

国家市场监督管理总局国产保健食品
注册证书

产品名称	银善存®多种维生素矿物质片		
注册人	赫力昂（苏州）制药有限公司		
注册人地址	苏州市宝带西路4号		
审批结论	经审核，该产品符合《中华人民共和国食品安全法》和《保健食品注册与备案管理办法》的规定，现予批准注册。		
注册号	国食健注G 20170479	有效期至	2027年05月12日
附件	附1 产品说明书、附2 产品技术要求		
备注	2024年03月15日，批准该产品注册人名称“惠氏制药有限公司”变更为“赫力昂（苏州）制药有限公司”。		



国家市场监督管理总局
保健食品产品说明书

国食健注G 20170479

银善存® 多种维生素矿物质片

【原料】 碳酸钙粉（碳酸钙、麦芽糊精）、碳酸镁、维生素C（L-抗坏血酸）、维生素E粉（d α -生育酚醋酸酯、麦芽糊精、辛烯基琥珀酸淀粉钠、二氧化硅）、矿物质预混物（三氯化铬、钼酸钠、亚硒酸钠、磷酸氢钙、微晶纤维素）、硫酸锌、富马酸亚铁、泛酸（D-泛酸钙）、 β -胡萝卜素粉（ β -胡萝卜素、辛烯基琥珀酸淀粉钠、玉米淀粉、葡萄糖浆、抗坏血酸钠、d α -生育酚）、烟酰胺、硫酸锰、生物素粉（D-生物素、无水磷酸氢钙）、维生素B₂（核黄素）、维生素D₃粉（胆钙化醇、明胶、蔗糖、玉米淀粉、部分氢化大豆油、d α -生育酚）、维生素B₆（盐酸吡哆醇）、硫酸铜、维生素B₁（硝酸硫胺素）、维生素B₁₂粉（氰钴胺素、辛烯基琥珀酸淀粉钠、柠檬酸钠、柠檬酸、二氧化硅）、维生素K₁粉（维生素K₁、阿拉伯胶、蔗糖）、叶酸

【辅料】 微晶纤维素、羧甲基淀粉钠、薄膜包衣粉（羟丙基甲基纤维素、二氧化钛、三乙酸甘油酯、聚山梨酯、植物炭黑）、硬脂酸镁、二氧化硅

【功效成分及含量】 每片含： β -胡萝卜素 0.955mg、维生素D₃ 3.3 μ g、维生素E 10mg、维生素B₁ 0.75mg、维生素B₂ 1.75mg、维生素B₆ 1.25mg、维生素C 42.5mg、维生素B₁₂ 3.3 μ g、生物素 25 μ g、叶酸 133 μ g、烟酰胺 6mg、泛酸 5mg、维生素K 12.5 μ g、钙 150mg、镁 57.5mg、铁 3.25mg、铜 0.325mg、锌 5mg、锰 1mg、铬 15 μ g、钼 20 μ g、硒 33 μ g

【适宜人群】 需要补充多种维生素和矿物质的成人

【不适宜人群】 17岁以下人群、孕妇、乳母

【保健功能】 补充多种维生素和矿物质

【食用量及食用方法】 每日1次，每次2片，口服，餐后服用，效果更佳

【规格】 0.92g/片

【贮藏方法】 遮光、密封、室温、置干燥处

【保质期】 24个月

【注意事项】 本品不能代替药物；适宜人群外的人群不推荐食用本产品；不宜超过推荐量或与同类营养素补充剂同时食用；高硒地区人群不宜食用；置于儿童不宜触及处

国家市场监督管理总局 保健食品产品技术要求

国食健注G 20170479

银善存[®]多种维生素矿物质片

【原料】碳酸钙粉（碳酸钙、麦芽糊精）、碳酸镁、维生素C（L-抗坏血酸）、维生素E粉（d1-α生育酚醋酸酯、麦芽糊精、辛烯基琥珀酸淀粉钠、二氧化硅）、矿物质预混物（三氯化铬、钼酸钠、亚硒酸钠、磷酸氢钙、微晶纤维素）、硫酸锌、富马酸亚铁、泛酸（D-泛酸钙）、β胡萝卜素粉（β胡萝卜素、辛烯基琥珀酸淀粉钠、玉米淀粉、葡萄糖浆、抗坏血酸钠、d1-α生育酚）、烟酰胺、硫酸锰、生物素粉（D-生物素、无水磷酸氢钙）、维生素B₂（核黄素）、维生素D₃粉（胆钙化醇、明胶、蔗糖、玉米淀粉、部分氢化大豆油、d1-α生育酚）、维生素B₆（盐酸吡哆醇）、硫酸铜、维生素B₁（硝酸硫胺素）、维生素B₁₂粉（氰钴胺素、辛烯基琥珀酸淀粉钠、柠檬酸钠、柠檬酸、二氧化硅）、维生素K₁粉（维生素K₁、阿拉伯胶、蔗糖）、叶酸

【辅料】微晶纤维素、羧甲基淀粉钠、薄膜包衣粉（羟丙基甲基纤维素、二氧化钛、三乙酸甘油酯、聚山梨酯、植物炭黑）、硬脂酸镁、二氧化硅

【生产工艺】本品经过筛、混合、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】高密度聚乙烯瓶应符合GB 4806.7的规定；瓶盖垫片应符合YBB00152005的规定。

【感官要求】应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	灰色薄膜包衣片，片芯呈白色至类黄色，带有细小斑点
滋味、气味	具有本品固有的气味，无异味
状态	椭圆形薄膜包衣片，光滑、完整；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
铅（以Pb计），m g/kg	≤2.0	GB 5009.12中“第一法 石墨炉原子吸收光谱法”，按干法灰化进行试样消解
总砷（以As计），m g/kg	≤1.0	GB 5009.11中“第三法 银盐法”，按灰化进行试样处理
总汞（以Hg计），m g/kg	≤0.3	GB 5009.17
水分，%	≤5	GB 5009.3中“第二法 减压干燥法”
灰分，%	≤68	GB 5009.4
崩解时限，m in	≤60	《中华人民共和国药典》

【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	G B 4789.2
大肠菌群, M PN /g	≤0.92	G B 4789.3 M PN 计数法
霉菌和酵母, CFU/g	≤50	G B 4789.15
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	G B 4789.10
沙门氏菌	≤0/25g	G B 4789.4

【功效成分指标】应符合表4的规定。

表4 功效成分指标

项 目	指 标	检测方法
β胡萝卜素, g/100g	0.0832-0.187	1 β胡萝卜素的测定
维生素D ₃ , m g/100g	0.287-0.538	2 维生素D ₃ 的测定
维生素E (以α生育酚当量计), g/100g	0.872-1.96	3 维生素E的测定
维生素K, m g/100g	1.09-2.45	4 维生素K ₁ 的测定
维生素B ₁ , g/100g	0.0652-0.147	5 维生素B ₁ 、维生素B ₂ 、维生素B ₆ 、烟酰胺、叶酸、泛酸的测定
维生素B ₂ , g/100g	0.152-0.342	5 维生素B ₁ 、维生素B ₂ 、维生素B ₆ 、烟酰胺、叶酸、泛酸的测定
维生素B ₆ , g/100g	0.109-0.245	5 维生素B ₁ 、维生素B ₂ 、维生素B ₆ 、烟酰胺、叶酸、泛酸的测定
叶酸, m g/100g	11.6-21.7	5 维生素B ₁ 、维生素B ₂ 、维生素B ₆ 、烟酰胺、叶酸、泛酸的测定
烟酰胺, g/100g	0.522-1.17	5 维生素B ₁ 、维生素B ₂ 、维生素B ₆ 、烟酰胺、叶酸、泛酸的测定
泛酸, g/100g	0.434-0.977	5 维生素B ₁ 、维生素B ₂ 、维生素B ₆ 、烟酰胺、叶酸、泛酸的测定
维生素C, g/100g	3.7-8.32	6 维生素C的测定
维生素B ₁₂ , m g/100g	0.287-0.539	7 维生素B ₁₂ 的测定
生物素, m g/100g	2.18-4.9	8 生物素的测定
钙(以Ca计), g/100g	13.7-20.4	9 钙、铜、铁、锌、镁、锰的测定
镁(以M g计), g/100g	5.44-7.81	9 钙、铜、铁、锌、镁、锰的测定
铁(以Fe计), g/100g	0.282-0.441	9 钙、铜、铁、锌、镁、锰的测定
铜(以Cu计), g/100g	0.0282-0.0441	9 钙、铜、铁、锌、镁、锰的测定
锌(以Zn计), g/100g	0.434-0.679	9 钙、铜、铁、锌、镁、锰的测定
锰(以M n计), g/100g	0.0872-0.136	9 钙、铜、铁、锌、镁、锰的测定
铬(以Cr计), m g/100g	1.3-2.45	10 铬、钼、硒的测定
钼(以M o计), m g/100g	1.74-3.26	10 铬、钼、硒的测定
硒(以Se计), m g/100g	2.87-5.38	10 铬、钼、硒的测定

