

国家市场监督管理总局国产保健食品
注册证书

产品名称	天使美牌大豆异黄酮钙胶囊		
注册人	安琪酵母股份有限公司		
注册人地址	湖北省宜昌市城东大道168号		
审批结论	经审核，该产品符合《中华人民共和国食品安全法》和《保健食品注册与备案管理办法》的规定，现予批准注册。		
注册号	国食健注G 20070115	有效期至	2029年08月25日
附件	附1 产品说明书、附2 产品技术要求		
备注	无		



国家市场监督管理总局
保健食品产品说明书

国食健注G 20070115

天使美牌大豆异黄酮钙胶囊

【原料】 碳酸钙、大豆异黄酮

【辅料】 维生素C (L-抗坏血酸)、玉米淀粉、维生素E粉 (d1-α醋酸生育酚、玉米淀粉、明胶、蔗糖、二氧化硅)

【标志性成分及含量】 每100g含：大豆异黄酮 2.75g、大豆苷 0.5g、大豆苷元 0.016g、染料木素 0.024g、染料木苷 2.21g、钙 23.44g

【适宜人群】 中老年女性

【不适宜人群】 少年儿童、孕妇、乳母、妇科肿瘤患者及有妇科肿瘤家族病史者

【保健功能】 本品经动物实验评价，具有有助于改善骨密度的保健功能

【食用量及食用方法】 每日2次，每次2粒，口服

【规格】 0.4g/粒

【贮藏方法】 密封、置阴凉干燥处

【保质期】 24个月

【注意事项】 本品不能代替药物；适宜人群外的人群不推荐食用本产品；不宜与含大豆异黄酮成分的产品同时食用，长期食用注意妇科检查；本品添加了营养素，与同类营养素同时食用不宜超过推荐量

国家市场监督管理总局 保健食品产品技术要求

国食健注G 20070115

天使美牌大豆异黄酮钙胶囊

【原料】碳酸钙、大豆异黄酮

【辅料】维生素C（L-抗坏血酸）、玉米淀粉、维生素E粉（d α -醋酸生育酚、玉米淀粉、明胶、蔗糖、二氧化硅）

【生产工艺】本品经粉碎、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	内容物呈灰白略有淡黄色
滋味、气味	略有涩味，无异味
状态	硬胶囊，光洁，无粘结、变形、破损等现象；内容物为粉末；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
铅（以Pb计），m g/kg	≤ 2.0	G B 5009.12
总砷（以As计），m g/kg	≤ 1.0	G B 5009.11
总汞（以Hg计），m g/kg	≤ 0.3	G B 5009.17
水分，%	≤ 6	G B 5009.3
灰分，%	≤ 75.0	G B 5009.4
崩解时限，m in	≤ 15	《中华人民共和国药典》
维生素C，g/100g	5.0-11.3	G B/T 5009.86
维生素E（以 α 生育酚计），m g/g	7.2-16.2	G B 5009.82

【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	G B 4789.2
大肠菌群，M PN/g	≤ 0.92	G B 4789.3 M PN 计数法
霉菌和酵母，CFU/g	≤ 50	G B 4789.15
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25g$	G B 4789.10
沙门氏菌	$\leq 0/25g$	G B 4789.4

【标志性成分指标】应符合表4的规定。

表4 标志性成分指标

项 目	指 标	检测方法
大豆异黄酮, g/100g	≥ 2.75	1 大豆异黄酮、大豆苷、大豆苷元、染料木素、染料木苷的测定
大豆苷, g/100g	≥ 0.5	1 大豆异黄酮、大豆苷、大豆苷元、染料木素、染料木苷的测定
大豆苷元, g/100g	≥ 0.016	1 大豆异黄酮、大豆苷、大豆苷元、染料木素、染料木苷的测定
染料木素, g/100g	≥ 0.024	1 大豆异黄酮、大豆苷、大豆苷元、染料木素、染料木苷的测定
染料木苷, g/100g	≥ 2.21	1 大豆异黄酮、大豆苷、大豆苷元、染料木素、染料木苷的测定
钙 (以Ca计), g/100g	23.44-39.06	GB 5009.92 “第一法 火焰原子吸收光谱法”

