

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20110617

善元堂牌珍珠大豆钙软胶囊

- 【原料】 碳酸钙、大豆提取物、珍珠粉
- 【辅料】 大豆油、明胶、纯化水、甘油、蜂蜡、棕氧化铁
- 【生产工艺】 本品经过筛、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】 口服固体药用聚酯瓶应符合YBB00262002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	囊皮呈棕色，内容物呈黄色
滋味、气味	具本品特有的滋味及气味，无异味
性状	软胶囊，应完整光洁；内容物为油状
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
灰分，g/100g	≤35	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
酸价，mg/g	≤3.0	GB 5009.229
过氧化值，g/100g	≤0.12	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

【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
大豆异黄酮总量，g/100g	≥1. 6	1、大豆异黄酮总量、大豆苷、大豆苷元、染料木素、染料木苷的测定
大豆苷，g/100g	≥0. 20	1、大豆异黄酮总量、大豆苷、大豆苷元、染料木素、染料木苷的测定
大豆苷元，g/100g	≥1. 50	1、大豆异黄酮总量、大豆苷、大豆苷元、染料木素、染料木苷的测定
染料木素，mg/100g	≥2. 30	1、大豆异黄酮总量、大豆苷、大豆苷元、染料木素、染料木苷的测定
染料木苷，mg/100g	≥70. 0	1、大豆异黄酮总量、大豆苷、大豆苷元、染料木素、染料木苷的测定
钙（以Ca计），g/100g	10. 7~14. 9	GB 5009. 92 “第一法 火焰原子吸收光谱法”

- 1 大豆异黄酮总量、大豆苷、大豆苷元、染料木素、染料木苷的测定
- 1.1 原理：试样经均匀取样、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。
- 1.2 试剂
- 1.2.1 水：除非另有说明，在分析中仅使用重蒸水。
- 1.2.2 乙腈：色谱纯。
- 1.2.3 甲酸：色谱纯。
- 1.2.4 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、黄豆黄素、黄豆黄苷标准品适量，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。
- 1.3 仪器
- 1.3.1 高效液相色谱仪：附DAD紫外检测器。
- 1.3.2 超声波清洗器。
- 1.4 试样处理：取试样进行粉碎，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，过0.45μm微孔滤膜，作为供试品溶液。
- 1.5 色谱参考条件
- 1.5.1 色谱柱：Agilent zorbax SB-反相C18柱，5μm，4.6×250mm
- 1.5.2 柱温：25~30℃
- 1.5.3 流动相：0.2%甲酸-乙腈，按以下梯度洗脱

时间，min	0.2%甲酸，%	乙腈，%
--------	----------	------

0	90	10
18	78	22
25	78	22
43	70	30
45	50	50

1.5.4 流速：1.0mL/min

1.5.5 进样量：10~20μL

1.6 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，在给定的仪器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 $y_i = a_i x_i + b_i$ 。

1.7 试样测定：取10~20μL供试品溶液，注入色谱仪中，以保留时间定性，以试样峰面积通过标准曲线计算含量。

1.8 结果计算

$$X = X_1 + X_2 + X_3 + X_4 + X_5 + X_6$$

$$[(y_i - b_i) / a_i] \times V_1 \times 100$$

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

$$M \times V_2 \times 1000$$

式中：

i—分别为1、2、3、4、5、6，分别代表上述6种大豆异黄酮成分；

X—试样中大豆异黄酮总量，g/100g；

X_i —试样中被测单一成分的含量，g/100g；

y_i —试样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 —试样溶液总定容体积，mL；

M—试样取样质量，g(mL)；

V_2 —试样溶液进样量，μL。

【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. 大豆提取物

项 目	指 标
来源	大豆
制法	应符合食品安全国家相关标准的规定 经提取（5倍量60%乙醇60℃浸提5h）、浓缩、萃取（加入3~5倍乙酸乙酯萃取，搅拌后静置4h，回收乙酸乙酯）、提纯（加入4倍石油醚进行提纯，搅拌后静置18h）、分离、真空干燥（-0.08MPa，80℃）、包装等主要工艺加工制成。
感官要求	淡黄色至黄色粉末

提取率，%	3~5
大豆异黄酮（以干基计），%	≥20.0
干燥失重，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.0
砷（以As计），mg/kg	≤0.5
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/100g	≤30
霉菌，CFU/g	≤25
酵母，CFU/g	≤25
致病菌（指沙门氏菌，金黄色葡萄球菌）	不得检出

3. 珍珠粉

项 目	指 标
来源	珍珠
制法	经选珠、球磨（细度通过120目）、干燥、混合、包装等主要工艺加工制成
感官要求	类白色或白色粉末
钙，g/100g	≥20.0
水分，%	≤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
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（指肠道致病菌和致病性球菌）	不得检出

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《中华人民共和国药典》的规定。

9. 棕氧化铁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
