

ICS 67.060
X 11



中华人民共和国国家标准

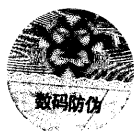
GB/T 22464—2008

大豆皂苷

Soybean saponin

2008-11-04 发布

2009-01-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由国家粮食局提出。

本标准由全国粮油标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位：南京财经大学。

本标准参与起草单位：上海交通大学、武汉工业学院、黑龙江九三粮油工业集团公司、黑龙江双河松嫩大豆生物工程有限公司。

本标准主要起草人：袁建、鞠兴荣、汪海峰、赵大云、张世宏、卞清德、罗莉、王哲。

大豆皂苷

1 范围

本标准规定了大豆皂苷的术语和定义、质量要求和卫生要求、检验方法、检验规则、标签标识,以及包装、运输、贮存要求。

本标准适用于以大豆、大豆粕或大豆胚芽为原料提取的商品大豆皂苷。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

- GB/T 4789.2 食品卫生微生物学检验 菌落总数测定
- GB/T 4789.3 食品卫生微生物学检验 大肠菌群测定
- GB/T 4789.4 食品卫生微生物学检验 沙门氏菌检验
- GB/T 4789.5 食品卫生微生物学检验 志贺氏菌检验
- GB/T 4789.10 食品卫生微生物学检验 金黄色葡萄球菌检验
- GB/T 4789.15 食品卫生微生物学检验 霉菌和酵母计数
- GB/T 5009.1 食品卫生检验方法 理化部分 总则
- GB/T 5009.3 食品中水分的测定
- GB/T 5009.4 食品中灰分的测定
- GB/T 5009.11 食品中总砷及无机砷的测定
- GB/T 5009.12 食品中铅的测定
- GB/T 5492 粮食、油料检验 色泽、气味、口味鉴定法
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 7718 预包装食品标签通则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

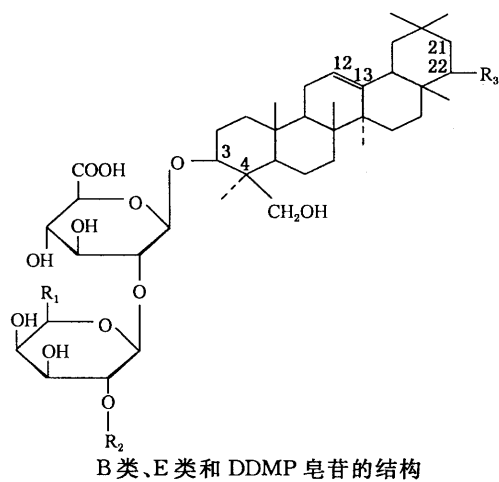
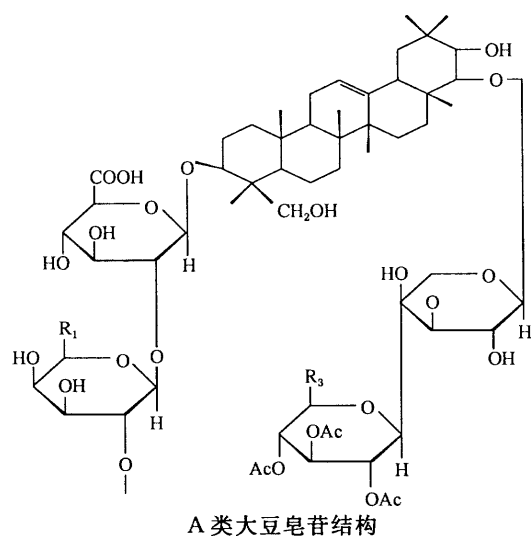
大豆皂苷 soybean saponin

以大豆、大豆粕或大豆胚芽为原料生产的,由非极性的三萜苷元(aglycone 或 sapogenol)和低聚糖链(glycones)组成的五环三萜类齐墩果烷型皂甙产品。