1 大豆异黄酮、大豆苷、大豆苷元、染料木素、染料木苷的测定 (来源于《保健食品检验与评价技术规范》(2003年版)中金雀异黄酮的测定)

1.1 范围

本方法规定了保健食品和普通食品中金雀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金雀异黄酮的含量测定。

最低检出限量为: 0.1 μg ;

本方法最佳线性范围: 1.00~125 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

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0.45 μm 滤膜、定容后进行液相色谱分析。试样中的金雀异黄酮用 C_{18} 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 金雀异黄酮 (Genistein) 标准品。

1.3.5 0.050mol/L 醋酸铵, pH 4.6: 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 C_{18} 柱, 填料粒径10 μm 。

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: 20.0 μL 。

1.5.2 试样制备

1.5.2.1 保健食品: 准确称取1g试样, 加50mL甲醇水 (1.3.3) 超声提取30min, 上清液抽滤, 残渣用甲醇水 (1.3.3) 洗, 洗液一并抽滤, 定容至100.0mL, 过0.45 μm 滤膜, 测定。

1.5.2.2 豆奶粉类食品: 准确称取磨碎的豆粉或奶粉类试样5~10g, 用60~100mL乙醚分三次脱脂, 弃去乙醚层, 加50mL甲醇水 (1.3.3) 超声提取30min, 上清液抽滤, 残渣用甲醇水 (1.3.3) 洗, 洗涤液一并抽滤, 定容后过0.45 μm 滤膜, 测定。

1.5.2.3 各种豆腐: 准确称取试样10g, 用玻棒搅匀后用60mL乙醚分三次脱脂, 加50mL甲醇水 (1.3.3) 超声提取30min, 过滤, 测量体积后过0.45 μm 滤膜, 测定。

1.5.2.4 豆腐丝、豆腐干: 准确称取试样10g, 加无水硫酸钠研磨, 转入具塞三角瓶中, 加50mL甲醇水 (1.3.3) 超声提取30min, 过滤, 定容后过0.45 μm 滤膜, 测定。

1.5.2.5 金雀异黄酮储备液: 精密称取金雀异黄酮标准品10.0mg, 用甲醇溶解并定容至10mL。此液为1.0mg/mL。

1.5.2.6 金雀异黄酮应用液: 分别取金雀异黄酮储备液0.01、0.05、0.10、0.30、0.50、1.25mL, 用甲醇定容至10.0mL。

L (浓度各为1.00、5.00、10.0、30.0、50.0、125 µg/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—试样中金雀异黄酮的含量, m g/kg;

A—试样的峰面积或峰高;

C_i —金雀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。

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酮, 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 可以建立金雀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。

1.9.4 在标准储备液中可同时加入黄豆苷(Daidzin)、染料木苷(Genistin)、黄豆苷原(Daidzein)标准品, 黄豆苷, 染料木苷, 黄豆苷原不干扰金雀异黄酮的测定。

【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.大豆异黄酮

项 目	指 标
来源	豆粕
制法	经过筛、浸出（3~4倍65%~75%乙醇，55~65℃，3~4h）、结晶、分离（板框压滤，压力≤0.4M Pa）、过滤、湿热灭菌（100℃，30m in）、喷雾干燥、包装等主要工艺加工制成。
感官要求	白色或淡黄色粉末
水分，%	≤5
粒径	90%通过80目
灰分，%	≤4
大豆异黄酮，%	≥40
大豆苷，g/100g	≥5
大豆苷元，g/100g	≥0.1
染料木素，g/100g	≥0.2
染料木苷，g/100g	≥35
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
砷（以As计），mg/kg	≤0.3
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1

2.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。

3.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。

4.维生素E粉

项 目	指 标
来源	d1-α醋酸生育酚、玉米淀粉、明胶、蔗糖、二氧化硅
制法	经雾化、混合、喷雾干燥、过筛、包装等主要工艺加工制成。
感官要求	白色至乳白色粉末
维生素E，%	≥50
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.0
砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
灰分，%	≤2.0
水分，%	≤5.0
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌，CFU/g	≤25
酵母菌，CFU/g	≤25
致病菌（沙门氏菌、金黄色葡萄球菌）	不得检出

5.玉米淀粉：应符合GB/T 8885《食用玉米淀粉》的规定。

6.明胶空心胶囊：应符合《中华人民共和国药典》的规定。