度：0.016AUFS。

2.5.6 进样量：10μL。

2.6 分析步骤

2.6.1 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。

2.6.2 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。

2.7 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。

2.8 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“口服溶液剂 口服混悬剂 口服乳剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 芦荟汁：应符合QB/T 2489《食品原料用芦荟制品》的规定。
2. 低聚果糖：应符合GB/T 23528《低聚果糖》的规定。
3. 左旋肉碱盐酸盐

项 目	指 标
来源	左旋肉碱、盐酸
制法	经脱色、压滤、减压蒸馏（-0.09~-0.10MPa）、分散结晶、离心分离、真空干燥（70~90℃，-0.09~-0.10MPa）、包装等主要工艺制成。
感官要求	白色晶型粉末
溶解性	易溶于水
比旋度	-21.5~-23.5°（10%水溶液）
含量，%	100±2
pH值	2.5~2.9（10%水溶液）
水分，%	≤2.0
灼烧残留，%	≤0.5
氯，%	17.0~18.5
砷，ppm	≤2

4. 维生素C（L-抗坏血酸）：应符合GB 14754《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素C（抗坏血酸）》的规定。
5. 维生素B₁（盐酸硫胺素）：应符合GB 14751《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素B₁（盐酸硫胺）》的规定。
6. 维生素B₂（核黄素）：应符合GB 14752《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素B₂（核黄素）》的规定。
7. 维生素B₆（盐酸吡哆醇）：应符合GB 14753《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素B₆（盐酸吡哆醇）》的规定。
8. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
9. 羧甲基纤维素钠：应符合GB 1886.232《食品安全国家标准 食品添加剂 羧甲基纤维素钠》的规定。
10. 阿斯巴甜（含苯丙氨酸）：应符合GB 1886.47《食品安全国家标准 食品添加剂 天门冬酰苯丙氨酸甲酯（又名阿斯巴甜）》的规定。
