

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20110196

安然众合牌珍珠远志大豆提取物胶囊

【原料】 大豆提取物、珍珠粉、鱼皮水解物、远志提取物、刺五加提取物、柏子仁提取物、酸枣仁提取物、黄精提取物

【辅料】 硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经过筛、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】 口服固体药用高密度聚乙烯瓶应符合YBB00122002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	具本品特有的滋味、气味
性状	硬胶囊整洁，无外漏、粘连、变形或破裂，内容物为均匀粉末
杂质	无肉眼可见外来异物

【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
钙(以Ca计)，g/100g	3.75~6.25	GB 5009.92 “第一法 火焰原子吸收光谱法”
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤20.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30	《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	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19
镉（以Cd计），mg/kg	≤0.1	GB 5009.15

【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
大豆异黄酮（以大豆苷、大豆苷元、染料木素、染料木苷计），g/100g	≥4.09	1 大豆异黄酮的测定
大豆苷，g/100g	≥0.90	1 大豆异黄酮的测定
大豆苷元，g/100g	≥0.01	1 大豆异黄酮的测定
染料木素，g/100g	≥0.01	1 大豆异黄酮的测定
染料木苷，g/100g	≥3.17	1 大豆异黄酮的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥0.62	2 总皂苷的测定

1 大豆异黄酮的测定

1.1 范围

本方法规定了保健食品和普通食品中大豆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大豆异黄酮的含量测定。

最低检出限量为：0.1μg；

本方法最佳线性范围：1.00～125μg/mL。

1.2 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。试样中的大豆异黄酮用C₁₈柱分离，二极管阵列检测器或紫外检测器（260nm）测定，峰面积定量，外标法计算结果。

1.3 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。

1.3.1 甲醇：色谱纯。

1.3.2 无水乙醚。

1.3.3 甲醇+水（80+20）。

1.3.4 大豆异黄酮标准品。

1.3.5 0.050mol/L醋酸铵，pH4.6：准确称取3.85g醋酸铵于小烧杯中，适量水溶解，转移至1000mL容量瓶中，加水500mL，加入3.00mL冰醋酸，摇匀，加水至容量瓶刻度，摇匀即可。

1.4 仪器

1.4.1 高效液相色谱仪（二极管阵列检测器或紫外检测器）。

1.4.2 超声波清洗器。

1.4.3 离心机4000r/min。

1.5 分析步骤

1.5.1 高效液相色谱参考条件。

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

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

1.5.1.3 流量：1.2mL/min。

1.5.1.4 进样量：20.0μL。

1.5.2 试样制备：准确称取1g试样，加50mL甲醇水超声提取30min，上清液抽滤，残渣用甲醇水洗，洗液一并抽滤，定容至100.0mL，过0.45μm滤膜，测定。

1.5.3 大豆苷、大豆苷元、染料木素、染料木苷储备液：精密称取大豆苷、大豆苷元、染料木素、染料木苷标准品10.0mg，用甲醇溶解并定容至10mL。此液浓度大豆苷、大豆苷元、染料木素、染料木苷均为1.0mg/mL。

1.5.4 大豆苷、大豆苷元、染料木素、染料木苷应用液：分别取储备液0.01、0.05、0.10、0.30、0.50、1.25mL，用甲醇定容至10.0mL（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。

1.6 分析结果的表述

1.6.1 计算

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

式中：

X—试样中异黄酮的含量，mg/kg；

A—试样的峰面积或峰高；

C_i—异黄酮标准溶液的浓度，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。

样品中大豆异黄酮的含量为四种异黄酮含量之和。

1.6.2 结果表示：报告算术平均值的两位有效数。

1.7 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%。

1.8 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。

1.9 其它

1.9.1 使用二极管阵列检测器波长设定范围210~400nm。

1.9.2 可以建立异黄酮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。

1.9.3 根据色谱峰的峰纯度可以判定是否有干扰物质存在。

2 总皂苷的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

2.1 试剂

2.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂，Sigma化学公司、U.S.A.。

2.1.2 正丁醇：分析纯。

2.1.3 乙醇：分析纯。

2.1.4 中性氧化铝：层析用，100~200目。

2.1.5 人参皂苷Re：购自中国食品药品检定研究院。

2.1.6 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。

2.1.7 高氯酸：分析纯

2.1.8 冰乙酸：分析纯

2.1.9 人参皂苷Re标准溶液：精确称取人参皂苷Re标准品0.020g，用甲醇溶解并定容至10.0mL，即每毫升含人参皂苷Re2.0mg。

2.2 仪器

2.2.1 比色计

2.2.2 层析柱

2.3 实验步骤

2.3.1 试样处理：称取1.000g左右的试样（根据试样含人参量定），置于100mL容量瓶中，加少量水，超声30min，再用水定容至100mL，摇匀，放置，吸取上清液1.0mL进行柱层析。

