

中华人民共和国国家标准

GB/T 22464—202X
代替 GB/T 22464—2008

大豆皂苷

Soybean saponin

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替GB/T 22464-2008，与GB/T 22464-2008相比，主要技术变化为：

- 更改了规范引用文件（见第2章，2008年版的第2章）；
- 更改了质量指标（见4.2，2008年版的4.2）；
- 删除了卫生指标（见2008年版的4.3）；
- 更改了检验方法（见第5章，见2008年版的第5章）；
- 更改了检验规则、标签和标识、包装、贮存和运输（见第6、7、8章，2008年版的第6、7、8章）

请注意本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由国家粮食和物资储备局提出。

本文件由全国粮油标准化技术委员会（SAC/TC 270）归口。

本文件起草单位：南京财经大学、山东省粮油检测中心、江苏普洛泰生物有限公司、贵阳市粮食和物资储备安全保障中心（贵阳市粮油质量检测中心）、中储粮（镇江）质检中心有限公司、湖北省粮油食品质量监督检测中心、内蒙古自治区粮油标准质量检测中心、中储粮质检中心有限公司、中储粮江苏质检中心有限公司、武汉轻工大学、北京工商大学、南京工业大学、迈安德集团有限公司、安徽工程大学、山东禹王生物技术有限公司。

本文件主要起草人：李光磊、王法军、袁建、黄洋、邢常瑞、付慧彦、钱国平、高倩、王泉鹏、杨堰锬、应知伟、程玉琢、王平东、刘新旗、赵康宇、张星河、谢丹、李晨、刘军、袁伟岗、方世文。

本文件及其所代替的历次版本发布情况为：

- 2008年首次发布为GB/T 22464-2008；
- 本次为第一次修订。

大豆皂苷

1 范围

本文件界定了大豆皂苷的术语和定义，规定了质量要求、检验方法、检验规则、标识及包装、贮存、运输要求。

本文件适用于以大豆、大豆粕或大豆胚芽为原料生产的商品大豆皂苷。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB 5009.1 食品安全国家标准 理化检验 总则

GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB 5009.4 食品安全国家标准 食品中灰分的测定

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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

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苷产品。

4 质量要求

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。

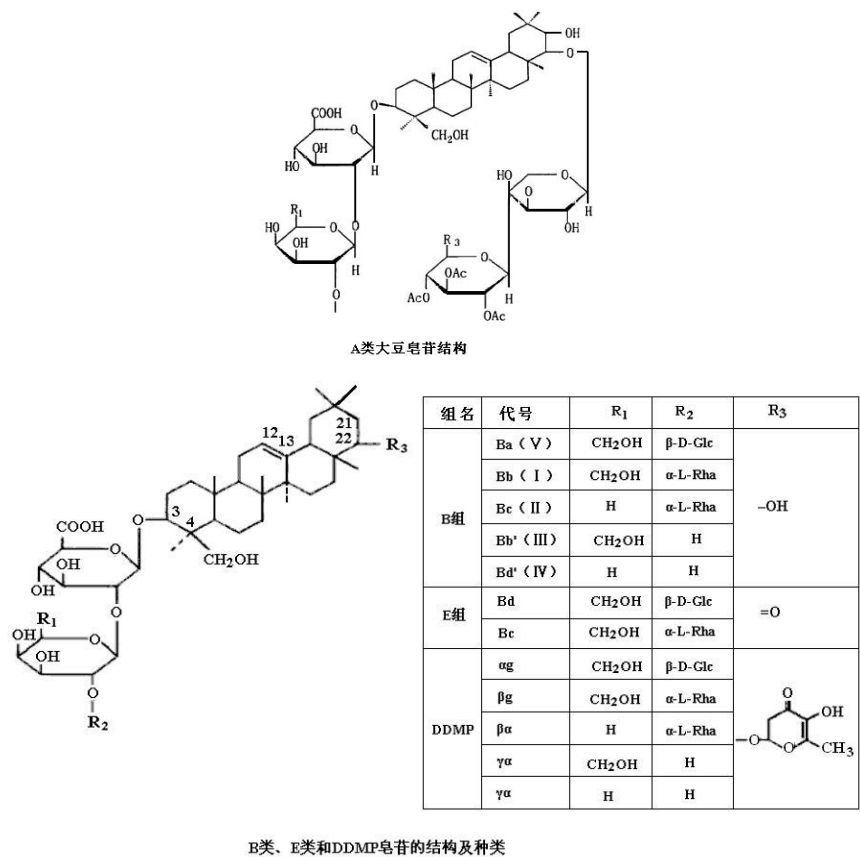


图1 大豆皂苷主成分的化学结构

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、滋味正常，无异味
杂质	无肉眼可见杂质
水分含量/%	≤ 5.0
灰分含量（以干基计）/%	≤ 5.0
大豆皂苷含量（以干基计）/%	≥ 30.0

5 检验方法

- 5.1 扦样：按 GB 5009.1 进行。
- 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开，在自然光线下肉眼观察有无与产品颜色差异的斑点或其它物
- 5.4 水分测定：按 GB 5009.3 执行。
- 5.5 灰分含量测定：按 GB 5009.4 执行。
- 5.6 大豆皂苷含量测定：按附录 A 执行。

