

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20170926

小盖中盖牌碳酸钙维生素D₃咀嚼片

【原料】 碳酸钙、维生素D₃粉（胆钙化醇、白砂糖、食用玉米淀粉、阿拉伯胶、辛，癸酸甘油酯、d1-α-生育酚、磷酸三钙）

【辅料】 山梨糖醇、D-甘露糖醇、硬脂酸镁、玉米淀粉、柠檬酸、香精、阿斯巴甜（含苯丙氨酸）、日落黄

【生产工艺】 本品经粉碎、过筛、混合、制粒、干燥、压片、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）。

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	桔黄色片，允许带有色斑
滋味、气味	味酸甜，气味芳香
性状	异型片剂，完整光洁，有适宜硬度
杂质	无正常视力可见外来异物

【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
水分，%	≤10	GB 5009.3中“第一法 直接干燥法”
灰分，%	≤75	GB 5009.4
日落黄，g/Kg	≤0.1	GB 5009.35
		GB 5009.12中“第一法 石墨炉原子吸收光谱

铅（以Pb计），mg/Kg	≤2.0	法”
总砷(以As计)，mg/Kg	≤1.0	GB 5009.11中“第二法 氢化物原子荧光光谱法”
总汞(以Hg计)，mg/Kg	≤0.3	GB 5009.17中“第一法 原子荧光光谱分析法”

【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

【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
钙（以Ca计），g/100g	18~30	GB 5009.92中“第一法 火焰原子吸收光谱法”
维生素D3，μg/100g	250~520	1 维生素D3的测定

1 维生素D3的测定

1.1 原理：将试样中的维生素D3使用75%的二甲基亚砷水溶液超声溶解，经过正己烷萃取后，用高效液相色谱仪、紫外检测器于265nm波长处定量测定，以外标法计算试样中维生素D3的含量。

1.2 试剂和对照品

所有试剂，如未注明规格，均指分析纯；所有实验用水，如未注明其他要求，均指三级水。

1.2.1 二甲基亚砷。

1.2.2 正己烷：色谱纯。

1.2.3 异丙醇：色谱纯。

1.2.4 维生素D3标准溶液。

1.2.4.1 维生素D3标准贮备液：浓度为100μg/mL。（0~4℃保存）

精确称取10mg维生素D3对照品于100mL棕色容量瓶中，加75%二甲基亚砷水溶液处理过的正己烷（75%二甲基亚砷水溶液和正己烷按1：20体积比进行混合后，取正己烷层）使溶解，并定容至刻度。

1.2.4.2 维生素D3标准工作溶液：浓度为0.5μg/mL。

精密量取维生素D3标准贮备液，加75%二甲基亚砷水溶液处理过的正己烷稀释成浓度为0.5μg/mL的标准工作液。

1.3 仪器设备

1.3.1 实验室常用仪器。

1.3.2 超声波振荡器。

1.3.3 高效液相色谱仪，带紫外检测器。

1.3.4 垂直振荡器

1.3.5 离心机

1.4 试样制备:取本品10片，充分研细，精密称取约1.5克，置50mL具塞离心管中，加75%二甲基亚砷水溶液约20mL，密塞摇匀，将离心管置于45℃±5℃水浴超声15分钟，并不时振摇，放冷。精密加入用75%二甲基亚砷水溶液处理过的正己烷15mL，垂直振摇萃取90分钟（振摇时注意正己烷层乳化变稠影响萃取效果），再以3000rpm离心10分钟，取上清液作为供试品溶液。

1.5 色谱条件

1.5.1 色谱柱：硅胶柱或具等同性能的色谱柱。

1.5.2 流动相：以含0.45%（V/V）异丙醇的正己烷溶液为流动相A，20%（V/V）异丙醇的正己烷溶液为流动相B，按下表进行梯度洗脱：

时间，min	流动相A，%	流动相B，%
0	100	0
25	100	0
26	0	100
30	0	100
31	100	0
37	100	0

1.5.3 流速：1.0mL/min。

1.5.4 波长：265nm。

1.5.5 注射体积：50μL。

1.6 注射50μL维生素D3标准工作溶液，注射50μl供试品溶液，得到标准品和供试品溶液中维生素D3峰面积，按外标法计算。

1.7 结果计算

$$X = C \times 15 \times 100 \times 1.09 / M$$

式中：

X—样品中维生素D3，μg/100g；

C—供试品中维生素D3的质量浓度，μg/mL；

M—供试品的质量，g；

1.09—维生素D3和维生素D3前体折算成维生素D3计的校正因子。

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】 符合《中华人民共和国药典》中“制剂通则”项下片剂的规定。

【原辅料质量要求】

1. 碳酸钙：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。

2. 维生素D₃粉

项 目	指 标
原料来源	胆钙化醇、白砂糖、食用玉米淀粉、阿拉伯胶、辛，癸酸甘油酯、dl-α-生育酚、磷酸三钙
制法	由维生素D3乳液经雾化、包埋、筛分、混合等工艺加工而成
性状	本品可以在冷水中（10℃）中分散，形成稳定的乳白色乳液
鉴别	供试品主峰的保留时间应与维生素D ₃ 对照品主峰的保留时间一致

粒度	100%通过20目筛，通过40目筛不少于90%，通过100目筛不多于15%
干燥失重，%	<5
含量，I.U./g	不少于100000国际单位
细菌数	不得过1000cfu/g
霉菌和酵母菌数	不得过100cfu/g
大肠埃希菌	不得检出

3. D-甘露糖醇：符合GB 1886.177《食品安全国家标准 食品添加剂 D-甘露糖醇》的规定。

4. 玉米淀粉：符合《中华人民共和国药典》的规定。

5. 硬脂酸镁：符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 山梨糖醇：符合GB 1886.187《食品安全国家标准 食品添加剂 山梨糖醇和山梨糖醇液》的规定。

7. 柠檬酸：符合GB 1886.235《食品安全国家标准 食品添加剂 柠檬酸》的规定。

8. 阿斯巴甜（含苯丙氨酸）：符合GB 1886.47《食品安全国家标准 食品添加剂 天门冬酰苯丙氨酸甲酯（又名阿斯巴甜）》的规定。

9. 日落黄：符合GB 6227.1《食品安全国家标准 食品添加剂 日落黄》的规定。

10. 香精：符合GB 30616《食品安全国家标准 食品用香精》的规定。