1 β胡萝卜素的测定

1.1 原理: 样品中的β胡萝卜素经甲苯: 甲醇(2: 1)(v/v)(含0.1% 2,6-二叔丁基对甲酚)溶液萃取后, 用高压液相色谱, 紫外检测器外标法定量测定。

1.2 试剂

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 碱性蛋白酶6-L: Bio-Cat.

1.2.2 异丙醇: 色谱纯。

1.2.3 甲醇: 色谱纯。

- 1.2.4 甲基叔丁基醚：色谱纯。
- 1.2.5 甲苯：色谱纯。
- 1.2.6 三乙醇胺（TEA）：分析纯。
- 1.2.7 氨水（25% -28%）：分析纯。
- 1.2.8 乙酸铵：分析纯。
- 1.2.9 氯化钠：分析纯。
- 1.2.10 2,6-二叔丁基对甲酚（BHT）99%：分析纯。
- 1.2.11 85% 磷酸：分析纯。
- 1.2.12 4% 氨水（pH 9.5）：吸取143m L氨水（25%）至1L容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。用85% 磷酸调pH至9.5。
- 1.2.13 0.1% BHT甲苯溶液：1g 2,6-二叔丁基对甲酚溶于1L甲苯。
- 1.2.14 0.1% BHT异丙醇溶液：1g 2,6-二叔丁基对甲酚溶于1L异丙醇。
- 1.2.15 甲苯：甲醇（2：1）（v/v）（含0.1% BHT）-1.2g 2,6-二叔丁基对甲酚溶于800m L甲苯和400m L甲醇中，混匀。
- 1.2.16 碱性蛋白酶溶液：取1m L碱性蛋白酶6-L置100m L容量瓶中，加水稀释至刻度并摇匀。（注：碱性蛋白酶溶液必须临用新配。）
- 1.2.17 甲醇（含0.01% TEA和0.05m ol/L乙酸铵）：加3.85g乙酸铵和100 μL TEA到1L甲醇，混匀。
- 1.2.18 β胡萝卜素（Beta-Carotene）对照品：约20%（W/W）。

1.3 仪器

- 1.3.1 常用实验室仪器及50m L离心管。
- 1.3.2 超声波清洗器。
- 1.3.3 离心机。
- 1.3.4 振荡器。
- 1.3.5 高压液相色谱仪：具可变波长的紫外检测器、数据处理系统或记录仪。

1.4 操作步骤：照高效液相色谱法，按《中华人民共和国药典》测定，避光操作。

1.5 系统适用性试验：用三十烷基硅烷键合硅胶为填充剂（建议色谱柱：YMC Carotenoid C₃₀ column, 4.6mm × 250mm, 5μm），以甲醇（含0.01% TEA和0.05m ol/L乙酸铵）为A相，甲基叔丁基醚为B相，按表A1进行梯度洗脱；流速为1.0m L/m in；检测波长为415nm；柱温为30℃，进样量为10 μL。待基线平稳后，用对照品溶液重复进样6次，β胡萝卜素总峰面积的RSD应不大于3.0%，反式（trans）β胡萝卜素的拖尾因子应在0.75~2.0之间。（注：出峰顺序为cisA β胡萝卜素；transβ胡萝卜素；cisB β胡萝卜素。其中，transβ胡萝卜素是三个色谱峰中间的最大色谱峰）

表A1.色谱系统梯度洗脱程序

时间, m inutes	溶液A, %	溶液B, %
0.0	90.0	10.0
2.0	90.0	10.0
20.0	60.0	40.0
30.0	10.0	90.0
33.0	10.0	90.0
33.1	90.0	10.0
40.0	90.0	10.0

注：梯度洗脱程序可根据实际情况进行适当调整。

1.6 对照品溶液的制备：精密称量20m g β胡萝卜素对照品置于100m L棕色容量瓶中。加10.0m L4% 氨水（pH 9.5）置容量瓶中。加1.0m L碱性蛋白酶溶液，密塞，摇匀。置55℃水浴超声15m in，不断用手振摇。放冷至室温。加约1.6g氯化钠，混匀；然后，精密量取30.0m L甲苯：甲醇（2：1）（v/v）（含0.1% BHT）溶液至棕色容量瓶中，密塞，摇匀；机械振摇20m in。转移上层溶液至离心管中，3000转/m in离心使分层（约5m in）。移取5.0m L上清液，置于50m L棕色容量瓶，用0.1% BHT甲苯溶液定容，摇匀。移取上步溶液5.0m L置于25m L棕色容量瓶。用0.1% BHT异丙醇溶液定容，摇匀，经0.45 μm 滤膜过滤，取续滤液，此为对照品溶液。

1.7 样品溶液的制备：取样品20片，粉碎成细粉。精密称取约6.4片量样品粉末，置于100m L棕色容量瓶。加4% 氨水（pH 9.5）25m L。加碱性蛋白酶溶液1.0m L，密塞，摇匀。置55℃水浴超声15m in，不断用手振摇。然后冷至室温。加4g氯化钠，精密加入40.0m L甲苯：甲醇（2：1）（v/v）（含0.1% BHT）溶液置棕色容量瓶，密塞，摇匀。机械振摇20m in。转移上层溶液约40m L至50m L避光离心管。3000转/m in离心约5m in，移取2.0m L上层溶液，置于25m L棕色容量瓶，用0.1% BHT甲苯溶液定容，摇匀，此溶液为样品储备溶液；吸取上步溶液5.0m L，置于25m L棕色容量瓶，用0.1% BHT异丙醇溶液定容，摇匀，经0.45 μm 滤膜过滤，取续滤液，此为样品溶液。

1.8 测定：分别注入等体积（10 μL）的对照品溶液和样品溶液，测定

1.9 结果计算

$$\text{样品中}\beta\text{胡萝卜素的含量 (mg/g)} = \frac{A_s \times c \times f}{A_{st} \times W}$$

式中：

A_s—样品溶液的β胡萝卜素峰面积总和；

A_{st}—对照品溶液的β胡萝卜素峰面积总和；

C—对照品溶液的浓度，mg/mL；

f—样品稀释因子，mL；

W—样品的重量，g。

2 维生素D₃的测定

2.1 原理：样品中的维生素D₃经正己烷萃取后，用高压液相色谱，紫外检测器外标法定量测定。

2.2 试剂

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。

2.2.1 异丙醇：色谱纯。

2.2.2 正己烷：色谱纯。

2.2.3 二甲亚砜：分析纯。

2.2.4 二甲亚砜的水溶液（75%）：750mL二甲亚砜中加入250mL纯水，混匀。

2.2.5 维生素D₃对照品（Cholecalciferol）：纯度约100%。

2.3 仪器

2.3.1 常用实验室仪器及50mL离心管。

2.3.2 离心机。

2.3.3 振荡器。

2.3.4 超声波清洗器。

2.3.5 高压液相色谱仪：具可变波长的紫外检测器、数据处理系统或记录仪。

2.4 操作步骤：照高效液相色谱法，按《中华人民共和国药典》测定，避光操作。

2.5 系统适用性试验：硅胶为填充剂（建议色谱柱：SupelcosiLC-SI 4.6mm × 250mm，5 μm），以0.45% 异丙醇的正己烷溶液为A相，20% 异丙醇的正己烷溶液为B相，按表A 2进行梯度洗脱；流速为1.0mL/min；检测波长为265nm；进样量为40 μL；柱温为25℃。待基线平稳后，分别进对照品溶液和样品溶液。对照品溶液重复进样6次，维生素D₃峰面积的RSD应不大于3.0%，维生素D₃的拖尾因子不大于2.0。

