

国家市场监督管理总局

保健食品产品技术要求

国食健注G20170908

每日每加[®]多种维生素钙铁片

【原料】 碳酸钙、维生素C粉（L-抗坏血酸、乙基纤维素）、富马酸亚铁、维生素E粉（D- α -生育酚醋酸酯、二氧化硅）、泛酸（D-泛酸钙）、维生素A粉（维生素A醋酸酯、蔗糖、玉米淀粉、阿拉伯胶、d1- α -生育酚、磷酸三钙）、维生素D₃粉（胆钙化醇、蔗糖、阿拉伯胶、玉米淀粉、植物油、辛，癸酸甘油酯、二丁基羟基甲苯）、生物素粉（D-生物素、糊精）、叶酸

【辅料】 异麦芽酮糖醇、微晶纤维素、羧甲基淀粉钠、聚维酮K30、硬脂酸镁、薄膜包衣剂（滑石粉、二氧化钛、聚乙烯醇、聚乙二醇、羟丙基甲基纤维素、亮蓝铝色淀、胭脂红铝色淀、柠檬黄铝色淀）

【生产工艺】 本品经混合、制粒、干燥、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】 聚乙烯瓶应符合《口服固体药用高密度聚乙烯瓶》（YBB00122002）；干燥剂应符合《药用固体纸袋装硅胶干燥剂》（YBB00122005）。

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	淡蓝色，片芯呈灰白色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	薄膜衣片，表面完整光洁，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
水分，%	≤8.0	GB 5009.3
灰分，%	≤65.0	GB 5009.4

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
亮蓝, g/kg	≤0.3	GB 5009.35
柠檬黄, g/kg	≤0.3	GB 5009.35
胭脂红, g/kg	≤0.1	GB 5009.35
崩解时限, min	≤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	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
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10

【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	187.2-420.0	1 维生素A的测定
维生素C, mg/g	34.9-78.6	2 维生素C的测定
维生素D ₃ , μg/g	2.7-6.5	3 维生素D ₃ 的测定
维生素E, mg/g	5.8-13.1	4 维生素E的测定
叶酸, μg/g	99.9-240.0	GB/T 17813
生物素, μg/g	10.9-26.3	5 生物素的测定
泛酸, mg/g	2.8-6.5	GB 5413.17
钙(以Ca计), mg/g	167.0-266.0	GB 5009.92中“第一法 火焰原子吸收光谱法”
铁(以Fe计), mg/g	8.3-13.3	GB 5009.90

1.1 适用范围：适用于含有维生素A成分的样品检验。

1.2 依据：参照GB 5413.9-2010《食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中维生素A、D、E的测定》。

1.3 试剂及器皿

1.3.1 试剂

1.3.1.1 维生素A醋酸酯：对照品。

1.3.1.2 甲醇：色谱纯。

1.3.1.3 甲醇：分析纯。

1.3.1.4 水：蒸馏水。

1.3.2 器皿

1.3.2.1 电子天平：AL-204 TD-215D。

1.3.2.2 超声波清洗器：KQ-500E。

1.3.2.3 高效液相色谱仪：1260 1200 LC-15C LC-20A。

1.3.2.4 色谱柱：C18, 4.6mm×250mm, 5 μ m。

1.3.2.5 容量瓶：100mL 50ml 棕色。

1.3.2.6 滤膜：0.45 μ m。

1.4 对照品溶液的制备

1.4.1 维生素A醋酸酯对照储备液的制备”取维生素A醋酸酯对照品约10mg于100mL棕色容量瓶中，加入甲醇溶解并稀释至刻度。摇匀，4 $^{\circ}$ C保存，该对照储备液浓度为100 μ g/mL。

1.4.2 维生素A醋酸酯对照工作液的制备：准确吸取维生素A醋酸酯对照储备液5mL于50mL棕色容量瓶，用甲醇稀释至刻度，混匀，得工作液浓度为10 μ g/mL。

1.5 供试品溶液的制备：称取样品适量（约相当于维生素A 100 μ g），于50mL棕色容量瓶中，加入甲醇30mL，瓶塞不要拧紧，置40 $^{\circ}$ C超声波水浴中超声提取15分钟，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度。充分摇匀，经0.45 μ m滤膜过滤后即得供试品溶液。

