

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20120434

碧迪牌芦荟决明子西洋参胶囊

- 【原料】 芦荟全叶烘干粉、决明子提取物、西洋参提取物
- 【辅料】 硬脂酸镁
- 【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（PVC）应符合YBB00212005的规定，药品铝箔应符合YBB00152002的规定。
- 【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

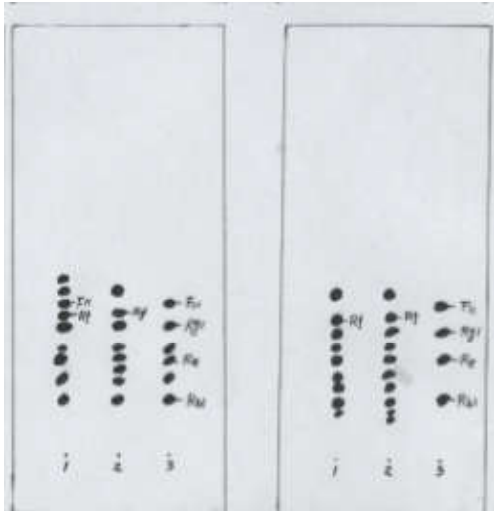
项 目	指 标
色泽	内容物呈棕黄色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味
状态	硬胶囊，完整光洁，无破损，内容物为粉末，无肉眼可见外来杂质

- 【鉴别】
- 1 人参、西洋参（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版）中“保健食品中植物类功效成分鉴别试验方法”）
- 1.1 供试液制备
- 1.1.1 固体试样
- 1.1.1.1 片剂及不含油的胶囊：称取研细的试样2g置于具塞锥形瓶中，加三氯甲烷40mL，置水浴上加热回流1h，弃去三氯甲烷液，药渣挥干残留溶剂，加水0.5mL搅匀湿润后，加水饱和的正丁醇10mL，超声处理30min，吸取上清液，加氨试液（400→1000）3倍量，摇匀，放置分层，取上层液蒸干，加甲醇溶解使成1mL，作为供试品溶液。
- 1.1.1.2 含油胶囊：称取试样2g置于折叠滤纸上，用石油醚分数次洗去油脂，再将滤纸上的试样转入具塞锥形瓶中，自“加三氯甲烷40mL”起同上操作。
- 1.1.2 液体试样：取样液10mL，加水饱和正丁醇20mL，振摇提取，分取正丁醇层，加氨试液（400→1000）3倍量，摇匀，放置分层，取上层液蒸干，加甲醇溶解使成1mL，作为供试品溶液。
- 1.2 对照液制备：取人参或西洋参对照药材约1g，依上法同样处理，为药材对照液。另取人参皂苷Rb1、Re、Rg1、F11对照品，加甲醇溶解，使成每1mL各含2mg的混合溶液，作为对照品溶液。
- 1.3 薄层板：硅胶G自制板，5×20cm，厚度300～500μm。
- 1.4 点样：供试液2～10μL，对照液2μL，点样后的薄层板置硅胶干燥器中过夜。
- 1.5 展开剂：三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15:40:22:10）置于100mL具塞量筒中混匀，置4℃冰箱中放置，待分层至上层体积为5mL时，将上层液体吸出，弃去，摇匀后使用。
- 1.6 展开方式：展开槽内加入展开剂10mL，槽内用硫酸控制相对湿度为42%（硫酸57mL+水100mL）。室温

25℃，平衡15min后，上行展开12~14cm，取出挥干溶剂。

1.7 显色：硫酸乙醇溶液（1→10）105℃加热数分钟至斑点显色清晰，分别置日光和紫外光灯（365nm）下观察。

1.8 色谱识别：供试品的可见光色谱及荧光色谱与对照药材色谱基本相符，主斑点自下而上为Rb₁、Re、Rg₁。西洋参用与人参相同方法制备供试液，在薄层色谱上，西洋参含有的人参皂苷F₁₁，人参不含，而人参含有的人参皂苷Rf，西洋参不含，可作为人参与西洋参鉴别的依据，人参皂苷Rf位于Rg₁的上方，F₁₁位于人参皂苷Rf的上方。



1. 二参含片（含人参、西洋参）
2. 人参对照药材
3. 西洋参对照药材
1. 虎哥牌生力胶囊（含人参）
2. 人参对照药材
3. 人参皂苷Rb₁、Re、Rg₁、F₁₁