表A.2.色谱系统梯度洗脱程序

时间 (min)	流动相A (%)	流动相B (%)
0.00	100	0
25.00	100	0
26.00	0	100
30.00	0	100
31.00	100	0
37.00	100	0

注：A相中的异丙醇可以适当调整；梯度洗脱程序可根据实际情况进行适当调整。

2.6 对照品溶液的制备：精密称取25mg维生素D₃对照品于100mL棕色容量瓶中。加适量正己烷使溶解，并稀释至刻度，摇匀，为标准储备溶液。精密量取5.0mL标准储备溶液于100mL棕色容量瓶中，用正己烷稀释至刻度，摇匀，为中间标准储备溶液；精密量取5.0mL该中间标准储备溶液于100mL棕色容量瓶中，用正己烷稀释至刻度，摇匀，即为维生素D₃对照品溶液。（注：维生素D₃标准储备溶液可冰箱保存14天）

2.7 样品溶液的制备：取样品20片，粉碎成细粉，精密称取约3片量样品粉末，于50mL离心管中（注意避光操作）。加入约20mL二甲亚砜的水溶液（3:1），密塞，摇匀。将离心管置于45±5℃水浴超声15min，并时时振摇离心管；然后，冷却至室温。精密加入15.0mL正己烷，机械振摇90min。3000转离心约5min，取上清液，即为样品溶液。

2.8 测定：分别注入等体积（40 μL）的对照品溶液和样品溶液

2.9 结果计算

$$A_s \times c \times f \times 1.09$$

$$\text{样品中维生素D}_3\text{的含量 (}\mu\text{g/g)} = \frac{\text{---}}{\text{---}}$$

$$A_{st} \times W$$

式中:

A_s—样品溶液的峰面积;

A_{st}—对照品溶液的峰面积;

c—对照品溶液的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

f—样品稀释因子;

W—样品的重量, g;

1.09—U SP转换因子用于计算维生素D₃总量, 包括Vitamin D₃和Pre-vitamin D₃。

3 维生素E的测定

3.1 原理: 样品中的维生素E经7%冰醋酸溶液破包衣后, 溶解于异丙醇-冰醋酸混合溶液, 用高压液相色谱, 紫外检测器外标法定量测定。

3.2 试剂

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。

3.2.1 甲醇: 色谱级。

3.2.2 异丙醇: 色谱纯。

3.2.3 甲基叔丁基醚: 色谱纯。

3.2.4 冰醋酸: 分析纯。

3.2.5 2% /7% 冰醋酸溶液: 分别吸取2mL/7mL冰醋酸至100mL容量瓶中, 加水稀释至刻度, 混匀。

3.2.6 维生素E醋酸酯油(DL- α -TocopherylAcetate Oil)对照品: 纯度约100%。

3.3 仪器

3.3.1 常用实验室仪器及50mL离心管。

3.3.2 超声清洗器。

3.3.3 机械振荡器。

3.3.4 离心机。

3.3.5 高压液相色谱仪: 具可变波长的紫外检测器、数据处理系统或记录仪。

3.4 操作步骤: 照高效液相色谱法, 按《中华人民共和国药典》测定, 避光操作。

3.5 系统适用性试验: 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(建议色谱柱: Waters Resolve C₁₈, 3.9mm \times 300mm, 5 μ m), 以甲醇为A相, 水为B相, 甲基叔丁基醚为C相, 按表A3进行梯度洗脱; 流速为1.5mL/min; 检测波长为265nm, 柱温为25 $^{\circ}$ C, 进样量为50 μ L。待基线平稳后, 用对照品溶液重复进样6次, 维生素E峰面积的RSD不大于3.0%, 维生素E的拖尾因子均不大于2.0。

表A3: 色谱系统梯度洗脱程序, A: 甲醇; B: 水; C: 甲基叔丁基醚

时间 (min)	流动相A (%)	流动相B (%)	流动相C (%)
0.0	92	8	0
15.0	92	8	0
15.1	97	3	0
36.0	97	3	0
36.1	100	0	0
38.0	100	0	0
38.1	40	0	60
40.0	40	0	60
40.1	100	0	0
42.0	100	0	0
42.1	92	8	0
45.0	92	8	0

注: 梯度洗脱程序可根据实际情况进行适当调整。

3.6 对照品溶液的制备: 准确称取48mg维生素E醋酸酯油对照品到100mL避光容量瓶中, 加10mL预热至47 $^{\circ}$ C的2%冰醋酸溶液, 置于47 $^{\circ}$ C水浴振摇10min; 加约70mL预热至47 $^{\circ}$ C的异丙醇, 漩涡混匀, 置于47 $^{\circ}$ C水浴振摇10min, 放冷至室温, 异丙醇定容至刻度。此为维生素E标准储备液。取50.0mL维生素E标准储备液于100mL容量瓶中, 用异丙醇定容至刻度, 混匀。此为维生素E对照品溶液。

3.7 样品溶液的制备: 取样品20片, 粉碎成细粉。精密称取约1.6g片量样品粉末, 置100mL避光容量瓶。加15mL预热至60 $^{\circ}$ C的7%冰醋酸溶液, 置于60 $^{\circ}$ C水浴振摇10min; 再于60 $^{\circ}$ C水浴超声处理15min。加约35mL预热至60 $^{\circ}$ C的异

丙醇，漩涡混匀，置于60℃水浴振摇10min，冷却至室温，异丙醇定容至刻度。此溶液离心后取上清液，即得，为样品溶液。

3.8 测定：分别注入等体积（50μL）的对照品溶液和样品溶液，测定。

3.9 结果计算：

$$\text{样品中维生素E的含量 (以}\alpha\text{生育酚计, mg/g)} = \frac{A_s \times c \times f}{A_{st} \times W \times 1.49}$$

式中：

A_s—样品溶液的峰面积；

A_{st}—对照品溶液的峰面积；

c—对照品溶液的浓度，mg/mL；

f—样品稀释因子；

W—样品的重量，g；

1.49—1mg维生素E（以α生育酚当量计）相当于1.49mg维生素E醋酸酯。

4 维生素K₁的测定

4.1 原理：本方法参考GB 5430.10-2010婴幼儿食品和乳品中维生素K₁的测定原理。样品中的维生素K₁经7%冰醋酸溶液破包衣后，溶解于乙醇-冰醋酸混合溶液，用高压液相色谱分离，柱后还原维生素K₁，荧光检测器定量测定，外标法定量。

4.2 试剂

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。

4.2.1 盐酸：试剂级。

4.2.2 乙醇：色谱级无水乙醇。

4.2.3 甲醇：色谱级。

4.2.4 异丙醇：色谱纯。

4.2.5 正己烷：试剂级。

4.2.6 冰醋酸：分析纯。

4.2.7 无水醋酸钠：试剂级。

4.2.8 无水氯化锌：试剂级。

4.2.9 锌粉：试剂级。

4.2.10 7%冰醋酸溶液：量取7mL冰醋酸至93mL水中，混匀。

4.2.11 锌缓冲液：称取27.2g氯化锌，8.2g醋酸钠和取2mL冰醋酸于200mL容量瓶中，加约120mL甲醇并机械振摇30min，再加20mL乙醇，并用甲醇加至临近刻度线，冷却至室温，用甲醇定容。