1.6 测定和结果计算

1.6.1 色谱条件

- 1.6.1.1 流动相：甲醇。
- 1.6.1.2 检测波长：UV325nm。
- 1.6.1.3 流速：1.0mL/min。
- 1.6.1.4 柱温：35 ℃。
- 1.6.1.5 对照品进样量：2μL，5μL，10μL，20μL，50μL。
- 1.6.1.6 样品进样量：50μL。
- 1.7 测定：进样1.4.2的对照液和1.5的样品溶液，记录数据。
- 1.8 结果计算

$$X = V \times C \times 100 / M$$

式中：

X—样品中维生素A含量，μg/100g；

C—样品溶液中维生素A的浓度，μg/mL；

M—样品的质量，g；

V—样品稀释的总体积，mL。

2 维生素C的测定

2.1 范围：本方法适用于保健食品中维生素C成分的含量测定。本方法参照《保健食品功效成分检测方法》-2011年版。

2.2 原理：试样中的维生素C，经0.1%草酸溶液提取，用液相色谱仪分析，采用外标法定量。

2.3 试剂和对照品

除特殊说明，所用试剂均为分析纯。

2.3.1 试剂：草酸。

2.3.2 对照品：维生素C（供含量测定用）。

2.4 仪器

2.4.1 高效液相色谱仪：附二极管阵列或紫外检测器。

2.4.2 分析天平。

2.4.3 超声震荡器。

2.4.4 离心机

2.5 分析方法

2.5.1 色谱参考条件

2.5.1.1 色谱柱：以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长25cm，内径4.6mm，粒径5 μ m）或同等性能的色谱柱。

2.5.1.2 柱温：40 $^{\circ}$ C。

2.5.1.3 检测波长：254nm。

2.5.1.4 流速：1.0ml/min。

2.5.1.5 流动相：0.1%草酸。

2.5.2 溶液制备

2.5.2.1 对照品溶液制备：称取维生素C对照品约5mg（精确到0.01mg），于50ml棕色容量瓶中，加流动相超声溶解，定容，制成每1ml中约含有0.1mg的维生素C对照品溶液，过0.45 μ m的滤膜，即得。

2.5.2.2 供试品溶液制备：取试样10g，研细，混合均匀，称取试样0.1g置于50ml容量瓶中，加入流动相，冰水中超声（功率500W，频率50kHz，）处理至提取完全（约5min），取出，放冷，用流动相定容，摇匀，离心，经0.45 μ m的滤膜过滤，即得。

2.5.3 测定：精密吸取对照品溶液进样量：2 μ l、5 μ l、10 μ l、15 μ l、20 μ l与供试品溶液进样量：10 μ l，注入高效液相色谱仪，建立标准曲线方程。供试品色谱中应呈现与对照品色谱峰保留时间相同的色谱峰定量。

2.6 结果计算

$$X = V \times C \times 100 / M$$

式中：

X—试样中维生素C含量，mg/100g；

C—试样溶液中维生素C的浓度，mg/ml；

M—试样的质量，g；

V—试样稀释的体积，ml。

3 维生素D₃的测定

3.1 适用范围：适用于含有维生素D₃成分的样品检验。

3.2 依据：参照GB 5413.9-2010《食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中维生素A、D、E的测定》。

3.3 试剂和标准品或对照品

3.3.1 维生素D₃：对照品。

3.3.2 甲醇：色谱纯。

3.3.3 甲醇：分析纯。

3.3.4 水：蒸馏水。

3.4 仪器设备或装置。

3.4.1 电子天平：AL-204，TD-215D。

3.4.2 超声波清洗器：KQ-500E。

3.4.3 高效液相色谱仪：岛津LC-15C，岛津LC-20A。

3.4.4 色谱柱：C18，4.6mm×250mm，5μm。

3.4.5 容量瓶：50mL。

3.4.6 滤膜：0.45μm。

3.5 对照品溶液制备：取维生素D₃对照品约10mg于100mL棕色容量瓶中，加入甲醇溶解并稀释至刻度。摇匀，4℃保存，该对照储备液浓度为0.1mg/mL。

3.6 维生素D₃对照工作液的制备：准确吸取维生素D₃对照储备液5mL于50mL棕色容量瓶，用甲醇稀释至刻度，混匀，得工作液浓度为10μg/mL。

3.7 供试品溶液的制备：称取样品适量，（约相当于对照品10μg），于50mL离心管中，精密加入甲醇10mL，瓶塞拧紧，置65℃超声波水浴中超声提取30分钟，冷却至室温，充分摇匀，经0.45μm滤膜过滤后即得供试品溶液。

3.8 色谱条件

3.8.1 流动相：甲醇。

3.8.2 检测波长：UV265nm。

3.8.3 流速：1.0mL/min。

3.8.4 柱温：35℃。

3.8.5 对照品进样量：2μL，5μL，10μL，20μL，50μL。

3.8.6 样品进样量：100μL。

3.9 结果计算

$$X = V \times C \times 100 / M$$

式中：

X—样品中维生素D₃含量，μg/100g；

C—样品溶液中维生素D₃的浓度，μg/mL；

M—样品的质量，g；

V—样品稀释的总体积，mL。

4 维生素E的测定

4.1 适用范围：适用于含有维生素E成分的样品检验。

4.2 依据：参照GB 5413.9-2010《食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中维生素A、D、E的测定》。

