

## 附2

# 国家市场监督管理总局 保健食品产品技术要求

国食健注G20170296

## 赛乐牌维生素D软胶囊

【原料】 维生素D<sub>3</sub>油（胆钙化醇、食用植物油、维生素E）

【辅料】 大豆油、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）。

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	囊皮呈淡黄色，内容物呈淡黄色，色泽均匀
滋味、气味	具本品固有的滋味、气味，不得有异臭、异味
性状	透明软胶囊，内容物为油状液
杂质	无正常视力可见的外来杂质

【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
灰分，%	≤3.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
酸价，mgKOH/g	≤3	GB/T 5009.37
过氧化值，g/100g	≤0.25	GB/T 5009.37

铅(以Pb计), mg/kg	≤1.5	GB 5009.12
总砷(以As计), mg/kg	≤1.0	GB 5009.11
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.3	GB 5009.17
黄曲霉毒素B <sub>1</sub> , μg/kg	≤10	GB/T 5009.22

【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
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4

【标志性成分含量测定】应符合表4的规定。

表4 标志性成分含量测定

项 目	指 标	检测方法
维生素D <sub>3</sub> , mg/100g	0.667~1.250	GB 5413.9

## 1 维生素D的测定 1.1 仪器

### 1.1.1 高效液相色谱仪

### 1.1.2 分析天平

### 1.1.3 高速离心机

### 1.1.4 50mL离心管

### 1.1.5 超声波

## 1.2 试剂

### 1.2.1 维生素D<sub>3</sub> (4000万IU/g)

### 1.2.2 二甲基亚砜

### 1.2.3 甲醇

### 1.2.4 纯化水

### 1.2.5 正己烷: 色谱纯

### 1.2.6 异丙醇: 色谱纯

## 1.3 色谱条件

### 1.3.1 色谱柱: 依利特硅胶柱 (5μm, 300mm×4.0mm)。

### 1.3.2 柱温: 25℃

### 1.3.3 流速: 0.8mL/min

1.3.4 检测波长：265nm

1.3.5 进样量：50 $\mu$ L

1.3.6 流动相：正己烷-异丙醇=99:1

1.4 对照品溶液的配制：取维生素D<sub>3</sub>对照品（4000万IU/g）约15mg，精密称定，置25mL容量瓶中，加入正己烷溶解并稀释至刻度，即得对照品储备液。然后精密量取对照品储备液0.1mL置100mL容量瓶中，加入正己烷稀释并定容刻度，即得对照品溶液。用微孔滤膜过滤后，进样50 $\mu$ L，记录维生素D<sub>3</sub>色谱峰。

1.5 供试品溶液的配制：取装量差异项下的内容物，混合均匀，精密称取适量（约相当于维生素D<sub>3</sub> 6 $\mu$ g），置50mL离心管中，加DMSO:水（3:1）溶液15mL，甲醇5mL，超声10min使其溶解，取出放冷至室温，加入10mL正己烷，猛烈振摇使其混合均匀后，离心（5000r/min）5min，取上清液用微孔滤膜过滤后，进样50 $\mu$ L，记录维生素D<sub>3</sub>色谱峰，外标法计算含量。

1.6 结果计算

$$X = \frac{A_{\text{供}}}{A_{\text{对}}} \times \frac{m_{\text{对}}}{25 \times 1000} \times \frac{10}{m_{\text{供}}} \times 100$$

式中：

X—样品中维生素D<sub>3</sub>含量，mg/100g；

A—样品中维生素D<sub>3</sub>的峰面积；

A<sub>供</sub>—维生素D<sub>3</sub>对照品的峰面积；

m<sub>对</sub>—维生素D<sub>3</sub>对照品的称样量，mg；

m<sub>供</sub>—样品称取量，g。

**【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】** 装量差异指标应符合《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D<sub>3</sub>油

项目	指标
来源	胆钙化醇、食用植物油、维生素E
制法	配料、溶解、混合、包装
感官	淡黄色液体，无异物，无异味
维生素D <sub>3</sub> 含量	$\geq 100$ 万IU/g
砷（以As计）	$\leq 2.0$ mg/kg
铅（以Pb计）	$\leq 2.0$ mg/kg
酸价（mg/g）	$\leq 2.0$
过氧化值（meq/kg）	$\leq 20.0$
菌落总数，cfu/g	$\leq 1000$
大肠菌群，MPN/100g	$\leq 100$
霉菌，cfu/g	$\leq 100$
酵母菌，cfu/g	$\leq 100$
沙门氏菌	不得检出

2. 大豆油：符合GB 1535《大豆油》的规定。

3. 明胶：符合GB 6783《食品安全国家标准 食品添加剂 明胶》的规定。

4. 甘油：符合GB 29950《食品安全国家标准 食品添加剂 甘油》的规定。

5. 纯化水：符合《中华人民共和国药典》的规定。