

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20110247

美澳健牌大豆异黄酮钙软胶囊

- 【原料】 碳酸钙、大豆异黄酮、维生素E（dl- α -醋酸生育酚）
- 【辅料】 大豆油、明胶、纯化水、甘油、蜂蜡、大豆磷脂、二氧化钛、山梨酸钾
- 【生产工艺】 本品经混合、均质、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】
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	囊皮呈白色，内容物呈黄色
滋味、气味	具本品应有的滋味和气味，无异味
性状	橄榄形软胶囊，表面光滑，无破损；内容物为油状物
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
维生素E, g/kg	6~10	GB 5413.9
灰分, g/100g	≤30.0	GB 5009.4
崩解时限, min	≤60	《中华人民共和国药典》
酸价, mgKOH/g	≤1.5	GB 5009.229
过氧化值, g/100g	≤0.25	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
山梨酸钾, g/kg	≤0.36	GB 5009.28
黄曲霉毒素B ₁ , μg/kg	≤10	GB 5009.22

【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
钙(以Ca计), g/100g	7.5~12.5	GB 5009.92中“第一法 火焰原子吸收光谱法”
大豆异黄酮总量(以大豆苷元、大豆苷、染料木素、染料木苷计), g/100g	≥2.08	1 金雀异黄酮的测定
大豆苷元, g/100g	≥1.8	1 金雀异黄酮的测定
大豆苷, g/100g	≥0.136	1 金雀异黄酮的测定
染料木素, g/100g	≥0.016	1 金雀异黄酮的测定
染料木苷, g/100g	≥0.128	1 金雀异黄酮的测定

1 金雀异黄酮的测定

本方法规定了保健食品和普通食品中金雀异黄酮的高效液相色谱测定方法。

本方法适用于保健食品和普通食品中金雀异黄酮的含量测定。

最低检出限量为: 0.1μg;

本方法最佳线性范围: 1.00~125 μg/mL。

1.1 方法提要

试样经乙醚脱脂, 弃取乙醚后用甲醇水(80+20, v/v)超声提取30分钟, 过0.45μm滤膜、定容后进行液相色谱分析。试样中的金雀异黄酮用C₁₈柱分离, 二极管阵列检测器或紫外检测器(260 nm)测定, 峰面积定量, 外标法计算结果。

1.2 试剂

除特殊说明, 所用试剂均为分析纯(A.R), 水为石英亚沸蒸馏水。

1.2.1 甲醇(色谱纯)。

1.2.2 无水乙醚。

1.2.3 甲醇+水(80+20)。

1.2.4 金雀异黄酮(Genistein)标准品。

1.2.5 0.050 mol/L 醋酸铵, pH 4.6: 准确称取3.85 g 醋酸铵于小烧杯中, 适量水溶解, 转移至1000 m

L 容量瓶中，加水500 mL，加入3.00 mL 冰醋酸，摇匀，加水至容量瓶刻度，摇匀即可。

1.3 仪器

1.3.1 高效液相色谱仪（二极管阵列检测器或紫外检测器）。

1.3.2 超声波清洗器。

1.3.3 离心机 4000 r/min。

1.4 分析步骤

1.4.1 高效液相色谱参考条件

1.4.1.1 色谱柱：不锈钢柱，内径4.6mm，长250mm C₁₈柱，填料粒径10μm。

1.4.1.2 流动相：甲醇+0.05 mol/L乙酸铵，pH 4.6（46+54，v/v）。

1.4.1.3 流量：1.2mL/min。

1.4.1.4 进样量：20.0μL。

1.4.2 试样制备

1.4.2.1 保健食品：准确称取1g试样，加50mL甲醇水（3.3）超声提取30min，上清液抽滤，残渣用甲醇水（3.3）洗，洗液一并抽滤，定容至100.0mL，过0.45 μm滤膜，测定。

1.4.2.2 豆奶粉类食品：准确称取磨碎的豆粉或奶粉类试样5-10 g，用60mL-100 mL乙醚分三次脱脂，弃去乙醚层，加50mL甲醇水（3.3）超声提取30min，上清液抽滤，残渣用甲醇水（3.3）洗，洗涤液一并抽滤，定容后过0.45μm滤膜，测定。

