

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20130017

百生康牌淫羊藿大豆提取物胶囊

【原料】淫羊藿、骨碎补、葛根、升麻、碳酸钙、酪蛋白磷酸肽、大豆提取物

【辅料】硬脂酸镁

【生产工艺】本品经提取（10倍量70%乙醇回流提取2次，每次2h）、浓缩、干燥（70～80℃，0.06～0.08Mpa）、粉碎、过筛、混合、装囊、包装、辐照灭菌（⁶⁰Co，5KGy）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】铝箔应符合YBB00152002的规定。聚氯乙烯固体药用硬片应符合YBB00212005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	内容物呈淡黄色
滋味、气味	具本品特有的中药气味，无异味
状态	硬胶囊，整洁，无粘结、变形、破裂；内容物为粉末；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
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤25	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30	《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	≤0.1	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/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
钙(以Ca计), g/100g	6.0~10.0	GB 5009.92 “第一法 火焰原子吸收光谱法”
淫羊藿苷, mg/100g	≥460	1 淫羊藿苷的测定
大豆异黄酮, g/100g	≥0.7	2 大豆异黄酮、大豆苷、染料木苷、大豆苷元、染料木素的测定
大豆苷, g/100g	≥0.26	2 大豆异黄酮、大豆苷、染料木苷、大豆苷元、染料木素的测定
染料木苷, g/100g	≥0.39	2 大豆异黄酮、大豆苷、染料木苷、大豆苷元、染料木素的测定
大豆苷元, g/100g	≥0.04	2 大豆异黄酮、大豆苷、染料木苷、大豆苷元、染料木素的测定
染料木素, g/100g	≥0.01	2 大豆异黄酮、大豆苷、染料木苷、大豆苷元、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。

1.3.4 淫羊藿苷标准品溶液：精密称取淫羊藿苷标准品（购自中国食品药品检定研究院，纯度 $\geq 98.0\%$ ）适量，加甲醇制成每1mL含0.1mg的溶液，即得。

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 液相色谱参考条件

1.4.1 色谱柱： C_{18} 柱， $4.6 \times 200\text{mm}$ 。

1.4.2 流动相：乙腈-水=30:70。

1.4.3 流速：1.0mL/min。

1.4.4 柱温：室温。

1.4.5 检测波长：270nm。

1.4.6 进样量：10 μL 。

1.5 样品处理：取样品20粒，除去胶囊壳，精密称取适量，置具塞锥形瓶中，精密加入稀乙醇50mL，称定重量，超声处理1h，放冷，再称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，摇匀，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（0.45 μm ）滤过，取续滤液，即得。

1.6 样品测定：分别精密吸取标准品溶液与供试品溶液各10 μL ，注入液相色谱仪，测定，即得。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 标准曲线制备：分别配置浓度为0.00、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10mg/mL淫羊藿苷标准溶液，在给定的仪器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；

A_1 —样品峰高或峰面积；

C—标准溶液浓度，mg/mL；

V—样品定容体积，mL；

A_2 —标准溶液峰高或峰面积；

m—样品量，g。

2 大豆异黄酮、大豆苷、染料木苷、大豆苷元、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：准确称取大豆苷元、大豆苷、染料木素、染料木苷标准品适量，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 液相色谱参考条件

2.4.1 色谱柱: Agilent zorbax SB-反相C18柱, 5 μ m, 4.6 $\times$ 250mm。

2.4.2 流动相: 0.2%甲酸-乙腈, 按下表梯度洗脱。

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

2.4.3 流速: 1.0mL/min。

2.4.4 柱温: 25~30 $^{\circ}$ C。

2.4.5 进样量: 10~20 μ L。

2.5 样品处理: 取20粒样品进行粉碎, 混匀, 根据样品含量, 精密称取0.2~2.0g试样于具塞锥形瓶中, 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, 用0.45 μ m的微孔滤膜, 作为供试品溶液。

2.6 色谱分析: 取10~20 μ L供试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, 在上述色谱条件下进行液相色谱分析, 进样量10 μ L, 以峰面积y对进样量x (μ g) 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

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

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

式中:

X—样品中大豆异黄酮的含量, g/100g;

X_i —样品中被测单一成分的含量, g/100g;

y_i —样品中被测成分的峰面积;

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—样品取样质量, g;

V_2 —样品溶液进样量, μ L;

i—分别为1、2、3、4, 分别代表上述4种大豆异黄酮成分。

【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. 淫羊藿: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 骨碎补: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

3. 葛根: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

4. 升麻: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

5. 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。

6. 酪蛋白磷酸肽: 应符合GB 31617《食品安全国家标准 食品营养强化剂 酪蛋白磷酸肽》的规定。

7. 大豆提取物

项目	指标
来源	大豆 应符合相关食品安全国家标准。
制法	经提取（5倍量80%乙醇回流提取3次，每次2 h，74±6℃）、减压浓缩、喷雾干燥（进风温度：120℃～180℃，排风温度：75℃～85℃）、过筛、混合、包装等主要工艺加工制成。
提取率，%	25
感官要求	浅黄色至黄色粉末
大豆苷，g/100g	≥0.26
染料木苷，g/100g	≥0.39
大豆苷元，g/100g	≥0.04
染料木素，g/100g	≥0.01
干燥失重，%	≤9.0
灰分，%	≤25.0
粒度，目	80
松散密度，g/100mL	30～60
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5
砷（以As计），mg/kg	≤1.0
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/100g	≤40
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
致病菌（指沙门氏菌、金黄色葡萄球菌，志贺氏菌，溶血性链球菌）	不得检出

8. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

9. 明胶空心胶囊：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
