

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20060729

维能牌维多力片

【原料】

【辅料】

【生产工艺】 本品经粉碎、过筛、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】

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	桔黄色
滋味、气味	无味
性状	包衣片
杂质	无肉眼可见外来杂质

【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, g/100g	≤8.0	GB 5009.3
灰分, g/100g	≤40	GB 5009.4
崩解时限, min	≤60	《中华人民共和国药典》（2010年版）
铅（以Pb计）, mg/kg	≤0.3	GB 5009.12

砷（以As计），mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.11
柠檬黄，g/kg	≤0.2	GB/T 5009.35
日落黄，g/kg	≤0.1	GB/T 5009.35

【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/100g	≤40	GB/T 4789.3-2003
霉菌，cfu/g	≤25	GB 4789.15
酵母，cfu/g	≤25	GB 4789.15
致病菌（指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌、溶血性链球菌）	不得检出	GB 4789.4、GB 4789.5、GB 4789.10、GB/T 4789.11

【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	310~690	GB/T 5009.82
维生素C，mg/g	46.32~104.2 ₂	《中华人民共和国药典》（2010年版）二部
维生素D，μg/g	5.4~12.0	GB 5413.9
维生素B ₁ ，mg/g	0.54~1.22	1 维生素B ₁ 的测定
维生素B ₂ ，mg/g	0.54~1.22	2 维生素B ₂ 的测定
维生素B ₆ ，mg/g	0.33~0.74	3 维生素B ₆ 的测定
泛酸钙，mg/g	1.91~4.30	4 泛酸钙的测定
叶酸，μg/g	150~340	5 叶酸的测定
烟酸，mg/g	5.61~12.62	GB/T 5009.197
锌（以Zn计），mg/g	6.52~10.87	GB/T 5009.14
铁（以Fe计），mg/g	5.55~9.25	GB/T 5009.90
硒（以Se计），μg/g	18~30	GB 5009.93

1 维生素B₁的测定

1.1 试剂（溶液配制均用HPLC级重蒸水）

- 1.1.1 铁氰化钾：AR级
- 1.1.2 浓盐酸：AR级
- 1.1.3 无水醋酸钠：AR级
- 1.1.4 冰醋酸：AR级
- 1.1.5 甲醇：HPLC级
- 1.1.6 硫胺素标准品：纯度99%
- 1.1.7 1%铁氰化钾溶液：称取2g铁氰化钾，加水溶解并稀释至200mL。
- 1.1.8 10%氢氧化钠溶液：称取20g氢氧化钠，加水稀释至200mL。
- 1.1.9 0.025%碱性铁氰化钾：吸取1%铁氰化钾溶液5mL，用10%氢氧化钠溶液稀释至500mL。
- 1.1.10 0.1mmol/L盐酸溶液：吸取4.5mL浓盐酸，加水稀释至500mL。
- 1.1.11 0.01mol/L盐酸溶液：吸取0.1mol/L盐酸50mL，加水稀释至500mL。
- 1.1.12 0.05mol/L醋酸钠溶液（pH4.5）：称取醋酸钠4.10g，加水溶解并用冰醋酸调至pH值4.5，然后定容至1000mL。
- 1.1.13 2mmol醋酸钠溶液：称取醋酸钠16.61g，加水溶解并稀释至100mL。
- 1.2 仪器：Waters-2475高效液相色谱仪（附荧光检测器）
- 1.3 色谱条件
 - 1.3.1 色谱柱：ODS C18柱（Kromasil®），dp5μm，4.6×150mm。
 - 1.3.2 流动相：含5%甲醇的0.05mol/L醋酸钠溶液
 - 1.3.3 激发波长：375nm
 - 1.3.4 发射波长：435nm
 - 1.3.5 流速：1mL/min
 - 1.3.6 进样量：10μL
- 1.4 标准储备液的制备：称取0.0500g硫胺素标准品，用0.01mmol/L盐酸溶解并定容至100mL，浓度为500μg/mL，于冰箱中保存备用。
- 1.5 标准工作液的制备：测定时将标准储备液稀释1000倍，浓度为0.5μg/mL，配制好的溶液过0.45μm滤膜后做进样用。
- 1.6 样品处理：准确称取适量样品（内含维生素B₁ 5μg），加适量0.01mmol/L盐酸提取，超声30min，以0.01mmol/L盐酸定容至一定刻度。视样品情况进行离心，样液经0.45μm滤膜过滤后即可测定。
- 1.7 结果计算

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

式中：

X—样品中维生素B₁含量，mg/100g；

C—从样品曲线上查得的进样样液的浓度，μg/mL；

V—定容容积，mL；

M—样品称取量，g。

2 维生素B₂的测定

2.1 原理：样品中的维生素B₂经提取后，游离维生素B₂在碱性条件下被分解为光黄素，加高锰酸钾除去有机质后，用三氯甲烷提取生成的光黄素，在激发光波长450nm、发射光波长510nm下测定荧光强度，在一定范围内荧光强度与维生素B₂的含量成正比。