4.2.12 维生素K₁对照品：纯度约100%。

4.3 仪器

4.3.1 常用实验室仪器及50mL离心管。

4.3.2 超声清洗器。

4.3.3 机械振摇器。

4.3.4 离心机。

4.3.5 高压液相色谱仪：荧光检测器、数据处理系统或记录仪。

4.4 操作步骤：照高效液相色谱法，按《中华人民共和国药典》测定，避光操作。

4.5 系统适用性试验：色谱柱：包括分析柱Agilent Zorbax Eclipse XBD-C₁₈，5μm，3mm×150mm，或具同等性能的色谱柱；反应柱：4mm×20mm 锌粉柱；预柱：Agilent Eclipse XBD-C₁₈或具同等性能的预柱；流动相为：在1L的瓶中，加800mL甲醇，200mL乙醇，10mL锌缓冲液，混匀。流速为0.8mL/min；荧光检测器激发波长为243nm，发射波长为430nm。柱温为25℃，进样量为10μL。样品盘温度为：8℃。待基线平稳后，用对照品溶液重复进样6次，维生素K₁峰面积的RSD不大于2.0%，维生素K₁的拖尾因子均不大于2.0。维生素K₁的保留时间约6min。注：从进样器到检测器方向安装色谱柱：分析柱，反应柱，C₁₈预柱。

4.6 对照品溶液的制备：准确称取30mg维生素K₁到100mL棕色容量瓶中，用正己烷溶解并定容至刻度，该溶液为S1，在冷藏条件下可保存1个月。移取5.0mL的标准储备液S1至100mL棕色容量瓶中，用异丙醇定容至刻度，该溶液为中间储备液S2，在冷藏条件下可保存1个月；移取3.0mL的中间储备液S2到500mL棕色容量瓶中，用甲醇定容至刻度，该溶液为S3，浓度约为0.090μg/mL，在冷藏条件下可保存1个月。

4.7 样品溶液的制备：取样品20片，粉碎成细粉。精密称取约1片量样品粉末，置50mL避光离心管中，加15mL 7%

冰醋酸并将样品漩涡分散，将离心管放入60℃水浴振摇10m in，再于60℃水浴超声处理15m in，移出，趁热再次漩涡振荡5~10sec；加10m L乙醇，漩涡振荡混匀。将离心管放入60℃水浴振摇10m in，移出水浴，趁热再次漩涡振荡5~10sec；冷却至室温，精密加入10.0m L正己烷，漩涡振荡15sec，确保无泄漏，机械振荡20m in；将离心管在2500rpm 的转速下离心5m in，移取3.0m L的上清液于50m L的棕色容量瓶中，用甲醇定容，摇匀，为样品溶液。

4.8 测定：分别注入等体积（10 μL）的对照品溶液和样品溶液，测定。

4.9 结果计算：

$$\text{维生素K}_1\text{的含量 (}\mu\text{g/g)} = \frac{A_s \times c \times f}{A_{st} \times W}$$

式中：

A_s—样品溶液的峰面积；

A_{st}—对照品溶液的峰面积；

c—对照品溶液的浓度，μg/mL；

f—样品稀释因子，mL；

W—样品的重量，g。

5 维生素B₁、维生素B₂、维生素B₆、烟酰胺、叶酸、泛酸的测定

5.1 原理：样品中的维生素B₁、维生素B₂、维生素B₆、烟酰胺、叶酸、泛酸在弱酸性缓冲溶液中经提取后，用高压液相色谱，紫外检测器外标法定量测定。

5.2 试剂

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。

5.2.1 甲醇：色谱纯。

5.2.2 二甲基亚砜（DM SO）：试剂级。

5.2.3 冰醋酸：试剂纯。

5.2.4 碳酸钠：试剂级。

5.2.5 磷酸（85%）：试剂级。

5.2.6 磷酸二氢钾（KH₂PO₄）：试剂级。

5.2.7 己烷磺酸钠（C₆H₁₃NaO₃S）：色谱级。

5.2.8 硫氰酸铵（NH₄CNS）：试剂级。

5.2.9 硫酸钠（Na₂SO₄）：试剂级。

5.2.10 碳酸钠溶液：4.0g碳酸钠，加4000m L水溶解，混匀。

5.2.11 提取液：在1L的容量瓶中，称取5g硫氰酸铵，960m L的DM SO和40m L冰醋酸，混匀至溶解。

5.2.12 稀释液：称取28.4g硫酸钠，加80m L冰醋酸，再加3920m L水混匀。

5.2.13 STD 稀释液：取100m L提取液和900m L稀释液混匀。

5.2.14 维生素B₁（Thiamine Mononitrate）对照品：约100%。

5.2.15 维生素B₂（Riboflavin）对照品：约100%。

5.2.16 维生素B₆（Pyridoxine HCl）对照品：约100%。

5.2.17 烟酰胺（Nicotinamide）对照品：约100%。

5.2.18 泛酸钙（Calcium Pantothenate）对照品：约100%。

5.2.19 叶酸（Folic acid）对照品：约91%。

5.3 仪器

5.3.1 常用实验室仪器。

5.3.2 水浴恒温振荡器。

5.3.3 振荡器。

5.3.4 pH计。

5.3.5 高压液相色谱仪：具可编程的紫外检测器、数据处理系统或记录仪。

5.4 操作步骤：照高效液相色谱法，按《中华人民共和国药典》测定。避光操作。

5.5 色谱条件与系统适用性试验：色谱柱：Agilent Zorbax poroshell 120EC-C18 2.7 μm 100mm × 4.6mm，或具同等性能的色谱柱；流动相A：称取1.2g己烷磺酸钠和3.4g磷酸二氢钾溶于1L超纯水中，用10%的磷酸溶液调pH至4.0；甲醇为流动相B相，按表A4进行梯度洗脱；流速为1.0m L/m in；检测波长：250nm处烟酰胺；210nm处泛酸；280nm处维生素B₁，维生素B₂，维生素B₆和叶酸；各组分的出峰顺序为：烟酰胺；泛酸；维生素B₆；叶酸；维生素B₁；维生素B₂；进样量为10 μL；柱温为30℃。开始时检测波长250nm，当烟酰胺出峰结束后，波长转为210nm，等

泛酸出峰结束后再调到280nm。连续6针对照品各峰面积的RSD应不大于2.0%；分离度不低于2.0；所有主峰的拖尾因子不超过2.0。

表A 4.色谱系统梯度洗脱程序

时间 (m in)	流动相A	流动相B
0.00	95	5
4.00	95	5
16.00	75	25
20.00	75	25
20.50	95	5
25.00	95	5

注意：因为食品级样品中干扰测定的杂质峰较多，可通过调整两相梯度的比例来调节色谱峰的分离程度，并同步调整检测波长的时间范围。

5.6 对照品溶液的制备：准确称取320m g烟酰胺、32m g维生素B₆、110m g泛酸钙、25m g维生素B₁和28m g维生素B₂于200m L棕色容量瓶中，加20m L提取液，超声5m in；再加20m L稀释液，超声5m in；再加100m L稀释液，机械振摇30m in。用稀释液定容至刻度，摇匀。此溶液为标准储备液A。准确称取28m g叶酸于100m L棕色容量瓶中，加75m L碳酸钠溶液，超声5m in，用碳酸钠溶液定容至刻度。此溶液为标准储备液B。精密移取2.0m L标准储备液B于100m L棕色容量瓶中，加适量STD 稀释液，混匀，再加20.0m L标准储备液A，用STD 稀释液定容至刻度，摇匀，用0.45 μm 的滤膜过滤，即得对照品溶液。（注：对照品标准储备液可冰箱保存23天。）