2.3.2 柱层析：用10mL注射器作层析管，内装3cmAmberlite-XAD-2大孔树脂，上加1cm中性氧化铝。先用25mL70%乙醇洗柱，弃去洗脱液，再用25mL水洗柱，弃去洗脱液，精确加入1.0mL已处理好的试样溶液（见2.3.1），用25mL水洗柱，弃去洗脱液，用25mL70%乙醇洗脱人参皂苷，收集洗脱液于蒸发皿中，置于60℃水浴挥干。以此作显色用。

2.3.3 显色：在上述已挥干的蒸发皿中准确加入0.2mL5%香草醛冰乙酸溶液，转动蒸发皿，使残渣都溶解，再加0.8mL高氯酸，混匀后移入5mL带塞刻度离心管中，60℃水浴上加热10min，取出，冰浴冷却后，准确加入冰乙酸5.0mL，摇匀后，以1cm比色池于560nm波长处与标准管一起进行比色测定。

2.3.4 标准管：吸取人参皂苷Re标准溶液（2.0mg/mL）100μL放蒸发皿中，放在水浴挥干（低于60℃），或热风吹干（勿使过热），以下操作从“2.3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

2.4 计算：

$$X = \frac{A_1}{A_2} \times C \times \frac{V}{m} \times \frac{100}{1000} \times \frac{1}{1000}$$

式中：

X—试样中总皂苷含量（以人参皂苷Re计），g/100g；

A₁—被测液的吸光度值；

A₂—标准液的吸光度值；

C—标准管人参皂苷Re的量，μg；

V—试样稀释体积，mL；

m—试样质量，g。

计算结果保留二位有效数字。

【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. 大豆提取物

项 目	指 标
来源	大豆豆粕
制法	经提取（5倍量80%乙醇80℃回流提取3h，3倍量80%乙醇80℃回流提取2次，每次2h）、浓缩、萃取（水稀释，2倍量乙酸乙酯萃取）、真空干燥（0.06Mpa，60℃）、粉碎、过筛、包装等工艺制成
感官要求	黄色粉末，具特有滋味、气味，无异味
目数	80
提取率，%	1.0
大豆异黄酮，g/100g	≥25
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤10.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5
砷（以As计），mg/kg	≤1.0
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
镉（以Cd计），mg/kg	≤0.2
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
加工助剂残留（乙醇），%	≤0.05
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母菌，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

2. 珍珠粉

项 目	指 标
来源	淡水珍珠
制法	经粉碎、清洗、浸泡（75%乙醇浸泡30min）、球磨50小时、烘干（140～160℃）、过筛、包装等工艺制成
感官要求	类白色粉末，具特有滋味、气味，无异味
目数	极细粉
钙，g/100g	≥13
pH	4.0～6.5
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5
砷（以As计），mg/kg	≤1.0
菌落总数，CFU/g	≤1000

大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌，CFU/g	≤25
致病菌（沙门氏菌、金黄色葡萄球菌）	不得检出

3. 鱼皮水解物

项 目	指 标
来源	鱼皮
制法	经漂洗、粉碎、调浆、酶解（蛋白酶）（40~60℃、pH6.5~8、酶解2h）、分离、浓缩、脱色（活性炭）、超高温瞬时灭菌（115~135℃，20sec）、过滤、喷雾干燥（进口温度180±5℃，出口温度90±5℃）、包装等工艺制成
感官要求	淡黄色或黄色粉末，无结块现象，具特有气味和滋味，无异味，无正常视力可见的外来杂质
总氮，%	≥14.0
胶原蛋白，%	≥85.0
羟脯氨酸，%	≥18.0
脂肪，%	≤1.0
水分，%	≤7.0
灰分，%	≤7.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5
无机砷（以As计），mg/kg	≤0.1
甲基汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
镉（以Cd计），mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤5000
大肠菌群，MPN/g	≤0.72
霉菌和酵母菌，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