4.3 试剂及器皿

4.3.1 试剂

4.3.1.1 维生素E：对照品。

4.3.1.2 甲醇：色谱纯。

4.3.1.3 甲醇：分析纯。

4.3.1.4 水：蒸馏水。

4.3.2 器皿

4.3.2.1 电子天平：AL-204 TD-215D。

4.3.2.2 超声波清洗器：KQ-500E。

4.3.2.3 高效液相色谱仪：Agilent1260，Agilent1200，岛津LC-15C，岛津LC-20A。

4.3.2.4 色谱柱：C18，4.6mm×250mm，5μm。

4.3.2.5 容量瓶：50mL，100mL。

4.3.2.6 滤膜：0.45μm。

4.4 对照品溶液的制备：取维生素E对照品约10mg于100mL容量瓶中，加入甲醇溶解，用甲醇稀释至刻度。摇匀。

4.5 供试品溶液的制备：称取样品适量（约相当于维生素E 3mg），于50mL棕色容量瓶中，加入甲醇适量，置超声波60℃中超声25分钟，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度。充分摇匀，经0.45μm滤膜过滤后即得供试品溶液。

4.6 色谱条件：

4.6.1 流动相：甲醇。

4.6.2 检测波长：UV285nm。

4.6.3 流速：1.0mL/min。

4.6.4 柱温：40℃。

4.6.5 对照品进样量：5μL，10μL，15μL，20μL，25μL。

4.6.6 样品进样量：25μL。

4.7 结果计算

$$X = V \times C \times 100 / M$$

式中：

X—样品中维生素E含量，mg/100g；

C—样品溶液中维生素E的浓度，mg/mL；

M—样品的质量，g；

V—样品稀释的总体积，mL。

5 生物素

5.1 适用范围：适用于含有生物素成分的样品检验。

5.2 依据：参照GB/T 17778《预混合饲料中d-生物素的测定》。

5.3 试剂及器皿

5.3.1 试剂

5.3.1.1 生物素：对照品。

5.3.1.2 碳酸钠：分析纯。

5.3.1.3 乙腈：色谱纯。

5.3.1.4 乙酸铵：色谱纯。

5.3.1.5 冰醋酸：色谱纯。

5.3.1.6 蒸馏水。

5.3.2 器皿

5.3.2.1 电子天平：AL-204 TD-215D。

5.3.2.2 超声波清洗器：KQ-500E。

5.3.2.3 高效液相色谱仪：安捷伦1260。

5.3.2.4 质谱仪：API3200。

5.3.2.5 色谱柱：安捷伦poroshell 120 EC-C18柱（4.6mm×50mm，2.7μm）。

5.3.2.6 容量瓶：50mL。

5.3.2.7 滤膜：0.45μm。

5.3.2.8 漩涡混匀器。

5.3.2.9 离心机：TGL-10C。

5.4 对照品溶液的制备：精确称取生物素对照品约7.5mg，于500mL容量瓶中，加入适量水用在45℃超声使溶解，加水定容至刻度，摇匀，精密量取1mL至100mL容量瓶中，加水定容至刻度，摇匀。配成浓度约为0.15μg/mL的对照品溶液。

5.5 供试品溶液的制备：精确称取样品适量（约相当于生物素7.5μg）于50mL容量瓶中，加入适量水用45℃超声波提取25分钟，定容，离心，经0.45μm滤膜过滤后即得供试品溶液。

5.6 色谱条件

5.6.1 流动相：称取0.772g乙酸铵，加水1000ml溶解，然后加入1000ml乙腈混合，用冰醋酸调pH值3.0。

5.6.2 流速：0.35mL/min。

5.6.3 柱温：40℃。

5.6.4 进样量：4ml。

5.6.5 时间：3.5min。

5.6.7 质谱条件

ESI+ 模式

Q1	Q3	Time(msec)	DP	EP	CE	CXP
245.1	227.2	200	21	9	15	8
245.1	123.1	200	21	9	41	4