5.7 样品溶液的制备：取样品20片，粉碎成粉末。准确称取约2.8片量的样品粉末，置于100m L棕色容量瓶中。加入10m L提取液到容量瓶中，振荡至完全湿润样品粉末，超声5m in；加10m L稀释液到容量瓶中，超声5m in；加60m L稀释液，机械振摇30m in。用稀释液定容至刻度，混匀，用0.45 μm 的滤膜过滤，即得样品溶液。

5.8 测定：分别取对照品溶液和样品溶液10 μL注入液相色谱仪。

5.9 结果计算：

$$\text{样品中维生素B}_1\text{的含量 (m g/g)} = \frac{A_s \times c \times f \times 1.030}{A_{st} \times W}$$

$$\text{样品中维生素B}_2\text{的含量 (m g/g)} = \frac{A_s \times W}{A_s \times c \times f}$$

$$\text{样品中维生素B}_6\text{的含量 (m g/g)} = \frac{A_s \times W}{A_s \times c \times f}$$

$$\text{样品中烟酰胺的含量 (m g/g)} = \frac{A_s \times W}{A_s \times c \times f}$$

$$\text{样品中叶酸的含量 (μg/g)} = \frac{A_s \times c \times 1000 \times f}{A_{st} \times W}$$

$$\text{样品中泛酸的含量 (m g/g)} = \frac{A_s \times W}{A_s \times c \times f \times 0.92}$$

$$A_{st} \times W$$

式中：

A_s—样品溶液的峰面积；

A_{st}—对照品溶液的峰面积；

C—对照品溶液的浓度，m g/mL；

f—样品稀释因子，m L；

W—样品的重量，g；

1.030—盐酸硫胺对硝酸硫胺的分子量比；

0.92—泛酸和泛酸钙的转换因子。

6 维生素C的测定

6.1 原理：样品中的维生素C溶解于水后，采用电位滴定法用碘液滴定。

6.2 试剂

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。

6.2.1 乙醇95%：试剂级。

6.2.2 硫酸：试剂级。

6.2.3 碘滴定液：0.05m o/L。

6.2.4 0.2m o/L 硫酸：吸取22.0m L的浓硫酸至约含1500m L纯水的2000m L容量瓶中，摇匀，冷却后定容，再混匀。

6.2.5 0.05m o/L 硫酸：吸取5.5m L的浓硫酸至约含1500m L纯水的2000m L容量瓶中，摇匀，冷却后定容，再混匀。

6.2.6 维生素C (Ascorbic Acid) 对照品，纯度约100%。

6.3 仪器

6.3.1 常用实验室仪器。

6.3.2 磁力搅拌器。

6.3.3 电位滴定仪：METTLER TOLEDO DL53 Titrator。

6.3.4 电极：DM il40-SC氧化还原滴定用复合铂丝电极。

6.3.5 滴定杯：250m L玻璃滴定杯。

6.4 系统验证

6.4.1 系统验证溶液的制备：准确称取60m g维生素C对照品至250m L大口径滴定杯中。用20m L乙醇完全润湿标准品。加入90m L 0.05m o/L的硫酸至大口径滴定杯。加入50m L纯水。用搅拌棒或用搅拌转子在搅拌器上将溶液混匀。

6.4.2 系统验证步骤：浸没铂电极到系统验证溶液中，0.05m o/L的碘滴定液滴定，电位滴定法确定终点。每1m L的碘滴定液（0.05m o/L）相当于8.806m g的维生素C。系统验证溶液中计算所得的维生素C的含量应在维生素C标准品实际含量的97% ~103% 范围内。

6.5 样品溶液的制备：取样品20片，粉碎成细粉。准确称取约1.4片量样品粉末至250m L的大口径滴定杯中。加入20m L乙醇，将样品完全润湿。加入90m L 0.2m o/L的硫酸至大口径滴定杯。加入50m L纯水。用搅拌棒或用搅拌转子在搅拌器上将溶液混匀。（注意：为确保充分混匀，可将样品溶液高速搅拌，在系统里可设置转速。维生素C水溶液易被空气氧化，因此溶液制备完后应尽快滴定，不要延误。）

6.6 样品溶液的滴定：浸没铂电极到样品溶液中，0.05m o/L的碘滴定液滴定，电位滴定法确定终点。每1m L的碘滴定液（0.05m o/L）相当于8.806m g的维生素C (C₆H₈O₆)。

6.7 结果计算

$$\text{样品中维生素C的含量 (mg/g)} = \frac{V \times 8.806 \times NF}{W}$$

式中：

V—消耗0.05m o/L碘滴定液的毫升数；

8.806—每毫升0.05m o/L碘滴定液相当于维生素C的毫克数；

NF—0.05m o/L碘滴定液的浓度因子；

W—供试品的重量，g。

7 维生素B₁₂的测定

7.1 原理：本方法参考GB/T 5009.217-2008保健食品中维生素B₁₂的测定。样品中的维生素B₁₂经甲醇/0.5% 硫氰酸铵溶液经提取后，用高压液相色谱，紫外检测器外标法定量测定。

7.2 试剂

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。

7.2.1 乙腈：色谱级。

7.2.2 甲醇：色谱级。

7.2.3 磷酸：试剂级。

7.2.4 0.5% 硫氰酸铵溶液：称取5g硫氰酸铵至1L的容量瓶中，用纯水定容。

7.2.5 0.1% 磷酸溶液：取2m L磷酸至2L的容量瓶中，用纯水定容。

7.2.6 甲醇/0.5% 硫氰酸铵溶液（50/50）：将500m L的甲醇和500m L的0.5% 硫氰酸铵溶液等量混匀。

7.2.7 0.1% 磷酸溶液/乙腈（90/10）：将900m L的0.1% 磷酸溶液和100m L的乙腈混匀。

7.2.8 维生素B₁₂对照品：纯度约100%。

7.3 仪器

7.3.1 常用实验室仪器及50m L离心管。

7.3.2 超声清洗器。

7.3.3 机械振荡器。

7.3.4 离心机。

7.3.5 高压液相色谱仪：紫外检测器、数据处理系统或记录仪。

7.4 操作步骤：照高效液相色谱法，按《中华人民共和国药典》测定，避光操作。

7.5 系统适用性试验：色谱柱：Waters Symmetry C18, 4.6×250mm, 5μm, 或具同等性能的色谱柱。流动相：A相为0.1% H₃PO₄, B相为乙腈, 见表A.5色谱系统梯度表。流速为0.5mL/min; 检测器波长为550nm; 柱温为25℃, 进样量为200μL。待基线平稳后, 用对照品溶液重复进样6次, 维生素B₁₂峰面积的RSD不大于3.0%, 维生素B₁₂的拖尾因子均不大于2.0。

表A.5.色谱系统梯度表

时间 (min)	0.1% H ₃ PO ₄ (MPA)	乙腈Acce (MPB)	流速 (mL/min)
0.00	90	10	0.5
20.00	50	50	0.5
21.00	5	95	0.5
30.00	5	95	0.5
31.00	90	10	0.5
40.00	90	10	0.5

注：梯度洗脱程序可根据实际情况进行适当调整。

7.6 对照品溶液的制备：准确称取29mg维生素B₁₂对照品到200mL棕色容量瓶中, 用甲醇/0.5% 硫氰酸铵溶液 (50/50) 溶解, 机械振荡约15min, 并定容至刻度, 混匀, 此溶液为标准储备液。移取4.0mL的标准储备液至200mL棕色容量瓶中; 用0.1% 磷酸溶液/乙腈 (90/10) 定容至刻度, 混匀, 此溶液为标准中间液。移取5.0mL标准中间液至100mL棕色容量瓶中。用0.1% 磷酸溶液/乙腈 (90/10) 定容至刻度, 混匀。此溶液为对照品溶液。

7.7 样品溶液的制备：取样品20片, 粉碎成粉末。准确称取约2.5片量样品粉末, 置于50mL避光离心管中; 加25.0mL甲醇/0.5% 硫氰酸铵溶液 (50/50) 到离心管溶解, 振荡, 摇匀; 高速机械振摇30min; 离心管离心5min; 移取3.0mL 0.1% 磷酸溶液至合适的避光容器中; 移取2.0mL过滤后的样品溶液到同一避光容器中, 混匀; 上述溶液用0.45μm的滤膜过滤至进样小瓶中。此溶液为样品溶液。

