

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20170758

采瑞牌维生素D钙片

【原料】 碳酸钙、维生素D₃粉（胆钙化醇、辛烯基琥珀酸淀粉钠、抗坏血酸钠、二氧化硅、麦芽糊精、白砂糖、玉米油）

【辅料】 糊精、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经过筛、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	白色
滋味、气味	具本品应有的滋味和气味，无异味
性状	片剂，完整光洁，有适宜的硬度
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
灰分，%	≤86	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0	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
-----------------	------	------------

【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	20~35	GB 5009.92
维生素D ₃ , μg/100g	150~338	1 维生素D ₃ 的测定

1 维生素D 的测定

3

1.1 试剂

1.1.1 乙醇: 色谱纯。

1.1.2 乙腈: 色谱纯。

1.1.3 正己烷: 色谱纯。

1.1.4 二甲基亚砜: 分析纯。

1.1.5 柠檬酸: 分析纯。

1.1.6 水: 超纯水。

1.1.7 氮气: 超纯氮。

1.1.8 维生素D₃标准储备液: 准确称取0.0100g维生素D₃标准品于10mL棕色容量瓶中, 用乙醇溶解并定容至体积。

1.1.9 维生素D₂标准储备液: 准确称取0.0100g维生素D₂标准品于10mL棕色容量瓶中, 用乙醇溶解并定容至体积。

1.1.10 破壁液: 5%柠檬酸溶液+二甲基亚砜=20+80。

1.1.11 标准系列: 将维生素D₂和D₃标准溶液在使用前用紫外分光光度法根据吸光系数E₁%₁cm标定含量。以维生素D₂为内标, 浓度为20μg/mL, 配制维生素D₃标准系列, 浓度分别为2.0、5.0、10.0、15.0、20.0μg/mL。

1.2 仪器

1.2.1 高效液相色谱仪: 附紫外检测器。

1.2.2 粉碎机。

- 1.2.3 离心机。
- 1.3 样品处理：取样品，粉碎，准确称取3.0g于小三角瓶中，准确加入质量浓度为100μg/mL维生素D₂内标溶液0.2mL（相当于20μg），加入10mL破壁液，振摇10min后，加入20.0mL正己烷，继续振摇45min，将正己烷层小心转移至离心管中，3000r/min离心3min，取上清液。向沉淀中加入20.0mL正己烷，再次提取、离心，合并上清液，混合均匀后，准确取20.0mL，以氮气吹干，以0.5mL甲醇溶解，供HPLC测定。
- 1.4 色谱条件
- 1.4.1 色谱柱：C₁₈柱，250×4.6mm，5μm，或具同等性能的色谱柱。
- 1.4.2 流动相：乙腈。
- 1.4.3 波长：264nm。
- 1.4.4 流速：1.5mL/min。
- 1.4.5 柱温：40℃。
- 1.5 色谱分析：分别取标准和试样各20μL进样，HPLC测定。以标准中维生素D₃、维生素D₂的峰面积之比与维生素D₃浓度关系绘制标准曲线。保留时间定性，内标法定量。
- 1.6 结果计算

$$X = \frac{c \times 0.5 \times 2}{10 \times W}$$

式中：

X—样品中维生素D₃的含量，mg/100g

c—维生素D₃的测定浓度，μg/mL

W—样品重量，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：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

维生素D₃粉的质量标准

项 目	标 准
来源	胆钙化醇、辛烷基琥珀酸淀粉钠、抗坏血酸钠、二氧化硅、麦芽糊精、白砂糖、玉米油
制法	乳化、过滤、干燥、混合、过筛、包装等
外观	白色或类白色流动性粉末
干燥失重, %	≤6.0
粒度	全部通过60目筛
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
维生素D ₃ 含量, %	0.2~0.3

菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

3. 糊精：符合《中华人民共和国药典》的规定。

4. 硬脂酸镁：符合《中华人民共和国药典》的规定。
