

国家市场监督管理总局  
保健食品产品技术要求

国食健注G20060689

## 依科源牌珍珠芦荟大豆异黄酮片

【原料】 珍珠粉、芦荟、大豆异黄酮、维生素E（d1- $\alpha$ -醋酸生育酚）、维生素C（L-抗坏血酸）

【辅料】 淀粉、硬脂酸镁、聚乙烯醇、二氧化钛、滑石粉、聚乙二醇、大豆磷脂、黄氧化铁、黑氧化铁、红氧化铁

【生产工艺】 本品经干燥、粉碎、混合、辐照灭菌（ $^{60}\text{Co}$ ，8kGy）、制粒、压片、包衣、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GB 9687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	外观呈浅棕色，片芯呈浅灰色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	薄膜包衣片
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
总蒽醌（以1,8-二羟基蒽醌计），mg/100g	12~60	1 总蒽醌的测定
水分，%	$\leq 5.95$	GB 5009.3
灰分，%	$\leq 44.5$	GB 5009.4
崩解时限，min	$\leq 30$	《中华人民共和国药典》
铅（以Pb计），mg/kg	$\leq 0.5$	GB 5009.12
总砷（以As计），mg/kg	$\leq 0.3$	GB 5009.11
总汞（以Hg计），mg/kg	$\leq 0.3$	GB 5009.17

镉（以Cd计），mg/kg	≤1.0	GB/T 5009.15
六六六，mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19

## 1 总蒽醌的测定

1.1 原理：试样用甲醇提取，经酸解氧化，使结合态的蒽醌分解为游离态，使还原态的蒽酚、蒽酮、二蒽酮等蒽醌类化合物氧化成氧化态，再经乙醚提取，用醋酸镁甲醇液显色测定。

1.2 仪器：分光光度计。

1.3 试剂

1.3.1 甲醇

1.3.2 30%过氧化氢

1.3.3 0.50mL盐酸（1:1）

1.3.4 1,8-二羟基蒽醌对照品

1.3.5 醋酸镁甲醇液（0.5g/100mL）

1.4 1,8-二羟基蒽醌对照品液的制备：准确称取经干燥器恒重的1,8-二羟基蒽醌对照品10mg，加甲醇溶解、定容于100mL容量瓶中。

1.5 样品预处理：取10~20粒样品研磨混匀，称取0.5g（准确至0.001g）置于150mL三角瓶中。加入甲醇50mL，置沸水浴上回流2h，冷却后转移至50mL容量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，过滤。精密吸取滤液10.0mL，水浴蒸干后，加20mL水溶解至150mL三角瓶中，加3.0mL 30%过氧化氢、0.50mL盐酸（1:1），于90℃水浴回流2h，放冷，用乙醚提取3次（20、20、15mL），合并乙醚提取液，水洗2次（10、10mL），弃水液，取醚液挥干，残渣加醋酸镁甲醇液溶解，定容至10.0mL，摇匀，待测。

1.6 标准曲线的制备：吸取1,8-二羟基蒽醌对照液0.0、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00、1.50mL（相当于0~150μg），置于10mL比色管中，加醋酸镁甲醇液至10.0mL，摇匀，用1cm比色皿于510nm下测定吸光度值，绘制标准曲线。

1.7 样品测定：取上述样品溶液摇匀，于510nm下测定吸光度值。

1.8 结果计算

$$X = \frac{A \times 50 \times 100}{M \times 10 \times 1000}$$

式中：

X—样品中总蒽醌的含量（以1,8-二羟基蒽醌计），mg/100g；

A—样品溶液中1,8-二羟基蒽醌含量，μg；

M—样品称取量，g。

【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, g/100g	≥3.27	1 大豆异黄酮的测定
大豆苷, g/100g	≥2.7	1 大豆异黄酮的测定
大豆苷元, g/100g	≥0.17	1 大豆异黄酮的测定
染料木苷, g/100g	≥0.4	1 大豆异黄酮的测定
染料木素, g/100g	≥0.0045	1 大豆异黄酮的测定
钙(以Ca计), g/100g	10.5~17.5	GB/T 5009.92中“第二法 滴定法(EDTA法)”
维生素C, g/100g	3.56~8.01	GB/T 5009.86
维生素E, g/100g	3.64~8.19	2 维生素E的测定