1.4.2.3 各种豆腐：准确称取试样10g，用玻棒搅匀后用60mL乙醚分三次脱脂，加50mL甲醇水（3.3）超声提取30 min，过滤，测量体积后过0.45 μm滤膜，测定。

1.4.2.4 豆腐丝、豆腐干：准确称取试样10g，加无水硫酸钠研磨，转入具塞三角瓶中，加50mL甲醇水（3.3）超声提取30 min，过滤，定容后过0.45 μm滤膜，测定。

1.4.2.5 金雀异黄素储备液：精密称取金雀异黄素标准品10.0mg，用甲醇溶解并定容至10mL。此液为1.0 mg/mL。

1.4.2.6 金雀异黄素应用液：分别取金雀异黄素储备液0.01、0.05、0.10、0.30、0.50、1.25mL，用甲醇定容至10.0 mL（浓度各为1.00、5.00、10.0、30.0、50.0、125μg/mL）。在上述色谱条件下注入标准溶液和试样溶液，以保留时间定性，峰高或峰面积定量，外标法计算。

1.5 分析结果的表述

1.5.1 计算

$$X = \frac{A \times C_i \times V \times K}{A_i \times m}$$

式中：

X—试样中金雀异黄素的含量，mg/kg；

A—试样的峰面积或峰高；

C_i—金雀异黄素标准溶液的浓度，μg/mL；

A_i—标准溶液的峰面积或峰高；

m—试样质量，g；

V—试样定容体积，mL；

K—稀释因子。

1.5.2 结果表示：报告算术平均值的两位有效数。

1.6 允许差

同一实验室，同时测定或重复测定结果的相对偏差不得超过10%。

1.7 准确度

将试样中加入不同浓度的金雀异黄素，做回收率实验，回收率应在85%~110%范围内。

1.8 其它

1.8.1 使用二极管阵列检测器波长设定范围210-400 nm。

1.8.2 可以建立金雀异黄素标准的吸收光谱谱库，测定试样时试样吸收光谱与标准的吸收光谱进行比较，可以克服单靠保留时间定性的不足，增加定性的准确性。

1.8.3 根据色谱峰的峰纯度可以判定是否有干扰物质存在。

1.8.4 在标准储备液中可同时加入黄豆苷（Daidzin），染料木苷（Genistin），黄豆苷原（Daidzein）标准品，黄豆苷，染料木苷，黄豆苷原不干扰金雀异黄素的测定。

【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. 碳酸钙：应符合GB 1886.214《食品安全国家标准 食品添加剂 碳酸钙（包括轻质和重质碳酸钙）》的规定。
- 2. 大豆异黄酮

大豆异黄酮质量要求

项 目	指 标
来源	大豆胚芽
制法	经提取（5倍量80%乙醇溶液76~84℃提取2次，每次2h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度140~190℃，出风温度75~85℃）、粉碎、过筛、混合、包装等主要工艺加工制成。
感官要求	黄色粉末，具有本品特有的滋味
大豆异黄酮，%	≥40.0
粒径	100目
溶解性	溶于乙醇
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
含量，%	40
砷，mg/kg	≤1.0
重金属，mg/kg	≤5.0
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/100g	≤40
霉菌，CFU/g	≤25
酵母，CFU/g	≤25
致病菌(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

- 3. 维生素E（dl-α-醋酸生育酚）：应符合GB 14756《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素E（dl-α-醋酸生育酚）》的规定。
- 4. 大豆油：应符合GB/T 1535《大豆油》的规定。
- 5. 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。
- 6. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 7. 甘油：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 8. 蜂蜡：应符合SB/T 10190《蜂蜡》的规定。
- 9. 大豆磷脂：应符合LS/T 3219《大豆磷脂》的规定，其丙酮不溶物≥65%，乙醚不溶物≤0.3%。
- 10. 二氧化钛：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 11. 山梨酸钾：应符合GB 1886.39《食品安全国家标准 食品添加剂 山梨酸钾》的规定。