2 芦荟（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版）中“保健食品中植物类功效成分鉴别试验方法”）

2.1 供试液制备（固体试样或胶囊）：取本品粉末2g，加甲醇30mL至水浴上加热至沸，振摇数分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。

2.2 对照液制备：取芦荟苷对照品，加甲醇制成每1mL含5mg的溶液，作为对照品溶液。

2.3 薄层板：硅胶G自制板，厚度500μm。

2.4 点样：供试品溶液与对照品溶液分别点样1~2μL。

2.5 展开剂：乙酸乙酯-甲醇-水=100:17:13。

2.6 展开方式：上行10cm。

2.7 显色：喷10%氢氧化钾甲醇溶液，置紫外灯365nm下检视。

2.8 色谱识别：供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上显相同颜色的荧光斑点。

【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
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤8.0	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	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19

【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, mg/100g	180~250	1 芦荟苷的测定
总蒽醌（以1,8-二羟基蒽醌计）, g/100g	0.1~0.4	2 总蒽醌的测定

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≥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×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℃。

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 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 μ m）过滤，芦荟汁饮料直接经0.45 μ m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 μ L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

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

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。

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%。

2 总蒽醌的测定

2.1 仪器

2.1.1 分析天平：感量0.00001g。

2.1.2 721型分光光度计。

2.1.3 水浴锅。

2.1.4 刻度吸管。

2.2 试剂

2.2.1 1,8-二羟基蒽醌对照品：购自中国食品药品检定研究院。

2.2.2 5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱液：10%氢氧化钠溶液与4%氢氧化铵溶液等量混合。

2.2.3 标准溶液：精密称取1,8-二羟基蒽醌对照品25mg，置200mL容量瓶中，用乙醚溶解并稀释至刻度，摇匀，备用。

2.2.4 氯仿。

2.2.5 乙醚。

2.2.6 5N硫酸。

2.2.7 蒸馏水。

2.3 标准曲线的绘制：精密量取上述标准溶液1、2、3、4、5mL，分别置于25mL容量瓶中，在水浴上挥尽乙醚，放凉，分别加5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱液至刻度，摇匀，以5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱液为空白对照，在520nm波长处，以1cm比色杯测定吸光度值，用回归法求标准曲线方程。

2.4 供试品溶液的制备及含量测定：取样品50粒，倾出内容物，精密称定内容物3g于250mL烧瓶中，加5N硫酸45mL，水浴加热水解2h，加入氯仿40mL，萃取3次（40、30、30mL），萃取液用蒸馏水洗涤2次（20、20mL），再用5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱液振摇萃取4次（30、20、20、20mL），合并萃取液，用氯仿洗涤数次至氯仿层无色，弃去氯仿层，用5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱液定容至100mL，摇匀，以5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱液为空白对照，在520nm波长处，以1cm比色杯测定吸光度值，由线性方程计算即得供试品溶液的浓度。

2.5 结果计算

$$X = \frac{C \times V}{m \times 10}$$

式中：

X—试样中总蒽醌的含量（以1,8-二羟基蒽醌计），g/100g；

C—由线性方程计算得供试品溶液中总蒽醌的浓度，mg/mL；

V—试样稀释体积，100mL；

m—试样质量，g。

【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. 芦荟全叶烘干粉：应符合QB/T 2489《食品原料用芦荟制品》的规定。

2. 决明子提取物

项 目	指 标
来源	决明子 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（8倍量70%乙醇74±6℃回流提取2次，每次1h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度160～180℃，排风温度80～85℃）、粉碎，过筛、包装等主要工艺制成。
提取率，%	8～10
感官要求	棕色粉末
目数	80
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
总蒽醌（以1,8-二羟基蒽醌计），%	0.4～1.6
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
砷（以As计），mg/kg	≤1.0
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
农药残留	不得检出
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

3. 西洋参提取物

项 目	指 标
来源	西洋参 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（12倍量70%乙醇74±6℃回流提取2次，每次3h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度150～170℃，排风温度75～85℃）、粉碎、过筛、包装等主要工艺制成。
感官要求	棕色粉末
目数	80
提取率，%	18～20
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤8.0
总皂苷，%	≥20.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
砷（以As计），mg/kg	≤1.0
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3

农药残留	不得检出
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

4. 硬脂酸镁、明胶空心胶囊：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
