

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20110517

百合康牌胶原蛋白大豆提取物软胶囊

- 【原料】 鱼胶原蛋白粉、大豆提取物
- 【辅料】 大豆油、明胶、纯化水、蜂蜡、甘油
- 【生产工艺】 本品经混合、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】 塑料瓶应符合GB 4806.7的规定；封口垫片应符合YBB00152005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	囊皮呈淡黄色；内容物呈黄色至棕黄色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味
性状	软胶囊，完整光洁，无粘连；内容物为油性膏状物
杂质	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
灰分，g/100g	≤3.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
酸价，mgKOH/g	≤8.0	GB 5009.229
过氧化值，g/100g	≤0.25	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
镉（以Cd计），mg/kg	≤0.1	GB 5009.15

六六六, mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.2	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	≤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
蛋白质, g/100g	≥25	GB 5009.5
大豆异黄酮总量, mg/100g	≥626	1 大豆异黄酮总量的测定
大豆苷, mg/100g	≥267.6	1 大豆异黄酮总量的测定
大豆苷元, mg/100g	≥23.4	1 大豆异黄酮总量的测定
染料木素, mg/100g	≥8.6	1 大豆异黄酮总量的测定
染料木苷, mg/100g	≥326.4	1 大豆异黄酮总量的测定

1 大豆异黄酮总量的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003版）中“金雀异黄素的测定”）

1.1 术语和定义：大豆异黄酮为大豆苷、大豆苷元、染料木素（金雀异黄素）、染料木苷、大豆黄苷、大豆黄素的总称，黄酮类物质。

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。试样中的金雀异黄素用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 金雀异黄素标准品。

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（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0.45μm滤膜，测定。
- 1.5.2.5 金雀异黄素储备液：分别精密称取大豆苷标准品、大豆苷元标准品、染料木苷标准品、染料木素标准品10.0mg，分别用甲醇溶解并定容至10mL。此液为1.0mg/mL。
- 1.5.2.6 金雀异黄素应用液：分别金雀异黄素储备液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—试样中金雀异黄素的含量，mg/kg；
- A—试样的峰面积或峰高；
- C_i—金雀异黄素标准溶液的浓度，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。

样品中大豆异黄酮含量X（μg/g）=X₁+X₂+X₃+X₄（X₁、X₂、X₃、X₄分别表示样品中大豆苷、大豆苷元、染料木苷、染料木素的含量）

- 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 可以建立金雀异黄素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大豆苷、染料木苷、大豆苷元标准品，大豆苷，染料木苷，大豆苷元不干扰金雀异黄素的测定。

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】 装量差异指标应符合《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. 鱼胶原蛋白粉：

项 目	指 标
来源	新鲜鱼皮
制法	经过滤、酶解（0.02～1.0%蛋白酶，50～55℃，1～3h）、脱色、浓缩、膜过滤、喷雾干燥（进风口温度：175～195℃，出风口温度：85～95℃）、包装等工艺制成。
蛋白质，%	≥90
水分，%	≤8.0
灰分，%	≤2.0
重金属，mg/kg	≤0.5
砷（以As ₂ O ₃ 计），mg/kg	≤0.5
pH(1%溶液)	4.0～7.0
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92

沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

2. 大豆提取物:

项 目	指 标
来源	非转基因大豆胚芽 应符合相关食品安全国家标准
制法	经提取（加入5倍量75%酒精85℃提取2h）、浓缩、D312大孔吸附树脂吸附30min、解析、浓缩、真空干燥（70℃，3h）、粉碎、过筛、包装等工艺制成。
提取率，%	约90
大豆异黄酮（以大豆苷+黄豆黄苷+染料木苷+大豆苷元+黄豆黄素+染料木素计），%	≥20
粒度，目数	≥80
干燥失重，%	≤10
重金属（以Pb计），mg/kg	≤1.0
砷（以As计），mg/kg	≤0.5
乙醇残留，%	≤0.5
二乙烯苯，μg/kg	≤50
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌，CFU/g	≤25
酵母，CFU/g	≤25
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

3. 大豆油：应符合GB/T 1535《大豆油》的规定。

4. 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。

5. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 蜂蜡：应符合GB 1886.87《食品安全国家标准 食品添加剂 蜂蜡》的规定。

7. 甘油：应符合GB 29950《食品安全国家标准 食品添加剂 甘油》的规定。
