

国家市场监督管理总局  
保健食品产品技术要求

国食健注G20100045

纽崔莱®钙镁维D咀嚼片（儿童型）

【原料】

【辅料】

【生产工艺】 本品经过筛、混合、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】

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

| 项 目   | 指 标        |
|-------|------------|
| 色泽    | 橙色         |
| 滋味、气味 | 具本品应有气味，微甜 |
| 性状    | 猴子头形状片剂    |
| 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         |
|----------------|-------|--------------|
| 水分，%           | ≤8.0  | GB 5009.3    |
| 灰分，%           | ≤40.0 | GB 5009.4    |
| 铅（以Pb计），mg/kg  | ≤0.5  | GB 5009.12   |
| 总砷(以As计)，mg/kg | ≤0.3  | GB/T 5009.11 |
|                |       |              |

|                |      |              |
|----------------|------|--------------|
| 总汞(以Hg计)，mg/kg | ≤0.3 | GB/T 5009.17 |
|----------------|------|--------------|

【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                    | ≤1000 | GB 4789.2                                 |
| 大肠菌群，MPN/g                    | ≤0.92 | GB 4789.3 MPN计数法                          |
| 霉菌，CFU/g                      | ≤25   | GB 4789.15                                |
| 酵母，CFU/g                      | ≤25   | GB 4789.15                                |
| 致病菌（沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌、溶血性链球菌） | 不得检出  | GB 4789.4、GB 4789.5、GB 4789.10、GB 4789.11 |

【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），mg/g | 95~160    | GB/T 5009.92 |
| 镁（以Mg计），mg/g | 17.1~28.5 | GB/T 5009.90 |
| 维生素D，μg/g    | 1.0~1.92  | 1 维生素D的测定    |

## 1 维生素D的测定

### 1.1 仪器和设备

1.1.1 具备柱温箱，真空脱气装置、自动进样器、梯度泵和二极管阵列检测器或UV2000检测器的高效液相色谱仪。

1.1.2 机械振荡器

1.1.3 离心分离机：转速约为4000r/min

1.1.4 温控水浴锅

1.1.5 50mL离心分离试管

1.1.6 20×150mm带塞试管及试管架

1.1.7 200mL容量瓶

1.1.8 250mL容量瓶

1.1.9 100mL棕色瓶杯

1.1.10 150mL烧杯

1.1.11 100mL量筒

1.1.12 移液管

1.1.13 一次性移液管

1.1.14 2L锥形瓶

1.1.15 100mL和250mL具塞锥形瓶

1.1.16 10mL配液器（500mL容器）

- 1.1.17 0.45μm, 13mm注射器式过滤器
- 1.1.18 自动取样瓶及螺纹盖
- 1.1.19 超声波震荡器
- 1.1.20 涡流混合器
- 1.1.21 压缩空气/氮气
- 1.1.22 25mL自动滴定管（2000mL容量）
- 1.1.23 涡流式蒸汽低压干燥器
- 1.1.24 片剂研磨机
- 1.2 试剂（HPLC级）
  - 1.2.1 水
  - 1.2.2 甲醇
  - 1.2.3 乙腈
  - 1.2.4 二甲基亚砜（ACS）
  - 1.2.5 正己烷
- 1.3 溶剂混合剂的配制：二甲基亚砜/水混合液（v/v）（95：5），量取190mL二甲基亚砜，加入10mL水，混匀。
- 1.4 标准溶液的配制
  - 1.4.1 标准备用溶液：准确称量25mg维生素D<sub>3</sub>到100mL棕色容量瓶中，用超声波溶解并用甲醇稀释到刻度，只可在冰箱中保存10天。
  - 1.4.2 标准使用溶液：吸1mL备用溶液于250mL容量瓶，用甲醇稀释至刻度并混合均匀，浓度约为40IU/mL，标准使用溶液需每天新鲜配制。
- 1.5 样品制备：称取不少于20片的样品，计算出平均片重ATW，并研磨成粉。准确称取相应的样品到50mL离心管内，加10mL溶剂混合剂，使样品均匀，加上盖子后于60～63℃的水浴中加热10min，消化过程中需不断用震荡器混匀样品。从水浴取出后，将离心管放入机械振荡器，振荡30min。准确移取25mL正己烷至50mL离心管内，加盖后在机械振荡器中震荡30min。将样品以4000r/m离心5～10min，准确移取上清液6mL，在涡流式蒸汽低压干燥器蒸干，残留物用甲醇超声溶解并定容至2mL。溶液用0.45μm过滤器过滤到HPLC小瓶子，待HPLC分析用。
- 1.6 色谱条件
  - 1.6.1 流动相：用TSP4000梯度泵，将1L乙腈到A瓶，将2L甲醇倒入B瓶。  
按下表进行梯度洗脱：

| 时间（最小值） | A（乙腈，%） | B（甲醇，%） | 流速（mL/min） |
|---------|---------|---------|------------|
| 0.0     | 90      | 10      | 0.75       |
| 30.0    | 0       | 100     | 0.75       |
| 30.2    | 0       | 100     | 1.10       |
| 50.0    | 0       | 100     | 1.10       |
| 50.2    | 0       | 100     | 0.75       |
| 60.0    | 90      | 10      | 0.75       |
| 65.0    | 90      | 10      | 0.75       |

- 1.6.2 色谱柱：Keston Betasil C18，250×3.0mm，5μm
- 1.6.3 检测波长：265nm
- 1.6.4 进样量：30μL
- 1.6.5 保留时间：维生素D<sub>3</sub>约15min
- 1.6.6 运行时间：65min

1.6.7 色谱柱温度：30℃

1.7 结果计算

$$\text{标准使用溶液浓度 (}\mu\text{g/mL)} = \frac{\text{称样量 (}\mu\text{g)}}{\text{定容体积 (mL)}} \times \frac{\text{标准纯度}}{\text{稀释倍数}}$$

$$\begin{aligned} \text{维生素D}_3 \text{含量 (}\mu\text{g/g)} = & \frac{\text{样品峰面积}}{\text{标准峰面积}} \times \frac{\text{标准使用溶液浓度 (}\mu\text{g/mL)}}{\text{样品重量 (g)}} \\ & \times \text{正己烷体积 (mL)} \times \frac{\text{重新组合甲醇溶液体积 (mL)}}{\text{移取萃取后上清液体积 (mL)}} \end{aligned}$$

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】

【原辅料质量要求】

---