2.2 试剂

除非另有说明，本方法所用的试剂均为分析纯，水为去离子水或同等纯度的水。

- 2.2.1 8g/100mL氢氧化钠溶液
- 2.2.2 4g/100mL高锰酸钾溶液
- 2.2.3 冰醋酸

2.2.4 过氧化氢

2.2.5 三氯甲烷

2.2.6 维生素B₂标准溶液：准确称取0.050g维生素B₂标准品，加入0.1%的磷酸300mL，边加温边超声溶解，冷却后用0.1%磷酸定容至500mL。此溶液每毫升含维生素B₂ 100μg，装入棕色瓶中于冰箱保存。临用时用水稀释成4μg/mL。

2.3 仪器

2.3.1 荧光分光光度计

2.3.2 实验室常用玻璃仪器

2.4 样品处理及测定：样品粉碎，称取0.5g（含维生素B₂<40μg）于10mL比色管中，加入10mL去离子水，充分振摇后超声提取15min，以3000r/min离心10min。取上清液2mL于25mL比色管中，加2mL氢氧化钠溶液，摇匀，于灯光（100W白炽灯泡，25cm距离）照射30min。加入0.5mL冰醋酸，摇匀，此为试样T管。同时另取上清液2mL于另一25mL比色管中，先加入0.5mL冰醋酸，混匀，再加入2mL氢氧化钠溶液，混匀，置于暗处30min，此为试样空白K管。分别向T管、K管中加入高锰酸钾溶液0.1mL，摇匀，放置片刻，加过氧化氢3滴，摇动使之褪色，然后加10mL三氯甲烷，剧烈振摇1min，静置分层后，取出三氯甲烷层后，于激发光波长450nm、发射波长510nm处测定荧光强度。

2.5 标准溶液测定：取2mL标准溶液（4μg/mL）于25mL比色管中，同时做标准空白，以下同2.4项下样品测定。

2.6 结果计算

$$X = \frac{T-K}{TB-KB} \times S \times \frac{V}{M}$$

式中：

X—样品中维生素B₂含量，μg/g；

T—样品测定管的荧光强度；

K—样品空白管的荧光强度；

TB—标准管的荧光强度；

KB—标准空白管荧光强度；

S—标准溶液浓度，μg/mL；

V—样品处理液总体积，mL；

M—样品称取量，g。

3 维生素B₆的测定

3.1 原理：样品中的维生素B₆用甲醇-水-磷酸混合溶液提取，用离子对色谱分离，相对保留时间定性，峰面积定量。

3.2 试剂

除非另有说明，本方法所用的试剂均为分析纯，水为去离子水或同等纯度的水。

3.2.1 甲醇：色谱纯

3.2.2 乙腈：色谱纯

3.2.3 磷酸

3.2.4 维生素B₆标准溶液：准确称取维生素B₆标准品0.0400g，置于100mL容量瓶中，加水溶解并稀释至100mL。此液含维生素B₆为400μg/mL。

3.3 仪器

3.3.1 高效液相色谱系统：附紫外检测器、色谱工作站

3.3.2 超声震荡器

3.4 色谱条件

3.4.1 色谱柱：C18柱，250mm×4.6mm。

3.4.2 流动相：1-癸烷磺酸钠（1.22g→850mL）-乙腈-磷酸=850:150:1

3.4.3 检测波长：280nm

3.4.4 流速：1mL/min

3.5 样品处理：样品磨碎，称取约0.5g（取样量视维生素B₆含量而定）于100mL容量瓶中，加入甲醇-水-磷酸（100:400:0.5）约60mL，超声5min，再振荡数分钟，用甲醇-水-磷酸（100:400:0.5）定容，充分混匀，过0.45μm滤膜，滤液即为样品处理液。

3.6 标准曲线的绘制：用甲醇-水-磷酸混合溶液配制维生素B₆浓度为2.5、5、10、20、30、40μg/mL的标准系列。在3.4项色谱条件下分别进样10μL，以峰面积为纵坐标，浓度为横坐标绘制标准曲线。