7.8 测定：分别注入等体积 (200μL) 的对照品溶液和样品溶液, 测定。

7.9 结果计算

$$\text{样品中维生素B}_{12}\text{的含量 (}\mu\text{g/g)} = \frac{A_s \times c \times f}{A_{st} \times W}$$

式中：

A_s—样品溶液的峰面积；

A_{st}—对照品溶液的峰面积；

C—对照品溶液的浓度, μg/mL；

f—样品稀释因子, mL。

W—样品的重量, g。

8 生物素的测定

8.1 原理：样品中的生物素经7.5% 磷酸溶液溶解、水浴提取后, 用高压液相色谱, 紫外检测器外标法定量测定。

8.2 试剂

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。

8.2.1 乙腈 (CH₃CN)：色谱级。

8.2.2 硫氰酸铵 (NH₄SCN)：试剂级。

8.2.3 甲醇：色谱级。

8.2.4 磷酸85% w/w (H₃PO₄)：色谱级。

8.2.5 二水合磷酸二氢钠 (NaH₂PO₄·2H₂O)：试剂级。

8.2.6 十二水合磷酸氢二钠 (Na₂HPO₄·12H₂O)：试剂级。

8.2.7 标准稀释液：称取35.8g十二水合磷酸氢二钠 (Na₂HPO₄·12H₂O) 到合适的容器中, 加2L水溶解混匀。

8.2.8 0.5% 硫氰酸铵 (w/v) 的甲醇：称取5g硫氰酸铵到1000mL甲醇中, 溶解, 混匀。

8.2.9 洗针溶液：10% v/v乙腈/水。

8.2.10 7.5% 磷酸溶液：量取88mL 85% 磷酸溶液至1000mL容量瓶中, 用水稀释定容。

8.2.11 SealWash溶液：10% v/v乙腈/水。

8.2.12 生物素对照品：纯度约100%。

8.3 仪器

8.3.1 常用实验室仪器。

8.3.2 50m L 离心管。

8.3.3 超声清洗器。

8.3.4 机械振摇器。

8.3.5 离心机。

8.3.6 高压液相色谱仪：紫外检测器、数据处理系统或记录仪。

8.4 操作步骤：照高效液相色谱法，按《中华人民共和国药典》测定，避光操作。

8.5 系统适用性试验：色谱柱：GeminiC₁₈，4.6m m × 250m m，3 μm，或具同等性能的色谱柱。预柱：GeminiC₁₈，4.0m m × 3.0m m，Phenom ex part# A J0-7597 (Guard Cartridge Kit, Phenom ex part# K J0-4282)，或具同等性能的预柱。流动相A相：称取15.6g二水合磷酸二氢钠 (NaH₂PO₄ · 2H₂O) 和4.9g磷酸85% 到2L的容器中，加2L的水，溶解，混匀；B相为通过0.45 μm 的滤膜过滤的标准稀释液；C相为50% v/v乙腈/水。其中，流动相A中磷酸的量可在±10% 的范围内适当调节，以满足更好的分离效果。按表A 6 色谱系统梯度表运行。流速为1.0m L/m in；检测器波长为210nm；柱温为45±2℃，进样量为200 μL。待基线平稳后，用对照品溶液重复进样6次，生物素峰面积的RSD 不大于2.0%。

表A 6. 色谱系统梯度表

时间 (m in)	% A	% B	% C
0.00	82.0	0.00	18.0
9.80	82.0	0.00	18.0
9.90	47.0	47.0	6.00
20.0	47.0	47.0	6.00
20.1	0.00	0.00	100
23.0	0.00	0.00	100
23.1	82.0	0.00	18.0
40.0	82.0	0.00	18.0

注：梯度洗脱程序可根据 ([实际情况进行适当调整。)

8.6 对照品溶液的制备：准确称取25m g生物素对照品到100m L棕色容量瓶中，加约50m L标准稀释液，超声并不断振摇直至溶解 (约1m in)，用标准稀释液定容至刻度，摇匀，此为标准储备液。移取3.0m L标准储备液至250m L棕色容量瓶中；用水定容至刻度，混匀，此溶液为对照品溶液。

8.7 样品溶液的制备：取样品20片，粉碎成粉末。准确称取约6片量样品粉末，置于100m L棕色容量瓶；加10m L 0.5% 硫氰酸铵的甲醇，旋涡分散，超声5m in。缓慢滴加20m L 7.5% 磷酸溶液，加水至50m L，振摇。将样品置于65℃ 水浴15m in。将样品移出水浴，趁热高速机械振摇15m in。冷却至室温，用水定容至刻度，摇匀。将样品在3500转速下离心5m in。用0.2 μm 滤膜过滤上清液至进样小瓶中，初滤液丢弃。此溶液为样品溶液。注意：操作过程中一定要缓慢滴加7.5% 磷酸溶液，边加边摇，直到反应平息。

8.8 测定：分别注入等体积 (200 μL) 的对照品溶液和样品溶液，测定。

8.9 结果计算

$$\text{样品中生物素的含量 (}\mu\text{g/g)} = \frac{A_s \times c \times f}{A_{st} \times W}$$

式中：

A_s—样品溶液的峰面积；

A_{st}—对照品溶液的峰面积；

C—对照品溶液的浓度，μg/mL；

F—样品稀释因子，mL；

W—样品的重量，g。

9 钙、铜、铁、锌、镁、锰的测定

9.1 原理：本方法参考GB 5413.21-2010婴幼儿食品和乳品中钙、铁、锌、钠、钾、镁、铜和锰的测定第二法。样品经混酸溶液消化，稀释至合适体积后用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定，内标法定量。

9.2 试剂

9.2.1 硝酸：优级纯。

9.2.2 盐酸：优级纯。

9.2.3 混合酸溶液：取750m L盐酸和375m L硝酸至2000m L容量瓶，用水稀释至接近刻度，冷却，用水定容至刻度，

混匀。

9.2.4 参考标准溶液：Ca、Mg标准溶液：10000 µg/mL；Cu，Fe，Mn，Zn标准溶液：1000 µg/mL

9.2.5 参考标准溶液：钇（Y）标准溶液：1000 µg/mL

9.3 仪器

9.3.1 电热板。

9.3.2 等离子发射光谱ICP。

表A7：等离子发射光谱参数（测试波长可根据不同的仪器型号进行适当的调整）

常量元素	波长（nm）
钙 Ca	317.933
铜 Cu	324.752
铁 Fe	259.939
镁 Mg	279.077
锰 Mn	257.610
锌 Zn	213.857
Y（IS）钇（内标）	371.029

9.4 对照品溶液的制备

9.4.1 50 µg/mL 钇内标溶液的制备：吸取10.0mL 1000 µg/mL的钇标准溶液至200mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该标准溶液为：50 µg/mL Y（IS）；

9.4.2 100 µg/mL 铜标准溶液的制备：吸取10.0mL 1000 µg/mL的铜标准溶液至100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该标准溶液为：100 µg/mL Cu标准溶液；

9.4.3 常量空白溶液的制备：吸取0.5mL的混酸溶液和2.0mL 50 µg/mL Y（IS）至100mL容量瓶中，用水定容至刻度，混匀。该溶液为常量空白溶液。

9.4.4 常量储备标准溶液：吸取表A8参考标准溶液至100mL容量瓶中，加20mL混酸溶液，用水定容至刻度，混匀。该复合储备标准溶液为：常量储备标准溶液

表A8：常量储备标准溶液

元素	标准溶液体积（mL）	浓度（µg/mL）
Ca,10000 µg/mL	8.0	800
Cu,100 µg/mL	2.0	2.0
Fe,1000 µg/mL	4.0	40
Mg,10000 µg/mL	2.0	200
Mn,1000 µg/mL	1.3	13
Zn,1000 µg/mL	4.0	40

