

附2

国家市场监督管理总局 保健食品产品技术要求

国食健注G20200465

奥诺康[®]火麻仁当归芦荟胶囊

【原料】 火麻仁、当归、库拉索芦荟全叶冻干粉

【辅料】 无

【生产工艺】 本品经提取（加10倍量水煎煮2次，每次1.5h）、浓缩、减压干燥（65℃，-0.085MPa）、粉碎、混合、制粒、干燥、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】 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	内容物呈棕褐色至黑褐色
滋味、气味	具中药气味，微苦，无异味
性状	硬胶囊，外观整洁，无粘结、变形或破裂等现象；内容物为颗粒和粉末
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【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
水分，%	≤9	GB 5009.3
灰分，%	≤12	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	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
总蒽醌(以1,8-二羟基蒽醌计), mg/100g	50~250	1 总蒽醌的测定

1 总蒽醌的测定

1.1 仪器: 紫外可见分光光度计; 带冷凝管的加热回流装置。

1.2 试剂

1.2.1 氯仿: 分析纯。

1.2.2 5mol/L硫酸。

1.2.3 1,8-二羟基蒽醌对照品: 中国食品药品检定研究院。

1.2.4 5%氢氧化钠+2%氢氧化铵(1+1)混合碱液。

1.2.5 1,8-二羟基蒽醌对照品贮备液: 准确称取1,8-二羟基蒽醌对照品5.8mg, 置于50mL量瓶中, 用混合碱液溶解, 充分混匀, 再用混合碱液稀释至刻度, 配成0.116mg/mL贮备液。

1.3 样品处理: 准确称取均匀的样品粉末0.5g, 置于200mL带冷凝管的锥形瓶中, 加5mol/L硫酸40mL, 加热回流水解2h, 稍冷, 加氯仿30mL, 水浴加热回流水解1h, 分离出氯仿液, 水浴加热回流水解30min, 分离出氯仿液, 再加氯仿20mL, 如此反复, 提取至氯仿无色为止, 收集氯仿提取液过滤, 将滤液移至容量瓶中, 用氯仿定容至刻度(V_1)摇匀, 精密吸取10mL(V_2)至分液漏斗中, 用混合碱液(每次5mL)萃取至无色, 将萃取液移至50mL量瓶中, 用混合碱液调至刻度。

1.4 标准曲线绘制: 精密吸取上述对照品贮备液1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL, 分别置于50mL量瓶中, 加混合碱液至刻度, 摇匀, 20min后以混合碱液作空白对照, 于530nm测定和记录相应的吸光度值, 以1,8-二羟基蒽醌的质量为横坐标, 吸光度值为纵坐标绘制标准曲线。计算, 即得样品中总蒽醌的含量。

1.5 结果计算:

$$X = \frac{A \times V_1 \times 100}{m \times V_2}$$

式中:

X—样品中总蒽醌含量, mg/100g;

A—样液比色相当于标准品质量, mg;

V_1 —氯仿提取液总体积, mL;

V_2 —氯仿测定液体积, mL;

m—样品质量, 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, g/100g	0.2~0.8	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： $0 \sim 100 \mu\text{g}/\text{mL}$ $y=1124194x+3215$ ；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100 mL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 μL 。

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 μm ）过滤，芦荟汁饮料直接经0.45 μm 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 μL 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. 库拉索芦荟全叶冻干粉：应符合QB/T 2489《食品原料用芦荟制品》的规定。

2. 火麻仁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

3. 当归：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