3.7 样品测定：在3.4项色谱条件下，进样品处理液10μL，以相对保留时间定性，峰面积定量。

3.8 结果计算

$$X = \frac{C \times V}{M \times 1000}$$

式中：

X—样品中维生素B₆含量，mg/g；

C—从标准曲线上查得的样品处理液中维生素B₆的含量，μg/g；

V—样品定容体积，mL；

M—样品称取量，g。

4 泛酸钙的测定

4.1 原理：样品中的泛酸钙用水提取，用HPLC分离，相对保留时间定性，峰面积定量。

4.2 试剂

除非另有说明，本方法所用的试剂均为分析纯，水为去离子水或同等纯度的水。

4.2.1 乙腈：色谱纯

4.2.2 磷酸

4.2.3 硫酸锌溶液：取硫酸锌3g，加水溶解并定容至20mL。

4.2.4 磷酸二氢钾

4.2.5 泛酸钙标准溶液：准确称取0.5000g泛酸钙标准品，置于100mL容量瓶中，加氨水溶解并稀释至100mL。

4.3 仪器

4.3.1 高效液相色谱系统：附紫外检测器、色谱工作站

4.3.2 超声震荡器

4.3.3 实验室常用玻璃仪器

4.4 色谱条件

4.4.1 色谱柱：ODS C18柱，250mm。

4.4.2 流动相：0.02mol/L磷酸二氢钾-乙腈=92:8（先用磷酸调节pH值3.7左右，再用磷酸将pH值准确定位到3.0）。

4.4.3 检测波长：210nm

4.4.4 流速：1mL/min

4.5 标准曲线溶液配制：将泛酸钙标准溶液用水配制为含泛酸钙10.0、50.0、70.0、100.0μg/mL的标准曲线溶液，临用新配。

4.6 样品处理：样品磨碎，称取约0.5g（取样量视泛酸钙含量而定）于100mL容量瓶中，加水30mL，振荡5min，超声30sec，再继续振荡数分钟，加硫酸锌溶液10mL，充分混匀，加水至刻度，摇匀，过0.45μm滤膜，滤液即为样品处理液。

4.7 样品测定：在4.4项色谱条件下，分别进标准曲线各点和样品处理液10μL测定，以相对保留时间定性，峰面积定量。

4.8 结果计算

$$C \times V$$

$$X = \frac{C \times V}{M}$$

式中:

- X—样品中泛酸钙含量, $\mu\text{g/g}$;
 C—样品处理液中泛酸钙的含量, $\mu\text{g/mL}$;
 V—样品定容体积, mL;
 M—样品称取量, g。

5 叶酸的测定

5.1 试剂(溶液配制均用重蒸水)

- 5.1.1 乙腈: HPLC级
 5.1.2 磷酸二氢钾: AR级
 5.1.3 磷酸: AR级
 5.1.4 氨水: AR级
 5.1.5 叶酸标准品: 纯度97%, 购自Sigma公司。
 5.1.6 过二硫酸钾: AR级
 5.1.7 高氯酸: AR级
 5.1.8 0.5%过二硫酸钾溶液: 称取过二硫酸钾2.5g, 加水溶解并定容至500mL, 用0.45 μm 的滤膜过滤。
 5.1.9 50%氨水: 吸取氨水50mL, 加水稀释至100mL。
 5.1.10 60%高氯酸: 量取60mL高氯酸, 加水溶解稀释至100mL。
 5.1.11 50%磷酸: 吸取磷酸50mL, 加水稀释至100mL。
 5.1.12 50mmol/L的磷酸二氢钾溶液(pH3.5): 称取磷酸二氢钾6.8g, 加水溶解并用50%磷酸调pH值3.5, 然后定容至1000mL, 用0.45 μm 的滤膜过滤。

5.2 仪器: 高效液相色谱仪(附2475荧光检测器)

5.3 色谱条件

5.3.1 色谱柱: Inertsill[®]ODS3色谱柱, dp 5 μm , 4.6 $\times$ 250m。

5.3.2 柱前

5.3.2.1 流动相: 含乙腈10%的50mM的磷酸二氢钾溶液

5.3.2.2 流速: 1mL/min

5.3.2.3 激发波长: 365nm

5.3.2.4 发射波长: 450nm

5.3.2.5 柱温: 常温

5.3.3 柱后

5.3.3.1 衍生剂: 0.5%过二硫酸钾

5.3.3.2 反应器温度: 60 $^{\circ}\text{C}$

5.3.3.3 流速: 0.3mL/min

5.4 标准储备液制备: 称取0.0100g叶酸, 用水溶解, 加数滴50%的氨水至叶酸完全溶解, 然后定容至100mL, 浓度为100 $\mu\text{g/mL}$, 于冰箱中保存以备用, 注意避光(叶酸在光照下极不稳定, 应现用现配)。

5.5 标准工作液制备: 测定时将标准储备液稀释1000倍, 浓度为0.1 $\mu\text{g/mL}$, 配制好的溶液过0.45 μm 滤膜后作进样用。

5.6 样品处理: 准确称取粉碎混匀样品(内含叶酸5 μg 以上)于50mL容量瓶中, 加水溶解混匀并超声15min。含蛋白质的样品加入60%高氯酸3mL, 混匀并定容至刻度。液体样品直接加入60%高氯酸3mL, 混匀并定容至刻度。将样品溶液在10000r/min下离心10min, 取中间液过0.45 μm 滤膜后作进样用。

5.7 样品测定: 在5.3项色谱条件下进样品处理液10 μL , 以相对保留时间定性, 峰面积定量, 7~8min左右出峰。

5.8 结果计算

$$C \times 50 \times 100$$

$$X = \frac{\text{—————}}{M}$$

式中：

X—样品中叶酸含量，μg/100g；

C—从样品曲线中的查得的样品处理液中叶酸的浓度，μg/mL；

M—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】

【原辅料质量要求】
