

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20050976

女士高盖牌钙片

【原料】

【辅料】

【生产工艺】 本品经粉碎、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】

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	淡黄色至淡灰色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味
性状	片状，完整光洁，有适宜硬度，允许有少量色点
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【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
水分，%	≤8	GB 5009. 3
灰分，%	≤65	GB 5009. 4
铅（以Pb计），mg/kg	≤2. 0	GB 5009. 12
总砷(以As计)，mg/kg	≤1. 0	GB/T 5009. 11

总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.3	GB/T 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	15～25	GB/T 5009.92
铁（以Fe计）， mg/100g	200～335	GB/T 5009.90
维生素C, mg/100g	1920～4320	GB/T 5009.86
维生素D, μg/100g	80～180	GB 5413.9
维生素E, mg/100g	260～570	GB 5413.9
维生素K ₁ , mg/100g	1.3～2.8	1 维生素K ₁ 的测定

1 维生素k₁的测定

1.1 原理：样品中的包含维生素K₁在超声处理过程中与外层包衣层分离，经正己烷萃取浓缩后，用高效液相色谱仪，紫外检测器于248nm波长处定量测定，以外标法计算试样中维生素K₁的含量。

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 正己烷

1.2.2 0.02%氨水溶液：取0.02mL氨水加水定容到1000mL，摇匀。

1.2.3 无水乙醇

1.2.4 0.1mol/L盐酸溶液：取盐酸9mL加水定容到1000mL，摇匀。

1.2.5 无水硫酸钠

1.2.6 甲醇：色谱纯

1.2.7 维生素K₁标准溶液

1.2.8 维生素K₁标准贮备液：精密称取16mg维生素K₁于100mL容量瓶中，用正己烷溶解稀释定容至刻度，即得1mL溶液含维生素K₁ 160μg。

1.2.9 维生素K₁标准工作溶液：精密移取10mL标准贮备液于100mL容量瓶中，用正己烷稀释定容至刻度，即得1mL溶液含维生素K₁ 16μg。

1.3 仪器

1.3.1 实验室常用仪器

1.3.2 超声波振荡器

1.3.3 旋转蒸发器

1.3.4 高效液相色谱仪：带紫外检测器

1.4 样品处理：取本品10片，精密称定，研细，混匀。精密称取10g（约相当于维生素K₁ 160μg），置250mL平底烧瓶中，加0.02%的氨水溶液100mL，于65℃温度下超声约20min，立即冷却至室温，再加无水乙醇100mL，超声1min。迅速转移至500mL分液漏斗中，以0.1mol/L盐酸溶液70mL分次冲洗平底烧瓶，洗涤液并入分液漏斗中。于上述分液漏斗中，加正己烷100mL，盖好瓶塞，倒置分液漏斗并剧烈振摇1min。在振摇过程中，注意释放瓶内压力。静置分层，将下层放入另一500mL分液漏斗中。重复上述萃取过程，合并正己烷液到第一个分液漏斗中。用蒸馏水洗涤该正己烷液至中性，通过无水硫酸钠过滤干燥，在30℃于旋转蒸发器上蒸至近干后，用正己烷转移至10mL容量瓶中，定容。

1.5 色谱条件

1.5.1 色谱柱：μBondapak C18 3.9×300mm或具等同性能的色谱柱

1.5.2 流动相：甲醇：水=98：2

1.5.3 流速：1mL/min

1.5.4 波长：248nm

1.5.5 注射体积：20μL

1.6 样品测定：注射20μL维生素K₁标准工作溶液，注射20μL样品溶液，得到标准工作溶液和样品溶液中维生素K₁峰面积，按外标法计算。

1.7 结果计算：

$$X = \frac{C \times 10 \times 100}{M \times 1000}$$

式中：

X—样品中维生素K₁含量，mg/100g；

C—样品溶液中维生素K₁的质量浓度，μg/mL；

M—样品的质量，g。

【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】
