

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20100462

佑三牌当归火麻仁芦荟胶囊

- 【原料】 芦荟全叶干粉(经辐照)、火麻仁提取物、当归提取物
- 【辅料】 硬脂酸镁
- 【生产工艺】 本品经辐照灭菌（5KGy，⁶⁰Co）、过筛、混合、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】 口服固体药用高密度聚乙烯瓶应符合YBB00122002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	内容物呈棕色
滋味、气味	具本品应有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，无粘结、无变形、无破裂；内容物为粉末
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），mg/100g	285~298	1 总蒽醌的测定
水分，%	≤8.0	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	≤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	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.1	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 仪器：721型分光光度计，水浴锅。
- 1.3 试剂
 - 1.3.1 标准溶液：精密称取1,8-二羟基蒽醌对照品8mg，加冰乙酸溶解，定容至10.0mL，临用时再加冰乙酸稀释10倍。
 - 1.3.2 混合酸溶液：25%的盐酸溶液2mL加冰乙酸18mL。
 - 1.3.3 混合碱溶液：取等体积的10%氢氧化钠溶液和4%的氨溶液混合。
 - 1.3.4 乙醚：AR。
- 1.4 标准曲线的绘制：精密吸取含蒽醌80μg/mL标准溶液0.00、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL于25mL比色管中，加混合碱溶液至刻度，混匀，暗处放置30min。以混合碱溶液为空白，1cm比色皿在525nm波长处，分别测定吸光度。
- 1.5 样品测定：精密称取0.5g样品置于100mL烧瓶中，加混合酸溶液24mL，在沸水浴中回流15min，放冷，加乙醚30mL提取，提取液通过脱脂棉滤入分液漏斗中，继续用乙醚洗涤残渣2次，每次5mL，合并洗脱液。残渣再加混合酸16mL，在沸水浴中回流15min，放冷，用乙醚20mL提取，并用乙醚洗涤残渣2次，每次5mL，合并乙醚液于分液漏斗中。分别用水30mL、20mL振摇洗涤2次，弃去水洗液，乙醚液用混合碱50mL、20mL、20mL提取3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至100mL锥形瓶中，称重(准确至0.01g)置沸水浴中回流30min，取出，立即冷却至室温，称重，补加10%氨水溶液到原来的重量，混匀，分别测定吸光度。
- 1.6 结果计算

$$X = \frac{A \times 100 \times 100}{m \times 1000}$$

式中：

- X—样品中总蒽醌含量（以1,8-二羟基蒽醌计），mg/100g；
 A—样品相当于标准系列的浓度，μg/mL；
 m—样品取样量，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	≤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
芦荟苷, mg/100g	70~150	1 芦荟苷的测定

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：0~100μg/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：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。

1.4.3 超声波清洗器。

1.4.4 C₁₈净化富集柱：C₁₈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：10μL。

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（0.45μm）过滤，芦荟汁饮料直接经0.45μm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。

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%。

【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. 芦荟全叶干粉（经辐照）：应符合QB/T 2489《食品用芦荟制品》的规定。

2. 当归提取物

项 目	指 标
来源	Angeica sinensis 当归根 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（8、6、6倍量水100℃煮沸提取3次，每次1h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度140~160℃，出风温度85℃~90℃，3h以内出干粉）、粉碎、过筛、混合等主要工艺加工制成。
提取率（或得率）	10:1
感官要求	棕黄色粉末
藁本内酯，%	≥1
水分，%	≤5
灰分，%	≤5
粒度	98%通过80目
铅（以Pb计），mg/kg	≤2
总砷（以As计），mg/kg	≤1
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
溶剂残留	未检出
农药残留	未检出
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	不得检出
沙门氏菌	不得检出

4. 火麻仁提取物

项 目	指 标
来源	Fructus Cannabis 火麻仁籽 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（8、6、6倍量水100℃煮沸提取3次，每次1h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度140~160℃，出风温度85℃~90℃，3h以内出干粉）、粉碎、过筛、混合等主要工艺加工制成。
提取率（或得率）	10:1
感官要求	棕色粉末
黄酮，%	≥5
水分，%	≤5
灰分，%	≤5
粒度	98%通过80目
铅（以Pb计），mg/kg	≤2
总砷（以As计），mg/kg	≤1
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.5
溶剂残留	未检出
农药残留	未检出
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50

金黄色葡萄球菌	不得检出
沙门氏菌	不得检出

4. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
