

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20100284

健民牌珍珠芦荟胶囊

【原料】 红景天、白芍、芦荟（经辐照）、珍珠粉（经辐照）

【辅料】 硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经辐照灭菌（粉碎后的芦荟粉、珍珠粉，⁶⁰Co，6KGy）、提取（8倍量70%乙醇回流提取3次，每次2h）、过滤、浓缩、减压干燥（70℃，0.08MPa）、粉碎、过筛、混合、制粒、装囊、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】 聚氯乙烯固体药用硬片应符合YBB00212005的规定。药用铝箔应符合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	内容物呈浅棕色至棕褐色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，无破裂；内容物为颗粒，有部分细粉
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
水分，g/100g	≤9.0	GB 5009.3
灰分，g/100g	≤5.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30	《中华人民共和国药典》

总砷(以As计), mg/kg	≤1.0	GB 5009.11
铅(以Pb计), mg/kg	≤1.0	GB 5009.12
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.3	GB 5009.17
六六六, mg/kg	≤0.10	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.10	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
总皂苷(以人参皂苷Re计), g/100g	≥1.0	1 总皂苷的测定
芦荟苷, g/100g	1.0~1.8	2 芦荟苷的测定
总蒽醌, g/100g	0.2~0.5	3 总蒽醌的测定

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，用水浴溶解残渣，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 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： 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 μ m。

2.4.3 超声波清洗器。

2.4.4 C_{18} 净化富集柱： C_{18} 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：10 μ L。

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（0.45 μ m）过滤，芦荟汁饮料直接经0.45 μ m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。

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）；

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%。

3 总蒽醌的测定

3.1 试剂

3.1.1 乙酸乙酯：分析纯。

3.1.2 乙醚：分析纯。

3.1.3 10%氢氧化钠溶液：取10g氢氧化钠，加水溶解至100mL，摇匀。

3.1.4 4%氨溶液：取4mL浓氨水，加水稀释至100mL，摇匀。

3.1.5 混合碱溶液：取等体积的10%氢氧化钠溶液和4%氨溶液混合。

3.1.6 10%盐酸溶液：取10mL浓盐酸，加水稀释成100mL，摇匀。

3.2 仪器：紫外分光光度计。

3.3 1,8-二羟基蒽醌对照品溶液的制备：精密称取1,8-二羟基蒽醌对照品适量，加乙酸乙酯制成每1mL含0.4mg的溶液，即得。

3.4 标准曲线的制备：精密吸取对照品溶液0.00、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL，置于25mL比色管中，加混合碱溶液至刻度，混匀，于暗处放置30min。同时精密吸取乙酸乙酯1mL，置25mL比色管中，加混合碱溶液至刻度，混匀，于暗处放置30min，以此溶液为空白，在515nm波长处测定吸光度值，以吸光度值为纵坐标，对照品溶液的浓度为横坐标，绘制标准曲线。

3.5 试样制备：取约0.2g试样，精密称定，置100mL具塞锥形瓶中，精密加入甲醇100mL，称定重量，水浴回流40min，放冷，称定重量，用甲醇补足减失的重量，过滤，精密吸取续滤液25mL，置具塞锥形瓶中，蒸干，加入10%盐酸溶液30mL，沸水浴回流60min，放冷，乙醚振摇提取3次，每次30mL，合并乙醚液，加水洗涤2次，每次10mL，弃去水层，取乙醚液蒸干，加混合碱溶液18mL使溶解，沸水浴回流30min，取出，立即冷却至室温，置25mL容量瓶中，用少量混合碱溶液分次洗涤容器，洗液并入同一容量瓶中，加混合碱溶液至刻度，摇匀，即得供试品溶液。

3.6 测定：取供试品溶液在515nm波长处测定吸光度值，从标准曲线上读出供试品溶液中1,8-二羟基蒽醌的含量，计算，即得。

3.7 结果计算

$$X = \frac{C_{\text{样}} \times V_1}{m \times 1000} \times \frac{V_3}{V_2} \times 100$$

式中：

X—试样中总蒽醌的含量（以1,8-二羟基蒽醌计），g/100g；

m—样品称取量，g；

$C_{\text{样}}$ —供试品溶液中总蒽醌的浓度，mg/mL；

V_1 —甲醇的体积，mL；

V_2 —过滤后吸取续滤液的体积，mL；

V_3 —测定吸光度之前供试品溶液的体积，mL。

【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. 红景天：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. 芦荟（经辐照）：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
4. 珍珠粉（经辐照）：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
5. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

确认打印

显示Office编辑区

返回上一页修改