## 1 大豆异黄酮的测定

1.1 原理: 用80%乙醇作为溶剂, 提取样品中的大豆苷、染料木苷、大豆苷元、染料木素, 以反相高效液相色谱分离, 在紫外检测器254nm条件下检测其峰面积, 以大豆苷、染料木苷、大豆苷元、染料木素含量之和计算大豆异黄酮含量。

### 1.2 仪器

1.2.1 高效液相色谱仪, 附紫外检测器

1.2.2 分析天平

1.2.3 离心机

1.2.4 超声波振荡

### 1.3 试剂

1.3.1 甲醇

1.3.2 80%乙醇

1.3.3 大豆苷标准品: 来源于中国食品药品检定研究院, 纯度91.3%。

1.3.4 染料木苷标准品: 来源于中国食品药品检定研究院, 纯度98%。

1.3.5 大豆苷元标准品: 来源于中国食品药品检定研究院, 纯度100%。

1.3.6 染料木素标准品: 来源于中国食品药品检定研究院, 纯度99.1%。

### 1.4 色谱条件

1.4.1 色谱柱: C<sub>18</sub>柱

1.4.2 流动相: 流动相A液为0.1%醋酸乙腈溶液; 流动相B液为0.1%醋酸水溶液。

1.4.3 流速: 1.0mL/min。

1.4.4 柱温: 40℃

1.4.5 检测波长: 254nm

1.4.6 进样量: 10μL

按下表进行梯度洗脱

时间, min	A, %	B, %
0	15	85
10	15	85
33	40	60
35	15	85
40	15	85

1.5 大豆异黄酮标准液的制备: 准确称取大豆苷、染料木苷、大豆苷元、染料木素标准品5.0mg, 各自用80%乙醇定容至100mL, 配制成50μg/mL的标准溶液。

1.6 样品预处理: 准确称取一定量固体粉末样品于100mL容量瓶中, 定量加入80%乙醇, 经超声振荡20min, 加80%乙醇补足至刻度, 待提取液略澄清后经离心分离, 以3000r/min离心5min, 取上清液经0.45μm滤膜过滤后待进样。

1.7 样品测定：准确称取样品处理液和标准液各10 $\mu$ L，注入高效液相色谱仪进行分离，以其标准溶液峰的保留时间进行定性，利用峰面积求出液样中待测物质的含量。

### 1.8 结果计算

$$X = \frac{S_1 \times C \times V}{S_2 \times m}$$

式中：

X—样品中大豆苷、染料木苷、大豆苷元、染料木素的含量， $\mu$ g/g；

S<sub>1</sub>—样品峰面积；

C—标准溶液浓度， $\mu$ g/mL；

S<sub>2</sub>—标准溶液峰面积；

V—样品定容体积，mL；

m—称取固体样品的质量，g。

样品中大豆异黄酮含量X( $\mu$ g/g)=X<sub>1</sub>+X<sub>2</sub>+X<sub>3</sub>+X<sub>4</sub>(X<sub>1</sub>、X<sub>2</sub>、X<sub>3</sub>、X<sub>4</sub>分别为样品中大豆苷、染料木苷、大豆苷元、染料木素的含量)。

## 2 维生素E测定

2.1 原理：气相色谱法的流动相为气体，称为载气；色谱柱分为填充柱和毛细管柱两种，填充柱内装吸附剂、高分子多孔小球或涂渍固定液的载体。毛细管柱内壁或载体经涂渍或交联固定液，注入进样口的供试品被加热气化，并被载气带入色谱柱，在柱内各成分被分离后，先后进入检测器，色谱信号用记录仪或数据处理器记录。

