

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20170421

艾兰得®维生素AD软胶囊（1～3岁）

【原料】 维生素A（棕榈酸视黄酯）、维生素D₃油（胆钙化醇、玉米油、混合生育酚浓缩液）

【辅料】 核桃油、明胶、甘油、纯化水

【生产工艺】 本品经混合、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】

口服固体药用高密度聚乙烯瓶应符合《口服固体药用高密度聚乙烯瓶》（YBB00122002-2015）；药用铝塑封口垫应符合《药用铝塑封口垫片通则》（YBB00212004-2015）。

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
性状	胶囊整洁，无粘连、变形等现象；内容物为澄清的油状液体
杂质	无正常视力可见的外来异物
色泽	囊皮呈透明的淡黄色至黄色，内容物呈淡黄色至黄色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味

【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
酸价，mgKOH/g	≤3	GB 5009.229

过氧化值, g/100g	≤0.25	GB 5009.227
黄曲霉毒素B ₁ , μg/kg	≤10	GB 5009.22
铅(内容物, 以Pb计), mg/kg	≤0.02	取内容物, 按GB 5009.12检测
总砷(内容物, 以As计), mg/kg	≤0.3	取内容物, 按GB 5009.11检测
总汞(内容物, 以Hg计), mg/kg	≤0.02	取内容物, 按GB 5009.17检测

【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
沙门氏菌(以内容物计)	≤0/25g	GB 4789.4
菌落总数(以内容物计), CFU/g	≤1000	GB 4789.2
大肠菌群(以内容物计), MPN/g	≤0.43	GB 4789.3 MPN计数法
霉菌和酵母(以内容物计), CFU/g	≤50	GB 4789.15
金黄色葡萄球菌(以内容物计)	≤0/25g	GB 4789.10
沙门氏菌(以内容物计)	≤0/25g	GB 4789.4

【功效成分含量测定】应符合表4的规定。

表4 功效成分含量测定

项 目	指 标	检测方法
维生素A, μgRE/g	466.8~800.0	1 维生素A的测定
维生素D ₃ , μg/g	14.4~26.6	2 维生素D ₃ 的测定

1 维生素A的测定

1.1 范围: 本方法规定了用高效液相法测定维生素A的方法。本方法适用于艾兰得®维生素AD软胶囊(1~3岁)中维生素A的测定。

1.2 原理: 棕榈酸视黄酯(棕榈酸维生素A)在氢氧化钾的作用下, 水解为维生素A醇, 注入反相色谱柱上, 用流动相洗脱分离, 紫外检测器测定, 外标法计算棕榈酸视黄酯(棕榈酸维生素A)含量。

1.3 试剂和材料

1.3.1 异丙醇: 色谱纯。

1.3.2 甲醇: 色谱纯。

1.3.3 水: GB/T 6682-2008中的一级水。

1.3.4 异丙醇溶液: 每升异丙醇中含1 g二丁基基甲苯。

1.3.5 氢氧化钾溶液: 称56.1g氢氧化钾, 加水50ml溶解。

1.3.6 全反式醋酸维生素A标准品, USP或Ch. P。

1.4 试剂和材料参考色谱条件(GB 29943—2013)

- 1.4.1 色谱柱：C18液相色谱柱，125 mm×4 mm，粒径5 μm，或同等性能的色谱柱
- 1.4.2 流动相：甲醇：水=95：5（体积比）
- 1.4.3 流速：1 mL/min
- 1.4.4 检测波长：325 nm
- 1.4.5 进样量：10 μL
- 1.4.6 保留时间：维生素A醇的保留时间约为3 min
- 1.5 试样溶液的制备：取本品50粒内容物，混合均匀，称取约4.0 g，精确至0.0001 g，置于100mL棕色容量瓶中，用10 mL异丙醇溶液溶解，加入4 mL氢氧化钾溶液。轻轻振摇，让混合液在60℃～65℃下水解反应15 min。冷却至室温，用异丙醇溶液稀释至100 mL，轻摇混匀防止产生气泡，得到试样溶液。
- 1.6 标准溶液的制备：称取适量全反式醋酸维生素A标准品（称样量约含1×10⁴ IU全反式醋酸维生素A），精确至0.0001 g，置于100 mL容量瓶中，用10 mL异丙醇溶液迅速溶解。加入4 mL氢氧化钾溶液。轻摇混匀，让混合液在60℃～65℃下水解反应15 min。冷却至室温，用异丙醇溶液稀释至100 mL，轻摇混匀防止产生气泡，得到标准溶液。
- 1.7 测定：在参考色谱条件下，分别对试样溶液和标准溶液进行测定，分别记录相应色谱图中维生素A醇的峰面积值。按结果计算中的公式计算试样中棕榈酸视黄酯（棕榈酸维生素A）的含量。
- 1.8 结果计算

