

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20100271

长兴牌芦荟软胶囊

- 【原料】 原色全叶芦荟冷冻干燥粉
- 【辅料】 大豆油、蜂蜡、明胶、纯化水、甘油、二氧化钛、柠檬黄、胭脂红
- 【生产工艺】 本品经过筛、混合、均质、过滤、压丸、干燥、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；干燥剂应符合YBB00122005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	囊皮呈类白色，内容物呈棕褐色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味
性状	软胶囊，完整光洁，无粘结、变形、漏囊等现象；内容物为膏状物
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	24~45	1 总蒽醌的测定
灰分，%	≤6	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
酸价，mgKOH/g	≤4.0	GB 5009.229
过氧化值，meq/kg	≤10	GB 5009.227
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
胭脂红, mg/kg	≤0.1	GB 5009.35
柠檬黄, mg/kg	≤0.1	GB 5009.35
六六六, mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19
黄曲霉毒素B ₁ , μg/kg	≤10	GB 5009.22

1 总蒽醌的测定

1.1 原理：样品用甲醇提取，经酸解氧化，使结合态的蒽醌分解为游离态，使还原态的蒽酚、蒽酮、二蒽酮等蒽醌类化合物氧化成氧化态，再经乙醚提取，用醋酸镁甲醇液显色测定。

1.2 仪器：分光光度计。

1.3 试剂

1.3.1 甲醇。

1.3.2 过氧化氢(30%)。

1.3.3 盐酸($V_{\text{盐酸}}:V_{\text{水}}=1:1$)。

1.3.4 醋酸镁甲醇溶液(0.5g/100mL)。

1.3.5 1,8-二羟基蒽醌对照品溶液(0.1mg/mL)：准确称取经干燥器恒重的对照品10mg，加甲醇溶解并定容于100mL容量瓶中。

1.4 样品溶液的制备：取10~20粒胶囊内容物或相当量的样品研磨混匀，准确称取0.200~0.500g，置于150mL三角瓶中，准确加入50.0mL甲醇，90℃水浴回流1h，放冷，过滤。取2.00~10.00mL滤液(相当于20~150μg蒽醌)，置于150mL三角瓶中，蒸干，加20mL水溶解，加3.0mL30%过氧化氢、0.50mL盐酸($V_{\text{盐酸}}:V_{\text{水}}=1:1$)，于90℃水浴回流30min，放冷，用乙醚提取2~3次(20、20、15mL)，合并乙醚提取液，水洗2次(10、10mL)，弃水液，取醚液挥干，残渣加醋酸镁甲醇液溶解，定容10.0mL，摇匀，即得。

1.5 标准曲线的绘制：吸取1,8-二羟基蒽醌对照液0.0、0.20、0.50、1.00、1.50mL，置于10mL比色管中，加醋酸镁甲醇液至10.0mL，摇匀，用1cm比色皿，于510nm波长处测定吸光度值。绘制标准曲线。

1.6 样品测定：取样品溶液，以试剂空白为参比，用1cm比色皿，于510nm波长处测定吸光度值。

1.7 结果计算

$$X = \frac{C \times V_1 \times V_3}{V_2 \times m \times 1000} \times 100$$

式中：

X—样品中总蒽醌的含量(以1,8-二羟基蒽醌计)，mg/100g；

C—由标准曲线算得被测溶液中总蒽醌的浓度，μg/100g；

m—样品称样重量，g；

V_1 —加入甲醇体积，mL；

V_2 —吸取滤液体积，mL；

V_3 —定容体积，mL。

【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, g/100g	1.3~2.5	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： $0 \sim 100 \mu\text{g/mL}$ $y=1124194x+3215$ ；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）；

A_1 —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. 原色全叶芦荟冷冻干燥粉：应符合QB/T 2489《食品原料用芦荟制品》的规定。
 2. 大豆油：应符合GB/T 1535《大豆油》的规定。
 3. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 4. 明胶：应符合GB 6783《食品安全国家标准 食品添加剂 明胶》的规定。
 5. 甘油：应符合GB 29950《食品安全国家标准 食品添加剂 甘油》的规定。
 6. 蜂蜡：应符合GB 1886.87《食品安全国家标准 食品添加剂 蜂蜡》的规定。
 7. 二氧化钛：应符合GB 25577《食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化钛》的规定。
 8. 柠檬黄：应符合GB 4481.1《食品安全国家标准 食品添加剂 柠檬黄》的规定。
 9. 胭脂红：应符合GB 1886.220《食品安全国家标准 食品添加剂 胭脂红》的规定。
-