6 检验规则

6.1 检验批

同原料、同工艺、同班次生产的同种产品为一批。

6.2 出厂检验

按本文件4.2的规定项目进行检验，其中色泽、外观，气味、口味，杂质、水分、大豆皂苷含量应随生产按批次检验，灰分含量按原料批量定期扦样检验。

6.3 型式检验

6.3.1 当原料、设备、工艺有较大变化或监督部门提出要求时，均应进行型式检验。

6.3.2 按本文件第4章规定的全部指标进行检验。

6.4 判定规则

6.4.1 全部质量指标符合本文件规定时，判定该产品合格。

6.4.2 检验结果不符合表1要求时，可在原批次产品中双倍抽样复检一次，判定以复检结果为准，若仍有指标不合格，则判该批产品为不合格。

7 标签标识

在包装或随行文件上按本文件规定的名称标注。

8 包装、贮存和运输

8.2 包装材料或容器应无毒、无异味、干燥、清洁、坚固结实，封口或者缝口应严密。

8.3 应贮存于阴凉、干燥及避光处。不应与有害、有毒物品一同存放。

8.4 应使用清洁卫生的工具、容器运送，运输中应注意防晒、防雨、防潮、防污染和标签脱落，不应与有毒、有异味的物品混运。

附 录 A
(规范性)
大豆皂苷含量的测定

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法测定大豆皂苷中皂苷含量的测定方法。
本标准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0.45μm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, 在分析中仅使用确认为的优级纯试剂。

A. 1. 3. 1 水, GB/T 6682, 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1000 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: XBridge C18 4.6×250 mm, φ5μm, 或相同性质的填充柱。

——流动相A: 0.05%乙酸水溶液, 流动相B: 0.05%乙酸乙腈溶液。

A. 1 流动相的梯度洗脱条件

时间, min	流速, mL/min	A, %	B, %
0	1.00	95	5
10	1.00	95	5
30	1.00	80	20
40	1.00	70	30
80	1.00	60	40
90	1.00	20	80
95	1.00	95	5
100	1.00	95	5

----检测器：紫外检测器，205 nm。

----色谱柱温度：30℃。

----进样量：10 μL。

A.1.5 分析步骤

A.1.5.1 试样制备

称取试样约 0.1 g，精确到 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 HPLC 分析用。

A.1.5.2 测定

在相同的色谱分析条件下，分别取10μL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.1.5.3 结果计算

大豆皂苷的含量按公式（A.1）计算：

$$X = \frac{\sum (A_i) \times V \times 100}{V_1 \times m \times 1000 \times (100 - M)} \times 100 \quad \text{..... (A.1)}$$

式中：

X ——产品中大豆皂苷的含量，单位为质量分数（%）；

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）；

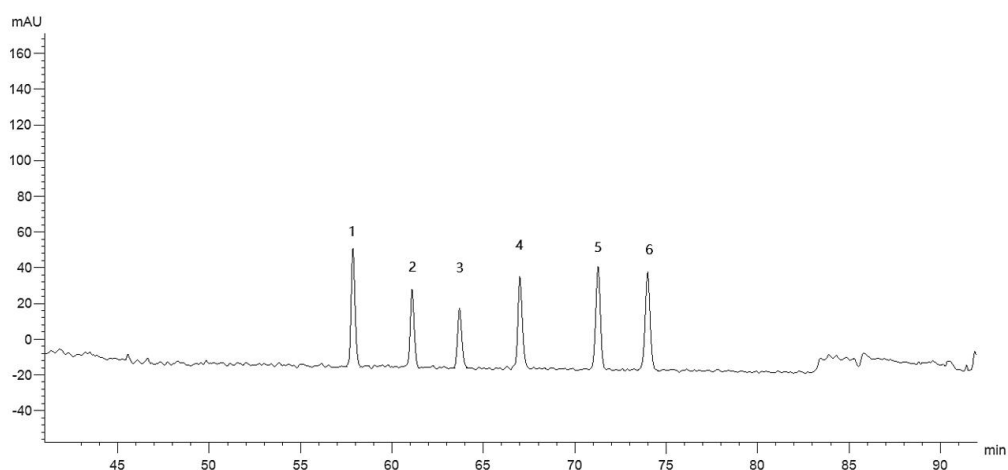
m ——样品质量，单位为克（g）；

M ——样品水分，单位为质量分数（%）。

计算结果保留三位有效数字。

A.1.6 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%。



标引序号说明：

1——大豆皂苷 Aa

2——大豆皂苷 Ab

3——大豆皂苷 Ac

4——大豆皂苷 Af

5——大豆皂苷 Ba

6——大豆皂苷 Bb

图 A.1 六种大豆皂苷标准高效液相色谱示意图（A.1.5.2）

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测定方法。

本文件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100mL甲醇加入100 mL水中,摇匀。

A.2.3.5 2 mol/L HCl溶液:量取16.5mLHCl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%甲醇水溶液溶解后,加入2 mol/L HCl 60 mL 100℃水解5 h,用70mL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 分析步骤

A.2.5.1 试样液制备

称取试样约0.1 g,精确到0.001 g,溶于50 mL 50%甲醇水溶液中,用50%的甲醇溶液定容于100 mL,取10 mL加入2 mol/L HCl 60 mL 100℃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.6.7) 0、0.1、0.2、0.3、0.4、0.5、0.6、0.7 mL(相当于大豆皂苷0、0.01、0.02、0.03、0.04、0.05、0.06、0.07 mg)于10mL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,每个浓度平行测定二次,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.8.1) 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.2.5.4 结果计算

大豆皂苷的含量按公式 (A.2) 计算:

$$X = \frac{A \times V \times V_2 \times 100}{V_1 \times V_3 \times m \times 1000 \times (100 - M)} \times 100 \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

X ——产品中大豆皂苷含量, 单位为质量分数 (%);

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);

M ——样品水分, 单位为质量分数 (%).

计算结果保留三位有效数字。

A.2.6 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对值差不得超过算术平均值的 5%。