9.5 常量工作标准溶液的制备：分别移取2.0、5.0、10.0、15.0、20.0mL常量储备标准溶液至5个100mL容量瓶。分别加入2.0mL 50m g/mL钇内标溶液。纯水稀释至刻度，摇匀。（分别制备得常量工作标准溶液STD 1、2、3、4、5）

9.6 常量工作标准溶液浓度

表A9：常量工作标准溶液浓度：

元素	Working STD 1 Conc.（µg/mL）	Working STD 2 Conc.（µg/mL）	Working STD 3 Conc.（µg/mL）	Working STD 4 Conc.（µg/mL）	Working STD 5 Conc.（µg/mL）
Ca	16	40	80	120	160
Cu	0.04	0.1	0.2	0.3	0.4
Fe	0.8	2.0	4.0	6.0	8.0
Mg	4	10.0	20.0	30.0	40.0
Mn	0.26	0.65	1.3	1.95	2.6
Zn	0.8	2.0	4.0	6.0	8.0
Y（IS）	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0

9.7 样品溶液的制备

9.7.1 常量样品储备溶液的制备：取样品40片，粉碎成细粉。精密称取相当于9片的样品粉末至250mL烧杯中，加50mL混酸，使其静置反应15min。将样品置于已预热的电热板上，温和加热并消化样品，避免煮沸，样品溶解后继续加热30min，不时搅拌。如果溶液开始沸腾，将烧杯从电热板上移开，当溶液停止沸腾后，再将烧杯置于电

热板（注：在消化的最后10m in内不要搅拌混匀）。将上层溶液转移至200m L容量瓶中；再加50m L混酸至原烧杯中，在电热板上进一步消化30m in；将烧杯中溶液转移至上述200m L容量瓶中，用水冲洗，一并转移；冷却至室温，用水定容至刻度，混匀；用Whatman # 541或相当滤纸过滤，弃去10-15m L初滤液。此滤液为常量样品储备溶液。

9.7.2 常量样品工作溶液的制备：移取3.0m L常量样品储备溶液和5.0m L 50 µg/mL Y（IS）至250m L容量瓶。纯水稀释至刻度，摇匀。此溶液为常量样品工作溶液。

9.8 系统适应性测试：系统平衡后，测试空白溶液和标准工作液，线性回归系数 r^2 应 ≥ 0.99 ， $r \geq 0.995$ 。连续读取3次读数，要求钙、铁、镁、锰和锌的读值的相对标准偏差应不大于5.0%，铜的读值的相对标准偏差应不大于10.0%。

9.9 测定：按照仪器和参数项下的要求，用空白液冲洗和稳定仪器，用工作标液校准常量元素的分析谱线，定出优化设置，分别在等离子发射光谱上测试对照品溶液和样品溶液，测定。

9.10 结果计算

$$\text{样品中钙、铜、铁、锌、镁、锰的含量 (mg/g)} = \frac{\text{SpIConc} \times \text{DF}}{W \times 1000}$$

式中：

SpIConc—测得样品溶液的浓度，µg/mL；

DF—样品稀释因子，mL；

W—样品的重量，g；

1000—1mg=1000µg。

10 铬、钼、硒的测定

10.1 原理：本方法参考GB 5413.21-2010婴幼儿食品和乳品中钙、铁、锌、钠、钾、镁、铜和锰的测定第二法。样品经混酸溶液消化，稀释至合适体积后用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定，内标法定量。

10.2 试剂

10.2.1 硝酸：优级纯。

10.2.2 盐酸：优级纯。

10.2.3 混合酸溶液：取750m L盐酸和375m L硝酸至2000m L容量瓶，用水稀释至接近刻度，冷却，用水定容至刻度，混匀。

10.2.4 参考标准溶液：Cr、Mo和Se：1000 µg/mL。

10.2.5 参考标准溶液：钪（Sc）标准溶液：1000 µg/mL。

10.3 仪器

10.3.1 电热板。

10.3.2 等离子发射光谱ICP。

表A 10：等离子发射光谱参数（测试波长可根据不同的仪器型号进行适当的调整）

微量元素	波长（nm）
Cr	267.716
Se	196.026
Mo	202.030
Sc（IS）	361.383

10.4 对照品溶液的制备

10.4.1 基质溶液的制备：称取81.0g不含Cr、Mo、Se的空白辅料于2000m L容量瓶中，加1000m L混酸溶液，置于电热板加热30m in直至溶解，冷却至室温，用水定容，摇匀，过滤；此溶液为基质溶液。

10.4.2 20 µg/mL钪内标溶液的制备：吸取2.0m L钪标准溶液至100m L容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该标准溶液为：20 µg/mL Sc（IS）。

10.4.3 微量空白溶液的制备：吸取10.0m L超纯水和1.0m L 20 µg/mL Sc（IS）至100m L容量瓶中，用基质溶液定容至刻度，混匀。该溶液为：微量空白溶液。

10.4.4 微量储备标准溶液：吸取表A 11参考标准溶液至500m L容量瓶中，加50m L混酸溶液，用水定容至刻度，混匀。该复合储备标准溶液为：微量储备标准溶液

表A 11：微量储备标准溶液

元素	标准溶液体积（mL）	浓度（µg/mL）
Cr;1000 µg/mL	4.0	8

Se,1000 µg/mL	8.0	16
Mo,1000 µg/mL	5.0	10

10.4.5 微量工作标准溶液的制备：分别移取5.0、10.0、20.0mL微量储备标准溶液至3个100mL容量瓶。分别加入1.0mL 20 µg/mL钼内标溶液。用基质溶液稀释至刻度，摇匀。（分别制备得微量工作标准溶液STD 1, 2, 3）

10.4.6 微量工作标准溶液浓度

表A 12：微量工作标准溶液浓度：

元素	Working STD 1 Conc. (µg/mL)	Working STD 2 Conc. (µg/mL)	Working STD 3 Conc. (µg/mL)
Cr	0.4	0.8	1.6
Se	0.8	1.6	3.2
Mo	0.5	1.0	2.0
Sc (IS)	0.2	0.2	0.2

10.5 微量样品溶液的制备：取样品40片，粉碎成细粉。精密称取相当于9片的样品粉末至250mL烧杯中，加50mL混酸，使其静置反应15min。将样品置于已预热的电热板上，温和加热并消化样品，避免煮沸，样品溶解后继续加热30min，不时搅拌。如果溶液开始沸腾，将烧杯从电热板上移开，当溶液停止沸腾后，再将烧杯置于电热板（注：在消化的最后10min内不要搅拌混匀）。将上层溶液转移至已加入2.0mL 20 µg/mL Sc (IS) 200mL容量瓶中；再加50mL混酸至原烧杯中，在电热板上进一步消化30min；将烧杯中溶液转移至上述200mL容量瓶中，用水冲洗，一并转移；冷却至室温，用水定容至刻度，混匀；用Whatman # 541或相当滤纸过滤，弃去10~15mL初滤液。此滤液为微量样品溶液（此滤液也可用作常量样品储备溶液。）

10.6 系统适应性测试：系统平衡后，测试空白溶液和标准工作液，线性回归系数 r^2 应 ≥ 0.99 ， $r \geq 0.995$ 。连续读取3次读数，要求铬、钼的读值的相对标准偏差应不大于5.0%，硒的读值的相对标准偏差应不大于10.0%。

10.7 测定：按照仪器和参数项下的要求，用空白液冲洗和稳定仪器，用工作标液校准微量元素的分析谱线，定出优化设置，分别在等离子发射光谱上测试对照品溶液和样品溶液，测定。

10.8 结果计算

$$\text{样品中铬、钼、硒的含量 (µg/g)} = \frac{\text{Sp1Conc} \times \text{DF}}{W}$$

式中：

Sp1Conc为测得样品溶液的浓度，µg/mL；

DF一样品稀释因子，mL；

W一样品的重量，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“片剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 碳酸钙粉