4 质量要求和卫生要求

4.1 成分特征

大豆皂苷产品中主要成分为 A 类、B 类、E 类或 DDMP 类皂苷,其主成分的化学结构见图 1。



大豆皂苷结构图中 R₁、R₂、R₃ 基团

组名	代号	R ₁	R ₂	R ₃
A 组	Aa	CH ₂ OH	β-D-Glc	H
	Ab	CH ₂ OH	β-D-Glc	CH ₂ OCOCH ₃
	Ac	CH ₂ OH	α-L-Rha	CH ₂ OCOCH ₃
	Ad	H	β-D-Glc	CH ₂ OCOCH ₃
	Ae	CH ₂ OH	H	H
	Af	CH ₂ OH	H	CH ₂ OCOCH ₃
	Ag	H	H	H
	Ah	H	H	CH ₂ OCOCH ₃
B 组	Ba (V)	CH ₂ OH	β-D-Glc	—OH
	Bb (I)	CH ₂ OH	α-L-Rha	
	Bc(II)	H	α-L-Rha	
	Bb'(III)	CH ₂ OH	H	
	Bc'(IV)	H	H	

图 1 大豆皂苷主成分的化学结构

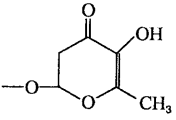
组名	代号	R ₁	R ₂	R ₃
E 组	Bd	CH ₂ OH	β-D-Glc	=O
	Be	CH ₂ OH	α-L-Rha	
DDMP	αg	CH ₂ OH	β-D-Glc	
	βg	CH ₂ OH	α-L-Rha	
	βa	H	α-L-Rha	
	γg	CH ₂ OH	H	
	γg	H	H	

图 1 (续)

4.2 质量指标

大豆皂苷质量指标见表 1。

表 1 大豆皂苷质量指标

项 目	质量指标
色泽、外观	黄色至棕黄色粉末
气味、口味	气味、口味正常,无异味
杂质	无肉眼可见杂质
水分/%	≤ 5.0
灰分(以干基计)/%	≤ 3.0
大豆皂苷含量(以干基计)/%	≥ 40
pH 值(1%水溶液)	6.5±1.0

4.3 卫生指标

4.3.1 大豆皂苷卫生指标见表 2。

表 2 大豆皂苷卫生指标

项 目	卫生指标
菌落总数/(CFU/g)	≤ 1 000
大肠菌群/(MPN/100 g)	≤ 30
霉菌和酵母菌总数/(CFU/g)	≤ 100
致病菌(指肠道致病菌和致病性球菌)	不得检出
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 0.5
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 1.0

4.3.2 植物检疫按照国家有关标准和规定执行。

5 检验方法

5.1 扦样、分样:按 GB/T 5009.1 执行。

5.2 色泽、气味、口味检验:按 GB/T 5492 执行。

5.3 杂质测定:取一定量的试样平摊后,在自然光线下,肉眼观察有无与产品颜色差异的斑点或其他物质。

5.4 水分测定:按 GB/T 5009.3 执行。

- 5.5 灰分含量测定:按 GB/T 5009.4 执行。
- 5.6 大豆皂苷含量测定:按附录 A 执行。
- 5.7 菌落总数测定:按 GB/T 4789.2 执行。
- 5.8 大肠菌群测定:按 GB/T 4789.3 执行。
- 5.9 致病菌检验:按 GB/T 4789.4、GB/T 4789.5、GB/T 4789.10 执行。
- 5.10 霉菌和酵母数检验:按 GB/T 4789.15 执行。
- 5.11 总砷含量测定:按 GB/T 5009.11 执行。
- 5.12 铅含量测定:按 GB/T 5009.12 执行。
- 5.13 pH 值测定:称取 1.00 g 样品,加入到 99.0 mL 水中,搅拌均匀,制成 1.0% 的样品溶液。用 pH 计测定样液 pH 值。

6 检验规则

6.1 检验批

同一批原料,同一班次生产的产品为一批。

6.2 出厂检验

按本标准 4.2 的规定对每批产品检验。

6.3 型式检验

6.3.1 遇有下列情况之一时,应进行型式检验:

- 常年连续生产的每年至少进行一次;
- 当原料、设备、工艺有较大变化可能影响产品质量时;
- 质量监督部门提出要求时。

6.3.2 型式检验按本标准 4.2、4.3 规定执行。

6.4 判定规则

6.4.1 检验结果全部符合本标准要求时,判定该批产品为合格品。

6.4.2 卫生指标中有一项检验结果不符合本标准要求时,判定该批产品为不合格产品。

6.4.3 除卫生指标外,其他项目检验结果不符合本标准要求时,可在原批次产品中双倍抽样复检一次,若仍有指标不合格,则判该批产品为不合格产品。

7 标签标识

7.1 应符合 GB 7718 的规定及要求。

7.2 凡标识“大豆皂苷”的产品均应符合本标准。

7.3 采用转基因大豆为原料生产的产品,应按国家有关规定进行标识。

7.4 应注明产品原料的生产国名。

8 包装、运输及贮存

8.1 包装材料或容器应符合相应食品卫生要求,包装应完整、无破损、无污染。

8.2 应使用符合卫生要求的工具、容器运送,运输中应注意防止日晒、雨淋、污染和标签脱落。

8.3 应贮存于清洁、干燥、阴凉处。不得与有毒、有害物质混存。

附 录 A
(规范性附录)
大豆皂苷含量测定

A.1 高效液相色谱法

A.1.1 范围

本方法规定了采用高效液相色谱测定大豆皂苷中皂苷含量的方法。

本方法皂苷各单体的检出限为 0.1 g/kg。

A.1.2 原理

试样用 80%乙醇溶解后,经 0.45 μm 滤膜过滤,采用反相键合相色谱测定,根据色谱峰保留时间进行定性,根据峰面积或峰高定量,计算大豆皂苷各单体的含量之和为大豆皂苷含量。

A.1.3 试剂

除非另有说明,仅使用确认为优级纯的试剂。

A.1.3.1 水:符合 GB/T 6682 规定的一级。

A.1.3.2 甲醇。

A.1.3.3 80%乙醇溶液:量取 800 mL 无水乙醇加水稀释至 1 000 mL。

A.1.3.4 大豆皂苷标准溶液:称取 A 类、B 类、E 类及 DDMP 类大豆皂苷单体标准品(含量≥98%)各 10.0 mg 置于 100 mL 容量瓶中,用 80%乙醇溶液溶解并稀释至刻度,摇匀。每毫升溶液分别含每种大豆皂苷单体标准品 0.10 mg。

A.1.4 仪器与设备

除常规实验室仪器设备外,还包括以下仪器设备:

A.1.4.1 高效液相色谱仪:具紫外检测器。

A.1.4.2 高效液相色谱分析参考条件:

——色谱柱: Nova-pak C₁₈ 柱 3.9 mm×300 mm,或相同性质的填充柱。

——流动相: 甲醇水溶液, V(甲醇)+V(水)=80+20。

——流速: 1.0 mL/min。

——检测器: 紫外检测器, 205 nm 波长, 0.2 AUFS。

——色谱柱温度: 30 ℃。

——进样量: 10 μL。

A.1.5 操作步骤

A.1.5.1 试样制备

称取试样约 0.1 g, 精确至 0.001 g, 加 80%乙醇溶液溶解并稀释定容至 100 mL, 混匀, 通过 0.45 μm 微孔滤膜过滤, 滤液备作高效液相色谱(HPLC)分析用。

A.1.5.2 测定

在相同的色谱分析条件下, 分别取 10 μL 大豆皂苷溶液和试样溶液注入高效液相色谱分析, 根据保留时间定性, 外标峰面积定量。

A.1.6 结果计算

大豆皂苷的含量按式(A.1)计算:

$$X = \frac{\sum(A_i) \times V \times 100}{V_1 \times m \times 1\,000 \times (100 - w)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

X ——产品中大豆皂苷的含量(以质量分数计), %;

A_i ——进样体积中大豆皂苷单体组分 i 的质量, 单位为毫克(mg);

V ——样品稀释总体积, 单位为微升(μL);

V_1 ——进样体积, 单位为微升(μL);

m ——样品质量, 单位为克(g);

w ——样品水分(以质量分数计), %。

计算结果保留三位有效数字。

A. 1.7 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 5%。

A. 2 分光光度法

A. 2.1 范围

本方法规定了采用分光光度法测定大豆皂苷中皂苷含量的方法。

本方法大豆皂苷的检出限为 0.1 g/kg。

A. 2.2 原理

样品用 50% 甲醇水溶液溶解后, 在酸性条件下水解, 以乙酸乙酯萃取出苷元, 与香草醛、高氯酸反应显色, 在 560 nm 波长下测定吸光度, 与标准曲线比较定量。