### 2.2 试剂

2.2.1 十六酸十六醇酯：专供色谱分析用（日本）

2.2.2 d- $\alpha$ -生育酚对照品溶液：准确称取对照品15mg左右，置棕色具塞容量瓶中，精密加入内标溶液10mL，密塞，振摇使溶解。

2.2.3 正己烷

2.3 仪器：气相色谱仪

### 2.4 测定方法

2.4.1 色谱条件：SE-30毛细管色谱柱( $\phi$ 0.53mm $\times$ 30m)，氢火焰离子检测器，保持柱箱温度245 $^{\circ}$ C，气化温度、检测温度为300 $^{\circ}$ C。载气为氮气，调整载气流速使内标峰保留时间在18~20min。吸取对照品溶液1 $\mu$ L，注入色谱仪，记录色谱图，以d- $\alpha$ -生育酚峰计柱效应大于1500理论板数；多次重复进样，相对标准偏差应不大于2.0%。记录色谱图，d- $\alpha$ -生育酚峰相对保留时间为1.0，则内标峰相对保留时间约为1.8。

2.4.2 校正因子测定：准确称取十六酸十六醇酯适量，加正己烷振摇使溶解并稀释成每1mL中含2mg的溶液，摇匀，作为内标溶液。取d- $\alpha$ -生育酚对照品溶液1 $\mu$ L注入气相色谱仪，记录色谱图，计算d- $\alpha$ -生育酚峰峰面积(A <sub>$\alpha$</sub> )，以及内标峰峰面积A<sub>内</sub>。计算校正因子f：

$$f = \frac{A_{\text{内}} \times W_{\text{对}} / 10}{A_{\alpha} \times C_{\text{内}}}$$

式中：

W<sub>对</sub>—对照品称量，mg；

C<sub>内</sub>—内标物浓度，mg/mL。

2.4.3 测定：准确称取本品内容物500mg，精密称定，置棕色具塞锥形瓶中，加内标溶液稀释至10.0mL，振摇使溶解，取1 $\mu$ L注入气相色谱仪，记录色谱图，计算d- $\alpha$ -生育酚峰峰面积(A <sub>$\alpha$</sub> )，以及内标峰峰面积A<sub>内</sub>。并计算d- $\alpha$ -生育酚含量(%)。

$$d\text{-}\alpha\text{-生育酚含量}(\%) = \frac{A_{\alpha} \times C_{\text{内}}}{A_{\text{内}} \times W_{\text{对}} / 10} \times f \times \text{对照品含量} \times 100\%$$

式中：

W<sub>样</sub>—样品称量，mg；

C<sub>内</sub>—内标物浓度，mg/mL。

**【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”项下片剂的规定。

**【原辅料质量要求】**

1. 珍珠粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
2. 芦荟：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
3. 大豆异黄酮：应符合NY/T 1252《大豆异黄酮》的规定。
4. 维生素E（d1- $\alpha$ -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（d1- $\alpha$ -醋酸生育酚）》的规定。
5. 维生素C（L-抗坏血酸）：应符合GB 14754《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素C（抗坏血酸）》的规定。
6. 淀粉：应符合GB/T 8885《食用玉米淀粉》的规定。
7. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
8. 薄膜包衣预混剂（聚乙烯醇、二氧化钛、滑石粉、聚乙二醇、大豆磷脂、黄氧化铁、黑氧化铁、红氧化铁）

项 目	指 标
来源（组成）	聚乙烯醇、二氧化钛、滑石粉、聚乙二醇、大豆磷脂、黄氧化铁、黑氧化铁、红氧化铁
制法	各成分仅物理混合，根据不同混合器、不同批量控制混合时间5~105min
感官要求	色泽均匀的棕色粉末，不含杂质
色差	DE $\leq$ 2.00或目测合格
灰分，%	40.27~54.49
重金属（以Pb计），mg/kg	$\leq$ 10.0
菌落总数，CFU/g	$\leq$ 30000
大肠菌群，MPN/g	$\leq$ 0.92
霉菌和酵母，CFU/g	$\leq$ 50
金黄色葡萄球菌	$\leq$ 0/25g
沙门氏菌	$\leq$ 0/25g

---