

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20110532

悦康牌芦荟火麻仁胶囊

【原料】

低聚木糖、火麻仁提取物、芦荟全叶干粉（经辐照）、决明子提取物

【辅料】 硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经辐照灭菌（芦荟全叶干粉，⁶⁰Co，5kGy）、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】 塑料瓶应符合YBB00122002的规定；瓶口密封垫片应符合YB B00152005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	具本品固有的滋味、气味，无异味
状态	硬胶囊，内容物为粉末，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
总蒽醌（以1，8-二羟基蒽醌计），mg/100g	60~110	1 总蒽醌的测定
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤7.0	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 仪器：分光光度计。

1.2 试剂

1.2.1 对照品溶液的制备：精密称取1，8-二羟基蒽醌25.0mg，加冰醋酸溶解并稀释至50mL。

1.2.2 混合酸溶液：25%盐酸溶液2mL，加冰醋酸18mL。

1.2.3 混合碱溶液：取等量的10%氢氧化钠溶液和4%氨溶液混合。

1.3 样品测定：精密称取25mg样品置于100mL圆底烧瓶中，加混合酸溶液6mL，混匀，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，残渣再加混合酸4mL，在沸水浴中回流15min，放冷，加乙醚20mL提取，并用乙醚洗涤残渣2次，每次5mL，合并乙醚液，用水30、20mL振摇洗涤2次，弃去水洗液，乙醚液用混合碱溶液50、20、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，混匀，取约50mL置100mL锥形瓶中，称重（准确至0.01g），置沸水浴中回流30min，取出，迅速冷却至室温，称重，补加10%氨溶液到原来的重量，混匀即得。同时精密量取对照品溶液2.0mL，置100mL容量瓶中，加混合碱溶液稀释至刻度，混匀，即得，于暗处放置30min备用。以混合碱溶液为空白，在525nm波长处分别测定吸光度值。

1.4 结果计算

$$X = \frac{E_1}{W \times 10 \times E} \times 100\%$$

式中：

X—样品中总蒽醌含量（以1，8-二羟基蒽醌计），%；

E₁—样品的吸光度值；

E—对照溶液的吸光度值；

W—样品重量，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	≤1000	GB 4789.2
大肠菌群，MPN/g	≤0.92	GB 4789.3 MPN计数法
霉菌，CFU/g	≤25	GB 4789.15
酵母，CFU/g	≤25	GB 4789.15
致病菌（指沙门氏菌、志贺氏		

菌、金黄色葡萄球菌和溶血性链球菌)	不得检出	GB 4789.4、GB 4789.5、GB 4789.10、GB 4789.11
-------------------	------	---

【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	105~175	1 芦荟苷的测定
低聚木糖（以木糖计），g/100g	≥37	1 低聚木糖的测定

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 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。

1.2 试剂

1.2.1 甲醇：色谱纯。

1.2.2 水：重蒸水。

1.2.3 芦荟苷标准品：纯度≥98%。

1.2.4 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。

1.3 仪器

1.3.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器。

1.3.2 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。

1.3.3 超声波清洗器。

1.3.4 C₁₈净化富集柱：C₁₈预柱，装量0.5g，分配型。

1.3.5 离心机：3000r/min。

1.4 色谱分离条件

1.4.1 流动相：甲醇+水=55+45。

1.4.2 流速：1mL/min。

1.4.3 柱温：40℃。

1.4.4 检测波长：293nm。

1.4.5 灵敏度：0.016AUFs。

1.4.6 进样量：10μL。

1.5 分析步骤

1.5.1 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。

1.5.2 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。

1.6 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。

1.7 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 低聚木糖的测定

2.1 试剂

- 2.1.1 4mol/L硫酸: 98%硫酸用水稀释而成, 并标定校准浓度。
- 2.1.2 40%氢氧化钠: 取40.0g氢氧化钠, 加入100mL水溶解即可。
- 2.1.3 无水乙醇 (AR)
- 2.1.4 乙腈 (色谱级)
- 2.1.5 0.45 μ m水相过滤膜