A. 2.3 试剂

A. 2.3.1 高氯酸。

A. 2.3.2 95% 乙醇。

A. 2.3.3 乙酸乙酯。

A. 2.3.4 50% 甲醇溶液: 量取 100 mL 甲醇加入 100 mL 水中, 摇匀。

A. 2.3.5 2 mol/L HCl 溶液: 量取 16.5 mL HCl 加水稀释至 100 mL。

A. 2.3.6 5% 香草醛冰乙酸溶液: 称取 5.00 g 香草醛溶于 100 mL 冰乙酸中, 摇匀。

A. 2.3.7 大豆皂苷标准溶液: 称取大豆皂苷单体标准品或混合标准品(含量 $\geq 98\%$) 10.0 mg 用少量 50% 甲醇溶液溶解后, 加入 2 mol/L HCl 60 mL 100 °C 水解 5 h, 用 70 mL 乙酸乙酯分数次萃取, 提取液用旋转蒸发器蒸干后, 用 95% 乙醇溶解并转移至 100 mL 容量瓶中, 以 95% 乙醇定容至刻度, 摇匀。每毫升溶液含大豆皂苷 0.10 mg。

A. 2.4 仪器

除常规实验室仪器设备外, 还包括以下仪器设备:

分光光度计: 具 1 cm 比色皿。

A. 2.5 操作步骤

A. 2.5.1 试样制备

称取试样约 0.1 g, 精确至 0.001 g, 溶于 50 mL 50% 甲醇溶液中, 用 50% 的甲醇溶液定容于 100 mL, 取 10 mL 加入 2 mol/L HCl 60 mL, 100 °C 水解 5 h, 用 70 mL 乙酸乙酯分数次萃取, 提取液用旋转蒸发器蒸干后, 用 95% 乙醇溶解并转移至容量瓶中, 以 95% 乙醇定容至 100 mL 作为待测样液。

A. 2.5.2 标准曲线的绘制

取大豆皂苷标准溶液(A. 2.3.7) 0 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.3 mL、0.4 mL、0.5 mL、0.6 mL、0.7 mL (相当于大豆皂苷 0 mg、0.01 mg、0.02 mg、0.03 mg、0.04 mg、0.05 mg、0.06 mg、0.07 mg) 于 10 mL 具塞试管中, 水浴挥干, 加 5% 的香草醛冰乙酸溶液 0.2 mL, 加入高氯酸 0.8 mL, 摇匀, 60 °C 水浴加热 15 min, 取出后立即用流水冷却, 加入 4 mL 冰乙酸稀释摇匀后, 在 560 nm 处以 0 管调零, 测定吸光度, 每个浓度平行测定两次, 计算平均吸光度值, 以吸光度值为横坐标, 大豆皂苷质量(mg) 为纵坐

标,绘制标准曲线。

A.2.5.3 测定

吸收待测样液(A.2.5.1) 0.4 mL于10 mL具塞试管中,水浴挥干,加5%的香草醛冰乙酸溶液0.2 mL,加入高氯酸0.8 mL,摇匀,60℃水浴加热15 min,取出后立即用流水冷却,加入4 mL冰乙酸稀释摇匀后,在560 nm处以0管调零,测定吸光度,与标准曲线比较定量。

A.2.6 结果计算

大豆皂苷的含量按式(A.2)计算:

$$X = \frac{A \times V \times V_2 \times 100}{V_1 \times V_3 \times m \times 1\,000 \times (100 - w)} \times 100 \dots\dots\dots(A.2)$$

式中:

X ——产品中大豆皂苷含量(以质量分数计),%;

A ——样液中大豆皂苷的质量,单位为毫克(mg);

V ——样品稀释总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——水解时取样液体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——水解液定容体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——测定用水解液定容体积,单位为毫升(mL);

m ——样品质量,单位为克(g);

w ——样品水分(以质量分数计),%。

计算结果保留三位有效数字。

A.2.7 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的5%。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
大 豆 皂 苷
GB/T 22464—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

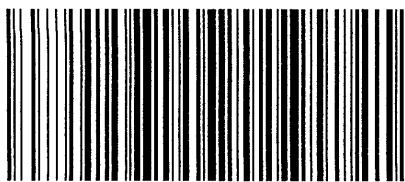
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 15 千字
2009年1月第一版 2009年1月第一次印刷

*

书号: 155066·1-35459 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 22464—2008