

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20070097

黄金搭档牌多种维生素矿物质片(中老年型)

【原料】

【辅料】

【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】

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	包衣呈棕红色，片芯呈灰白色
滋味、气味	味甜，具巧克力味
性状	薄膜包衣片，完整光洁
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，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤60	GB 5009.4
酸不溶性灰分，%	≤5	《中华人民共和国药典》（2010年版）一部
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》（2010年版）二部

铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5	GB 5009.12
砷（以As计），mg/kg	≤0.3	GB/T 5009.11
柠檬黄，g/kg	≤0.1	GB/T 5009.35
诱惑红，g/kg	≤0.085	GB/T 5009.141
靛蓝，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，μgRE/100g	12640~28440	1 维生素A、维生素E的测定
维生素B ₁ ，mg/100g	40~90	GB/T 5009.197
维生素B ₂ ，mg/100g	40~90	GB/T 5413.12
维生素B ₆ ，mg/100g	40~90	GB/T 5009.197
维生素C，mg/100g	4000~9000	《中华人民共和国药典》（2010年版）二部中“维生素C钠”项下“含量测定”规定的方法
维生素D，μg/100g	200~450	2 维生素D的测定
维生素E，mgα-TE/100g	520~1170	1 维生素A、维生素E的测定
叶酸，μg/100g	6000~13500	GB/T 17813
钙（以Ca计），mg/100g	15000~25000	GB/T 5009.92中“第一法 原子吸收分光光度法”
铁（以Fe计），mg/100g	300~500	GB/T 5009.90
锌（以Zn计），mg/100g	300~500	GB/T 5009.14

硒（以Se计），μg/100g	938~1562	GB 5009.93
-----------------	----------	------------

3.1 维生素A、维生素E的测定

- 3.1.1 原理：样品中维生素A和维生素E经反相高效液相色谱柱分离，紫外检测器检测，外标法定量。
- 3.1.2 试剂
- 3.1.2.1 水：纯化水
- 3.1.2.2 甲醇：色谱纯
- 3.1.2.3 无水乙醇：分析纯
- 3.1.2.4 0.02%氨水溶液：吸取浓氨溶液8mL，置于100mL容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀。再吸取1mL，置于100mL容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀。
- 3.1.2.5 维生素A和维生素E对照品溶液：精密称取维生素A醋酸酯对照品（购自Sigma公司，389000IU/g）5mg和（+）-α-生育酚醋酸酯对照品（购自Sigma公司，1355IU/g）25mg，置于50mL容量瓶中，加0.02%氨水5mL和无水乙醇35mL，置60℃水浴中超声20min，取出后迅速放冷至室温，用无水乙醇定容至刻度，摇匀。
- 3.1.3 仪器
- 3.1.3.1 实验室常用设备
- 3.1.3.2 Waters 2695高效液相色谱仪
- 3.1.3.3 Waters 2487紫外双波长检测器
- 3.1.3.4 超声清洗机
- 3.1.4 色谱条件
- 3.1.4.1 色谱柱：C₁₈，5μm，3.9×150mm。
- 3.1.4.2 流动相：甲醇100%
- 3.1.4.3 检测波长：维生素A为325nm，维生素E为290nm。
- 3.1.4.4 流速：1.0mL/min
- 3.1.5 样品处理：取样品10片，精密称定，研细，精密称取细粉约3.0g，置于50mL容量瓶中，加入0.02%氨水5mL和无水乙醇35mL，置60℃水浴中超声20min，取出后迅速放冷至室温，用无水乙醇定容至刻度，摇匀，用0.45μm滤膜过滤，滤液供HPLC分析用。
- 3.1.6 样品测定：取对照品溶液和样品溶液各20μL，注入液相色谱仪中，得出对照品溶液和样品溶液的峰面积，用外标法计算样品含量。
- 3.1.7 结果计算

$$X_1 = \frac{C_{sd} \times A_s \times 50 \times 100}{m \times A_{sd} \times 1.147}$$

$$X_2 = \frac{C_{sd} \times A_s \times 50 \times 100 \times 0.67}{m \times A_{sd} \times 1000}$$

式中：

- X₁—样品中维生素A的含量，μgRE/100g；
- X₂—样品中维生素E的含量，mgα-TE/100g；
- m—样品质量，g；
- A_s—样品溶液中维生素A和维生素E的峰面积；
- A_{sd}—对照品溶液中维生素A和维生素E的峰面积；
- C_{sd}—对照品溶液中维生素A和维生素E的浓度，μg/mL；
- 1.147—原料中维生素A醋酸酯相当于RE的换算系数；
- 0.67—原料中DL-α-生育酚醋酸酯相当于α-TE的换算系数。

3.2 维生素D的测定

3.2.1 原理：样品中维生素D经正相高效液相色谱柱分离，紫外检测器检测，外标法定量。

3.2.2 试剂

3.2.2.1 水：纯化水

3.2.2.2 正己烷：色谱纯

3.2.2.3 环己烷：色谱纯

3.2.2.4 异丙醇：色谱纯

3.2.2.5 无水乙醇：分析纯

3.2.2.6 0.02%氨水溶液：吸取浓氨溶液8mL，置于100mL容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀。再吸取1mL，置于100mL容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀。

3.2.2.7 维生素D₃对照品贮备液：精密称取胆钙化醇对照品（购自Sigma公司）约10mg，置于100mL容量瓶中，加无水乙醇60mL，超声溶解，放冷至室温，用无水乙醇定容至刻度，摇匀。

3.2.2.8 维生素D₃对照品中间液：精密吸取对照品贮备液5mL，置于50mL容量瓶中，用无水乙醇稀释并定容至刻度，摇匀。

3.2.2.9 维生素D₃对照品溶液：精密吸取对照品中间液2mL，置于25mL容量瓶中，用正己烷稀释并定容至刻度，摇匀。

3.2.3 仪器

3.2.3.1 实验室常用仪器

3.2.3.2 Waters515高效液相色谱仪

3.2.3.3 Waters486紫外检测器

3.2.3.4 超声清洗机

3.2.3.5 离心机

3.2.3.6 涡旋混合器

3.2.4 色谱条件

3.2.4.1 色谱柱：Novapak Silica, 3.9×150mm。

3.2.4.2 流动相：正己烷-环己烷-异丙醇=50:50:0.8

3.2.4.3 检测波长：265nm

3.2.4.4 流速：1.0mL/min

3.2.5 样品处理：取样品10片，精密称定，研细，精密称取细粉约5.0g，置于100mL容量瓶中，加0.02%氨水10mL和无水乙醇25mL，置60℃水浴中超声10min，迅速放冷至室温，精密吸取正己烷20mL，置于100mL容量瓶中，于涡旋混合器中涡旋3min，以3000r/min离心10min，取上层液（正己烷层），用0.45μm滤膜过滤，滤液供HPLC分析用。

3.2.6 样品测定：取对照品溶液和样品溶液各20μL，注入液相色谱仪中，得出对照品溶液和样品溶液峰面积，用外标法计算样品含量。

3.2.7 结果计算

$$X = \frac{A_s \times C_{sd} \times 20 \times 100}{A_{sd} \times m}$$

式中：

X—样品中维生素D₃的含量，μg/100g；

m—样品质量，g；

A_s—样品溶液中维生素D₃的峰面积；

A_{sd}—对照品溶液中维生素D₃的峰面积；

C_{sd}—对照品溶液中维生素D₃的浓度，μg/mL。

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】
