

国家食品药品监督管理总局

保健食品产品技术要求

BJG20090173

藏诺牌藏诺培根胶囊

zangnuopaizangnuopeigenjiaonang

【配方】 淫羊藿、骨碎补、杜仲、碳酸钙、大豆提取物、珍珠粉、糊精、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经提取、浓缩、干燥、粉碎、混合、装囊、包装、辐照灭菌等主要工艺加工制成。

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	内容物呈黄白色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，无粘结、无破损；内容物为粉末
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，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤18.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30	《中华人民共和国药典》（2010年版）一部
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5	GB 5009.12
砷（以As计），mg/kg	≤1.0	GB/T 5009.11
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3	GB/T 5009.17
六六六，mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19

【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/100g	≤40	GB/T 4789.3-2003
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、溶血性链球菌)	不得检出	GB 4789.4、GB 4789.5、GB 4789.10、GB/T 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
钙(以Ca计), g/100g	8.25~13.75	GB/T 5009.92中“原子吸收分光光度法”
淫羊藿苷, mg/100g	≥435	1 淫羊藿苷的测定
大豆异黄酮总量, g/100g	≥0.59	2 大豆异黄酮、大豆苷、大豆苷元、染料木苷、染料木素的测定
大豆苷, g/100g	≥0.02	2 大豆异黄酮、大豆苷、大豆苷元、染料木苷、染料木素的测定
大豆苷元, g/100g	≥0.15	2 大豆异黄酮、大豆苷、大豆苷元、染料木苷、染料木素的测定
染料木素, g/100g	≥0.41	2 大豆异黄酮、大豆苷、大豆苷元、染料木苷、染料木素的测定
染料木苷, g/100g	≥0.01	2 大豆异黄酮、大豆苷、大豆苷元、染料木苷、染料木素的测定

1 淫羊藿苷的测定

1.1 原理: 样品经甲醇提取, 根据高效液相紫外检测器定性定量检测。

1.2 试剂

1.2.1 乙腈: 色谱纯

1.2.2 甲醇: 色谱纯

1.2.3 水: 重蒸水

1.2.4 淫羊藿苷标准品: 纯度≥98.0%, 购自中国食品药品检定研究院。

1.2.5 淫羊藿苷标准溶液: 精密称取淫羊藿苷标准品适量, 加甲醇制成每1mL含0.1mg的溶液。

1.3 仪器

1.3.1 高效液相色谱仪: 附紫外检测器(UV)

1.3.2 超声波清洗器

1.4 色谱条件

1.4.1 色谱柱: C₁₈柱, 4.6×200mm。

1.4.2 流动相: 乙腈-水=30:70

1.4.3 检测波长: 270nm

1.4.4 柱温: 室温

1.4.5 流速: 1.0mL/min

1.4.6 进样量: 10μL

1.5 样品处理：取样品10粒，除去胶囊壳，精密称取适量，置于100mL锥形瓶中，加甲醇50mL，超声处理20min，放冷，补足减失的重量，滤过，精密吸取续滤液5mL，置水浴上蒸干，残渣用少量甲醇溶解，转移至10mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，用微孔滤膜（0.45μm）滤过，取续滤液，即得。

1.6 测定：精密吸取对照品溶液与样品溶液各10μL，注入液相色谱仪，测定，以保留时间定性，以样品峰高或峰面积与标准比较定量。

1.7 标准曲线的制备：分别配制浓度为0.00、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10mg/mL淫羊藿苷标准溶液，在1.4项色谱条件下进行液相色谱分析，以峰高或峰面积对浓度作标准曲线。

1.8 结果计算

$$X = \frac{A_1 \times C \times V \times 100}{A_2 \times m \times 1000}$$

式中：

X—样品中淫羊藿苷的含量，mg/100g；

A₁—样品溶液峰高或峰面积；

C—标准溶液浓度，mg/mL；

V—样品定容体积，mL；

A₂—标准溶液峰高或峰面积；

m—样品质量，g。

2 大豆异黄酮、大豆苷、大豆苷元、染料木苷、染料木素的测定

2.1 原理：样品内容物经均匀取样、提取、浓缩等前处理后，采用高效液相色谱法进行定性和定量检测。

2.2 试剂

2.2.1 水：除非另有说明，在分析中仅使用重蒸水

2.2.2 乙腈：色谱纯

2.2.3 甲酸：色谱纯

2.2.4 大豆异黄酮标准溶液：准确称取大豆苷、大豆苷元、染料木苷、染料木素标准品适量，用68%乙腈溶液溶解并配制成含各种大豆异黄酮类成分浓度分别为0.2mg/mL的混合标准溶液。

2.3 仪器

2.3.1 高效液相色谱仪：附DAD紫外检测器

2.3.2 超声波清洗器

2.4 色谱条件

2.4.1 色谱柱：Agilent zorbax SB-反相C18柱，5μm，4.6×250mm。

2.4.2 流动相：0.2%甲酸-乙腈按下表进行梯度洗脱

2.4.3 柱温：25~30℃

时间, min	0.1%甲酸, %	乙腈, %
0	90	10
18	78	22
25	78	22
43	70	30
45	50	50

2.4.4 流速：1.0mL/min

2.4.5 进样量：10~20μL

2.5 样品处理：取20粒以上样品进行粉碎，混匀，根据样品含量，精密称取0.2~2.0g样品，置于具塞锥形瓶中，精密称定，精密加入甲醇50mL，称定重量，超声处理30min，放至室温，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，过0.45μm的微孔滤膜，作为样品溶液。

2.6 测定：取10~20μL样品溶液注入色谱仪中，以保留时间定性，以样品峰面积通过标准曲线计算含量。

2.7 标准曲线的制备：分别配制浓度为0.01~0.2mg/mL的各大豆异黄酮系列标准溶液，在2.4项色谱条件下进行液相色谱分析，进样量10μL，以峰面积y对进样量x（μg）作标准曲线，求得每种大豆

异黄酮的标准曲线方程 $y_i=a_ix_i+b_i$ 。

2.8 结果计算

$$X_i = \frac{[(y_i - b_i) / a_i] \times V_1 \times 100}{M \times V_2 \times 1000}$$

式中：

X_i —样品中大豆苷/大豆苷元/染料木苷/染料木素的含量，g/100g；

y_i —样品中大豆苷/大豆苷元/染料木苷/染料木素的峰面积；

a_i —由标准曲线方程 $y=ax+b$ 所得 a 值；

b_i —由标准曲线方程 $y=ax+b$ 所得 b 值；

V_1 —样品溶液总定容体积，mL；

M —样品称取量，g；

V_2 —样品溶液进样量， μ L；

$$X = X_1 + X_2 + X_3 + X_4$$

式中：

X —样品中大豆异黄酮总量的含量，g/100g；

X_i —样品中大豆苷/大豆苷元/染料木苷/染料木素的含量，g/100g；

【保健功能】 增加骨密度

【适宜人群】 中老年女性

【不适宜人群】 少年儿童、孕期及哺乳期妇女、妇科肿瘤患者及有妇科肿瘤家族病史者

【食用方法及食用量】 每日3次，每次3粒，口服

【规格】 0.45g/粒

【贮藏】 密闭，置阴凉干燥处存放

【保质期】 24个月