4. 远志提取物

项 目	指 标
来源	远志的根 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经浸泡（70%乙醇，3h）、提取（70%乙醇80℃回流提取3次，分别加入6倍量、4倍量、4倍量乙醇，2h/次）、浓缩、喷雾干燥（进口温度180±5℃，出口温度70±5℃）、包装等工艺制成
感官要求	棕黄色粉末，具特有滋味、气味，无异味
目数	80
提取率，%	8.0
总皂苷，g/100g	≥1
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤6.0

铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5
砷（以As计），mg/kg	≤1.0
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
加工助剂残留（乙醇），%	≤0.05
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母菌，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

5. 刺五加提取物

项 目	指 标
来源	刺五加的根茎 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经浸泡（75%乙醇，3h）、提取（75%乙醇80℃回流提取3次，分别加入6倍量、4倍量、4倍量乙醇，提取时间依次为2h、2h、1h）、浓缩、喷雾干燥（进口温度180±5℃，出口温度70±5℃）、包装等工艺制成
感官要求	棕色粉末，具特有滋味、气味，无异味
目数	100
提取率，%	7.0
刺五加皂苷，g/100g	≥0.8
水分，%	≤5
灰分，%	≤9.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5
砷（以As计），mg/kg	≤1.0
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
加工助剂残留（乙醇），%	≤0.05
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母菌，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

6. 柏子仁提取物

项 目	指 标
来源	侧柏的种仁 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经浸泡（95%乙醇，3h）、提取（95%乙醇60℃回流提取3次，分别加入6倍量、5倍量、4倍量乙醇，提取时

	间依次为2h、2h、1h）、浓缩、喷雾干燥（进口温度 $180\pm5^{\circ}\text{C}$ ，出口温度 $70\pm5^{\circ}\text{C}$ ）、包装等工艺制成
感官要求	棕黄色粉末，具特有滋味、气味，无异味
提取比例	8: 1
目数	80
提取率，%	12.5
柏子仁苷，g/100g	≥ 2
水分，%	≤ 5
灰分，%	≤ 10
铅（以Pb计），mg/kg	≤ 1.5
砷（以As计），mg/kg	≤ 1.0
汞（以Hg计），mg/kg	≤ 0.3
六六六，mg/kg	≤ 0.2
滴滴涕，mg/kg	≤ 0.2
加工助剂残留（乙醇），%	≤ 0.05
菌落总数，CFU/g	≤ 1000
大肠菌群，MPN/g	≤ 0.92
霉菌和酵母菌，CFU/g	≤ 50
沙门氏菌	$\leq 0/25\text{g}$
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25\text{g}$

7. 酸枣仁提取物

项 目	指 标
来源	酸枣的种子 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经浸泡（70%乙醇，3h）、提取（80%乙醇 70°C 回流提取3次，分别加入6倍量、4倍量、4倍量乙醇，提取时间依次为2h、2h、1h）、浓缩、喷雾干燥（进口温度 $180\pm5^{\circ}\text{C}$ ，出口温度 $70\pm5^{\circ}\text{C}$ ）、包装等工艺制成
感官要求	棕黄色粉末，具特有滋味、气味，无异味
目数	80
提取率，%	6.0
总皂苷，g/100g	≥ 2.0
水分，%	≤ 5.0
灰分，%	≤ 7.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤ 1.5
砷（以As计），mg/kg	≤ 1.0
汞（以Hg计），mg/kg	≤ 0.3
六六六，mg/kg	≤ 0.2
滴滴涕，mg/kg	≤ 0.2
加工助剂残留（乙醇），%	≤ 0.05
菌落总数，CFU/g	≤ 1000
大肠菌群，MPN/g	≤ 0.92

霉菌和酵母菌，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

8. 黄精提取物

项 目	指 标
来源	黄精的根茎 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经切碎、浸泡（3h）、提取（水100℃回流提取三次，依次加6倍、4倍、4倍水量，提取时间依次为3h、2h、1h）、浓缩、醇溶（95%乙醇、2h）、过滤、浓缩、醇沉（3倍量80%乙醇）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进口温度180±5℃，出口温度70±5℃）、包装等工艺制成
感官要求	浅棕色粉末，具特有滋味、气味，无异味
目数	80目
提取率，%	10.0
黄精多糖，g/100g	≥20
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤4.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5
砷（以As计），mg/kg	≤1.0
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
加工助剂残留（乙醇），%	≤0.05
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母菌，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

9. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