项 目	指 标
来源	碳酸钙、麦芽糊精
制法	经制粒、干燥(约110℃)、过筛、包装等主要工艺加工制得。
干燥失重，%	≤5
感官要求	白色至类白色有流动性的颗粒
鉴别	符合规定
钙含量，%	≥37.0
碳酸钙含量，%	≥92.4
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0

总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.5
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌和酵母，CFU/g	≤100
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
金黄色葡萄球菌	≤0/10g
沙门氏菌	≤0/25g

2.碳酸镁：应符合GB 25587《食品安全国家标准 食品添加剂 碳酸镁》的规定。

3.维生素C（L-抗坏血酸）：应符合GB 14754《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素C（抗坏血酸）》的规定。

4.维生素E粉

项 目	指 标
来源	d1- α -生育酚醋酸酯、麦芽糊精、辛烯基琥珀酸淀粉钠、二氧化硅
制法	经溶解、乳化（温度40~90℃）、喷雾干燥、混合、分装等主要工艺加工制得。
干燥失重，%	≤5
感官要求	本品为白色至浅黄色粉末
鉴别	在含量测定项下记录的色谱图中，供试品主峰的保留时间应与维生素E对照品峰的保留时间一致
维生素E含量，%	≥50.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2
总砷（以As计），mg/kg	≤2
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌和酵母，CFU/g	≤100
大肠杆菌	≤0/10g
金黄色葡萄球菌	≤0/10g
沙门氏菌	≤0/25g

5.矿物质预混物

项 目	指 标
来源	磷酸氢钙、亚硒酸钠、三氯化铬、钼酸钠、微晶纤维素
制法	经配料、投料、过筛、混合、过滤等主要工艺加工制得。
干燥失重，%	≤5
铬（以Cr计），mg/g	0.468~0.660
钼（以Mo计），mg/g	0.623~0.880
硒（以Se计），mg/g	1.139~1.518
钙（以Ca计），mg/g	211.359~281.812
铅（以Pb计），mg/kg	≤2
总砷（以As计），mg/kg	≤2
总汞（以Hg计），mg/kg	≤1

菌落总数, CFU/g	≤1000
霉菌和酵母, CFU/g	≤100
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
金黄色葡萄球菌	≤0/10g
沙门氏菌	≤0/25g

6.硫酸锌：应符合GB 25579《食品安全国家标准 食品添加剂 硫酸锌》的相应规定。

7.富马酸亚铁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

8.泛酸（D-泛酸钙）：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

9.β胡萝卜素粉

项 目	指 标
来源	β胡萝卜素、辛烯基琥珀酸淀粉钠、玉米淀粉、葡萄糖浆、抗坏血酸钠、d1-α生育酚
制法	经溶解、乳化（温度40~90℃）、减压蒸馏、喷雾干燥、分装等主要工艺加工制得。
干燥失重, %	≤8
感官要求	红棕色的颗粒状粉末
β胡萝卜素含量, %	≥20
铅（以Pb计）, mg/kg	≤2
总砷（以As计）, mg/kg	≤2
总汞（以Hg计）, mg/kg	≤0.3
菌落总数, CFU/g	≤1000
霉菌和酵母, CFU/g	≤100
大肠杆菌	≤0/10g
金黄色葡萄球菌	≤0/10g
沙门氏菌	≤0/25g

10.烟酰胺：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

11.硫酸锰：应符合GB 29208《食品安全国家标准 食品添加剂 硫酸锰》的规定。

12.生物素粉

项 目	指 标
来源	D-生物素、无水磷酸氢钙
制法	经混合、分装等主要工艺加工制得。
干燥失重, %	≤5
感官要求	本品为白色粉末；无臭，无味
鉴别	在含量测定项下，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致
生物素含量, %	应为标示量的100.0~120.0
铅（以Pb计）, mg/kg	≤2
总砷（以As计）, mg/kg	≤2
总汞（以Hg计）, mg/kg	≤0.3
菌落总数, CFU/g	≤1000
霉菌和酵母, CFU/g	≤100

大肠杆菌	≤0/10g
金黄色葡萄球菌	≤0/10g
沙门氏菌	≤0/25g

13.维生素B₂（核黄素）：应符合GB 14752《食品安全国家标准 维生素B₂（核黄素）》的规定。

14.维生素D₃粉

项 目	指 标
来源	胆钙化醇、明胶、蔗糖、玉米淀粉、部分氢化大豆油、d1-α生育酚
制法	经溶解、乳化（温度40~90℃）、喷雾干燥、分装等主要工艺加工制得。
感官要求	类白色至淡黄色的易流动的颗粒
鉴别	（TLC）供试品溶液所显主斑点的颜色和位置应与V D ₃ 对照品溶液1的主斑点相同
干燥失重，%	≤8
维生素D ₃ 含量，IU/g	100000~110000
铅（以Pb计），mg/kg	≤2
总砷（以As计），mg/kg	≤2
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌和酵母，CFU/g	≤100
大肠杆菌	≤0/10g
金黄色葡萄球菌	≤0/10g
沙门氏菌	≤0/25g

15.维生素B₆（盐酸吡哆醇）：应符合GB 14753《食品安全国家标准 维生素B₆（盐酸吡哆醇）》的规定。

16.硫酸铜：应符合GB 29210《食品安全国家标准 食品添加剂 硫酸铜》的规定。

17.维生素B₁（硝酸硫胺素）：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

18.维生素B₁₂粉

项 目	指 标
来源	氰钴胺素、辛烯基琥珀酸淀粉钠、柠檬酸钠、柠檬酸、二氧化硅
制法	经溶解、喷雾干燥、混合、分装等主要工艺加工制得。
干燥失重，%	≤5
感官要求	粉红色细粉
鉴别	溶液在361±2nm 和550±3nm 有最大吸收
维生素B ₁₂ 含量，%	≥1.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2
总砷（以As计），mg/kg	≤2
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌和酵母，CFU/g	≤100

大肠杆菌	≤0/10g
金黄色葡萄球菌	≤0/10g
沙门氏菌	≤0/25g

19.维生素K₁粉

项 目	指 标
来源	维生素K ₁ 、阿拉伯胶、蔗糖
制法	经溶解、乳化（温度40~90℃）、喷雾干燥、分装等主要工艺加工制得。
干燥失重，%	≤5
感官要求	本品为微黄色至黄色粉末
鉴别	（HPLC）供试品主峰保留时间应与对照品主峰的保留时间一致
顺式异构体，%	不得过21.0
维生素K ₁ 含量，%	≥5.0
铅（以Pb计），m g/kg	≤2
总砷（以As计），m g/kg	≤2
总汞（以Hg计），m g/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌和酵母，CFU/g	≤100
大肠杆菌	≤0/10g
金黄色葡萄球菌	≤0/10g
沙门氏菌	≤0/25g

20.叶酸：应符合GB 15570《食品安全国家标准 食品添加剂 叶酸》的规定。

21.微晶纤维素：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

22.羧甲基淀粉钠：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

23.薄膜包衣预混剂

项 目	指 标
来源	羟丙基甲基纤维素、二氧化钛、三乙酸甘油酯、聚山梨酯、植物炭黑
制法	经称量、混合固体原料、加液体原料继续混合、包装等主要工艺加工制得。
感官要求	灰色粉末，样品中不应有杂质
色差	样品制备的供试卡片与标准品卡的色差应符合下列要求：ΔE ≤2.0或目测供试卡片和标准品卡片，应无可辨的差别
总砷（以As计），m g/kg	≤0.5
铅（以Pb计），m g/kg	≤1.5
红外鉴别	与对照品图谱一致
灰分%	30.04~38.04
需氧菌总数，CFU/g	≤1000
霉菌和酵母，CFU/g	≤100

大肠埃希菌

每1g不得检出

24.硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

25.二氧化硅：应符合GB 25576《食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化硅》的规定。