$$\text{样品中维生素A的含量 (IU/g)} = \frac{A_1 \times c \times 100}{A_2 \times m}$$

式中：

- A_1 —试样溶液色谱图中维生素A醇的平均峰面积值；
 c —全反式醋酸维生素A标准品的浓度，单位为国际单位每毫升（IU/mL）；
 A_2 —标准溶液色谱图中维生素A醇的平均峰面积值；
 m —试样的质量，单位为克（g）。

2 维生素D₃的测定

- 2.1 范围：本方法规定了用高效液相法测定维生素D₃的方法。本方法适用于艾兰得®维生素AD软胶囊（1～3岁）中维生素D₃的测定。
- 2.2 原理：利用各组份在流动相和固定相的分配系数的不同而加以分离，以保留时间定性，峰面积定量。
- 2.3 试剂与仪器
 - 2.3.1 正己烷：色谱级
 - 2.3.2 二甲亚砜(DMSO)：色谱级
 - 2.3.3 异丙醇：色谱级
 - 2.3.4 维生素D₃对照品：官方或二级对照品
 - 2.3.5 高效液相色谱仪：附紫外检测器。
- 2.4 色谱条件
 - 2.4.1 色谱柱：硅胶柱，50mm×4.6mm，2.7μm
 - 2.4.2 流动相：异丙醇：正己烷=0.5：99.5
 - 2.4.3 流速：2.0mL/min
 - 2.4.4 检测波长：264nm
 - 2.4.5 进样量：75μL
- 2.5 对照品溶液的制备：精密称定一定量的维生素D₃对照品，置于棕色容量瓶中，用正己烷溶解并逐步稀释成浓度为0.5μg/mL的正己烷溶液，即为对照液。
- 2.6 样品处理：取本品20粒内容物，混合均匀，精密称取约0.8g，置于200mL棕色容量瓶中，加50mL二甲亚砜，塞紧瓶塞，上述溶液在60℃±3℃下强烈超声45min，取出，冷至室温，加入25.0mL正己烷，强烈振

摇，再加18%NaCl溶液15mL，缓缓摇动，放空，具塞，放冷。高速涡旋混合约10min，再静置15min，轻轻吸取上层液体于50mL离心管中，以3000r/min离心约5min，取正己烷层上清液过滤，注入液相色谱仪测定。

2.7 结果计算

$$X = \frac{A_{\text{样}} \times C \times 25}{A_{\text{标}} \times W_{\text{样}}}$$

式中：

- X—样品中维生素D3的含量，μg /g；
- A_样—样品溶液中维生素D3峰面积；
- C—对照品溶液的浓度，μg/mL；
- A_标—对照品溶液中维生素D3峰面积；
- W_样—样品称重，g。

【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. 维生素A（棕榈酸视黄酯）：符合GB 29943《食品安全国家标准 食品添加剂 棕榈酸视黄酯（棕榈酸维生素A）》的规定。
- 2. 维生素D₃油

项 目	指 标
来源	胆钙化醇、玉米油、混合生育酚浓缩液
制法	配料、溶解、冷却过滤、灌装等
色泽	呈淡黄色或黄色
性状	油状液体
杂质	无正常视力可见外来杂质
含量，IU/g	1000000~1100000
铅，mg/kg	≤2
砷，mg/kg	≤2
酸价，mgKOH/g	≤0.50
过氧化值，meq/kg	≤8
菌落总数，cfu/g	≤1 000
霉菌和酵母，cfu/g	≤100
沙门氏菌	不得检出
金黄色葡萄球菌	不得检出

- 3. 核桃油：符合GB/T 22327《核桃油》的规定。
 - 4. 明胶：符合GB 6783《食品安全国家标准 食品添加剂 明胶》的规定。
 - 5. 甘油：符合《中华人民共和国药典》的规定。
 - 6. 纯化水：符合《中华人民共和国药典》的规定。
-