2.2 仪器

- 2.2.1 高压液相系统: 附515高压泵、7725进样阀、柱温箱、2414示差折光检测器、色谱工作站
- 2.2.2 真空泵或电吹风

2.3 色谱条件

- 2.3.1 色谱柱: Waters Carbohydrate High Performance, 4 μ m, 4.6 $\times$ 250mm, Cartridge
- 2.3.2 流动相: 乙腈-水=75:25 (v/v)
- 2.3.3 流速: 1.0mL/min
- 2.3.4 柱温: 35 $^{\circ}$ C
- 2.3.5 示差检测器温度: 35 $^{\circ}$ C
- 2.3.6 进样量: 20.0 μ L

2.4 样品水解前上机测定溶液 (M_1) 制备: 取约1.0g样品于50.0mL小烧杯中, 加10.0mL水溶解样品, 并转入50.0mL容量瓶中, 再加水5.0mL洗涤烧杯并全部转入容量瓶中, 最后用无水乙醇定容至刻度, 摇匀离心 (4000r/min离心10min), 取上清液15.0mL于小烧杯中用电吹风 (不大于50 $^{\circ}$ C) 吹, 赶尽乙醇, 用水溶解并定容至15.0mL, 即得。

2.5 样品水解后上机测定溶液 (M_2) 制备: 取10.0mL于水解管中, 加入4mol/L硫酸1.80mL, 摇匀, 于100 $^{\circ}$ C水解2h, 冷却, 用40% NaOH中和 (pH值5~7), 加水定容至25.0mL容量瓶中, 摇匀。取上清液2.0mL, 用无水乙醇定容至10.0mL, 摇匀, 离心。取上清液8.0mL于小烧杯中, 电吹风吹干, 加水溶解, 定容至2.0mL, 用0.45 μ m水相膜过滤, 即得。

2.6 标准溶液的制备: 取木糖 (纯度为99.5%) 75.0mg于25.0mL容量瓶中, 用水定容至刻度, 摇匀, 制成浓度为3.0mg/mL的木糖标准溶液, 备用。

2.7 上机测定: 样品体积 V_1 (mL) =50mL, V_2 (mL) =156.25mL。

2.8 结果计算

$$X = M_2 - M_1 = A_{spl}/A_{std} \times C_{std} \times V_2 \times 10^{-3}/W \times 100 - A_{spl}/A_{std} \times C_{std} \times V_1 \times 10^{-3}/W \times 100$$

式中:

X —样品中低聚木糖的含量 (以木糖计), g/100g;
 M_1 —样品水解前低聚木糖的含量, g/100g;
 M_2 —样品水解后低聚木糖的含量, g/100g;
 A_{spl} —样品溶液的木糖峰面积;
 A_{std} —标准溶液的木糖峰面积;
 C_{std} —标准溶液木糖浓度, mg/mL;
 V_1 —水解前稀释体积, mL;

V_2 —水解后稀释体积，mL；

W—样品重量，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. 低聚木糖：应符合QB/T 2984《低聚木糖》的规定。

2. 火麻仁提取物

项 目	指 标
来源	火麻仁饮片 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经净选、提取（8倍量60%乙醇回流提取2次，每次2h）、过滤、减压回收乙醇至无醇味、浓缩、真空干燥（0.08MPa，70～80℃）、粉碎、过筛等工艺制成
提取率，%	16%
感官要求	棕黄色粉末状，具有本品特殊的滋味、气味
总黄酮，%	≥ 0.5
水分，%	≤ 5.0
灰分，%	≤ 5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤ 0.5
砷（以As计），mg/kg	≤ 0.3
汞（以Hg计），mg/kg	≤ 0.3
菌落总数，CFU/g	≤ 1000
霉菌和酵母，CFU/g	≤ 50
大肠杆菌	不得检出
致病菌	不得检出

3. 芦荟全叶干粉：应符合QB/T 2489《食品用芦荟制品》的规定。

4. 决明子提取物

项 目	指 标
来源	决明子饮片 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经净选、提取（分别8、6倍量60%乙醇回流提取2次，每次2h）过滤、减压回收乙醇至无醇味、浓缩、真空干燥（0.08MPa，70～80℃）、粉碎、过筛等工艺制成
得率，%	10
感官要求	棕黄色粉末状，具有本品特殊的滋味、气味
大黄酚，%	≥ 0.08
水分，%	≤ 5.0
灰分，%	≤ 5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤ 0.5
砷（以As计），mg/kg	≤ 0.3

汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠杆菌	不得检出
致病菌	不得检出

5. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 明胶空心胶囊：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