245.1为母离子碎片，227.2为定量离子碎片，123.1为定性离子碎片。

CUR	CAD	IS	TEM	GS1	GS2
20	6	5500	600	50	50

5.6.8 时间：3.5min。

5.7 测定：进样对照品溶液和样品溶液，记录数据。

5.8 结果计算

$$X = C \times V / M$$

式中：

X—样品中生物素的含量， $\mu\text{g/g}$ ；

M—样品的质量，g；

C—样品溶液中生物素的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

V—样品稀释体积，mL。

【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C粉

维生素C粉的质量要求

项目	指标
来源	L-抗坏血酸、乙基纤维素
制法	经配料、混合、包衣等工艺制成
性状	白色或微黄色包衣颗粒。目测无外来杂质，具有本品特有的气味。
维生素C，%	96.0~98.5
炽灼残渣，%	≤0.1
铅，mg/kg	≤0.3
砷，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌，CFU/g	≤25
酵母，CFU/g	≤25
大肠菌群，MPN/100g	≤40
致病菌（指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌和溶血性链球菌）	不得检出

3. 富马酸亚铁：符合《中华人民共和国药典》的规定。

4. 泛酸（D-泛酸钙）：符合《中华人民共和国药典》的规定。

5. 维生素E粉：

维生素E粉质量要求

项目	指标
来源	D- α -生育酚醋酸酯、二氧化硅
制法	经配料、混合、干燥等工艺制成
性状	乳白至浅黄色自由流动粉末，几乎无臭，无杂质、黑点
维生素E（d- α -生育酚醋酸酯），mg/g	≥515.0
鉴别	应符合中国药典规定
酸度（消耗0.1mol/LNaOH滴定液），ml	≤0.5
比旋度，	≥+24.0°
铅，mg/kg	≤1.5
砷，mg/kg	≤0.1
溶剂残留	不得检出
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌，CFU/g	25
酵母菌，CFU/g	25
大肠菌群，MPN/100g	40
致病菌（指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌和溶血性链球菌）	不得检出

6. 维生素A粉

维生素A粉质量要求

项目	指标
来源	维生素A醋酸酯、蔗糖、玉米淀粉、阿拉伯胶、d1- α -生育酚、磷酸三钙
制法	经配料、混合等工艺制成
性状	淡黄色至黄色的自由流动颗粒，具有本品特有的味道，无肉眼可见杂质
含量，%	9.75~11.80
干燥失重，%	≤5.0
酸值（以KOH计）（mg/g）	≤2.0
过氧化值，g/100g	≤1.5
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.3
砷（以As计），mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌，CFU/g	≤25
酵母菌，CFU/g	≤25
大肠菌群，MPN/100g	≤40
致病菌（指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌和溶血性链球菌）	不得检出

7. 维生素D₃粉：

维生素D₃粉质量标准

项目	指标
来源	胆钙化醇、蔗糖、阿拉伯胶、玉米淀粉、植物油、辛酸甘油酯、二丁基羟基甲苯
制法	经配料、混合等工艺制成
外观	类白色或微黄色颗粒，无臭无味，无杂质、黑点
鉴别	应符合规定
含量，g/100g	0.25~0.30
干燥失重，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.3
砷，mg/kg	≤0.1
粒度	90%过40目
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌，CFU/g	≤25
酵母，CFU/g	≤25
大肠菌群，MPN/100g	≤40
致病菌（指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌和溶血性链球菌）	不得检出

8. 生物素粉：

生物素粉质量要求

项目	指标
来源	D-生物素、糊精
制法	经配料、混合等工艺制成

性状	类白色流动性粉末，无特殊气味，无杂质、黑点，在水中应全部溶解
含量，%	≥2.0
干燥失重，%	≤8.0
铅，mg/kg	≤0.5
总砷，mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌，CFU/g	≤25
酵母菌，CFU/g	≤25
大肠菌群，MPN/100g	≤40
致病菌（指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌和溶血性链球菌）	不得检出

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

10. 聚维酮K30：符合《中华人民共和国药典》的规定。

11. 硬脂酸镁：符合《中华人民共和国药典》的规定。

12. 羧甲基淀粉钠：符合《中华人民共和国药典》的规定。

13. 异麦芽酮糖醇：应符合中华人民共和国卫生部公告（2008年第20号）的规定。

14. 微晶纤维素：符合《食品添加剂指定标准 食品添加剂 微晶纤维素》的规定。

15. 薄膜包衣剂

薄膜包衣剂质量要求

项 目	要 求
来源	滑石粉、二氧化钛、聚乙烯醇、聚乙二醇、羟丙基甲基纤维素、亮蓝铝色淀、胭脂红铝色淀、柠檬黄铝色淀
制法	经配料、混合等工艺制成
性状	淡蓝色粉末，颜色均匀，无杂质
色差	目视无颜色上的可辨差异
粉末分散度	95%以上的样品通过80目筛
炽灼残渣，%	37.6~56.4
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤1.0
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌，CFU/g	≤25
酵母，CFU/g	≤25
大肠菌群，MPN/g	≤3.0
致病菌（指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌和溶血性链球菌）	不得检出