

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20080046

珠峰牌多种维生素钙铁锌硒片(中老年型)

【原料】

【辅料】

【生产工艺】 本品经混合、制粒、压片、包衣、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	包衣呈淡粉色，片芯呈乳黄色
滋味、气味	基本无味，微甜
性状	薄膜衣片，完整
杂质	无肉眼可见外来杂质

【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，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤65	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》（2010年版）二部
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5	GB 5009.12

砷（以As计），mg/kg	≤0.3	GB/T 5009.11
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3	GB/T 5009.17
胭脂红，g/kg	≤0.1	GB/T 5009.35
日落黄，g/kg	≤0.1	GB/T 5009.35

【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/100g	≤40	GB/T 4789.3-2003
霉菌，cfu/g	≤25	GB 4789.15
酵母，cfu/g	≤25	GB 4789.15
致病菌（指沙门氏菌、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/T 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
维生素A，μg/g	104.17~207.9	GB/T 5009.82
维生素D，μg/100g	165.6~372.6	1 维生素D的测定
维生素E，mg/100g	238.8~537.3	GB/T 5009.82
维生素B1，mg/100g	28.16~63.36	DB 22/T 414
维生素B2，mg/100g	23.2~52.2	DB 22/T 414
维生素B6，mg/100g	23.36~52.56	DB 22/T 414
烟酰胺，mg/100g	235.36~529.56	DB 22/T 414
叶酸，μg/g	70~157.5	GB 15570
泛酸钙，mg/100g	90.58~189	2 泛酸钙的测定
维生素C，mg/g	17.2~38.7	GB/T 5009.159

钙（以Ca计），mg/g	162.38~27 0.62	GB/T 5009.92
铁（以Fe计），mg/100g	277.5~462.5	GB/T 5009.90
锌（以Zn计），mg/100g	241.88~40 3.12	GB/T 5009.14
硒（以Se计），μg/g	6.9~11.5	GB 5009.93

1 维生素D的测定

1.1 原理：样品中的维生素D经皂化提取处理后，将其从不可皂化部分提取至有机溶剂中，用高效液相色谱将维生素D分离，经紫外检测器检测，用内标法定量。

1.2 试剂

1.2.1 无水乙醚：不含过氧化物

1.2.2 无水乙醇：不得含有醛类物质

1.2.3 无水硫酸钠

1.2.4 甲醇：重蒸后使用

1.2.5 重蒸水：水中加入少量高锰酸钾，临用前蒸馏。

1.2.6 100g/L抗坏血酸溶液：临用前配制

1.2.7 1g/mL氢氧化钾溶液

1.2.8 100g/L氢氧化钠溶液

1.2.9 pH试纸：测定范围pH1~14

1.2.10 维生素D标准品：中国食品药品检定研究院，纯度100.0%。

1.3 仪器

1.3.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器

1.3.2 旋转蒸发器

1.3.3 高速离心机：附具塑料盖的1.5~3.0mL塑料离心管

1.3.4 高纯氮气

1.3.5 恒温水浴锅

1.3.6 紫外分光光度计

1.4 色谱条件

1.4.1 预柱：ultrasphere ODS 10μm，4mm×4.5cm。

1.4.2 分析柱：ultrasphere ODS 5μm，4.6mm×25cm。

1.4.3 流动相：甲醇-水=98:2，混匀，临用前脱气。

1.4.4 检测波长：260nm，量程0.02。

1.4.5 进样量：20μL

1.4.6 流速：1.7mL/min

1.5 样品处理

1.5.1 皂化：准确称取1~10g样品于皂化瓶中，加30mL无水乙醇进行搅拌，直到颗粒物分散均匀为止，加100g/L抗坏血酸溶液5mL，混匀，再加1g/mL氢氧化钾溶液10mL，混匀。置沸水浴中回流30min使皂化完全，皂化后立即放入冰水中冷却。

1.5.2 提取：将皂化后的样品移入分液漏斗中，用50mL水分2~3次洗皂化瓶，洗液并入分液漏斗中，用约100mL乙醚分2次洗皂化瓶及其残渣，乙醚液并入分液漏斗中。如有残渣，可将此液通过有少许脱脂棉的漏斗滤入分液漏斗。轻轻振摇分液漏斗2min，静置分层，弃去水层。

1.5.3 洗涤：用约50mL水洗分液漏斗中的乙醚层，用pH试纸检验直至水层不显碱性（最初水洗轻摇，逐次振摇强度可增加）。

1.5.4 浓缩：将乙醚提取液经过无水硫酸钠（约5g）滤入与旋转蒸发器配套的250~300mL球形蒸发瓶

内，用约100mL乙醚冲洗分液漏斗及无水硫酸钠3次，并入蒸发瓶内，并将其接至旋转蒸发器上，于55℃水浴中减压蒸馏并回收乙醚，待瓶中剩下约2mL乙醚时，取下蒸发瓶，立即用氮气吹掉乙醚，立即加入2.00mL乙醇，充分混合，溶解提取物。将该乙醇溶液移入一小塑料离心管中，离心5min（5000r/min），上清液供色谱分析。如果样品中维生素含量过少，可用氮气将乙醇液吹干，再用乙醇重新定容，并记下体积比。

1.6 样品测定：取样品浓缩液20μL，待绘制出色谱图并确定色谱参数后再进行定性和定量。

1.7 结果计算

$$X = \frac{A}{E} \times \frac{1}{100} \times \frac{3.00}{V \times 10^{-3}}$$

式中：

X—维生素D浓度，g/mL；

A—维生素的平均紫外吸光度值；

V—加入标准品的量，μL；

E—维生素D的1%比吸光系数；

$\frac{3.00}{V \times 10^{-3}}$ —标准液稀释倍数。

2 泛酸钙的测定

2.1 原理：样品中的泛酸经溶解、稀释、过滤，使用具有紫外检测器的高效液相色谱仪测定，根据色谱峰的保留时间定性，峰面积或峰高定量。

2.2 试剂

2.2.1 水：去离子水

2.2.2 甲醇：色谱纯

2.2.3 甲酸：分析纯

2.2.4 甲酸铵：分析纯

2.2.5 泛酸标准品：中国食品药品检定研究院，纯度100.0%。

2.3 仪器

2.3.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器

2.3.2 超声波提取器

2.3.3 酸度计

2.3.4 磁力搅拌器

2.3.5 离心机

2.4 色谱条件

2.4.1 色谱柱：PC8-10/S25.4，250mm×4.0mm，5μm。

2.4.2 流动相：0.1000mol/L甲酸铵甲酸溶液（pH4~5）-甲醇=75:25

2.4.3 检测波长：254nm

2.4.4 柱温：30℃

2.4.5 流速：1.0mL/min

2.5 样品处理：准确称取样品1.0g，加1.0mL0.0001mol/L盐酸溶解并用水定容至25mL，超声波提取5min，离心，取上清液过0.45μm滤膜后分析。

2.6 样品测定：取10μL标准溶液及样品提取液注入高效液相色谱仪，以保留时间定性，峰高或峰面积与标准比较定量。

2.7 结果计算

$$X = \frac{h/h_s \times \rho \times 25}{m} \times 1.09$$

式中：

X—样品中泛酸钙的含量，mg/g；
h—样品的吸收峰高或峰面积；
hs—标准的吸收峰高或峰面积；
 ρ —泛酸标准溶液的浓度，mg/mL；
m—样品质量，g；
1.09—泛酸钙与泛酸的折算系数。

【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】
