

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20090274

华世丹钙维D泡腾片（甜橙味）

【原料】 葡萄糖酸钙、碳酸钙、维生素D₃粉（胆钙化醇、菜籽油、d1- α -生育酚、纯化水、麦芽糊精、辛烯基琥珀酸淀粉钠、抗坏血酸钠、磷酸三钙）

【辅料】 枸橼酸、D-甘露糖醇、聚乙二醇-6000、碳酸氢钠、甜橙香精、天门冬酰苯氨酸甲酯（阿斯巴甜）

【生产工艺】 本品经粉碎、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】 药用复合膜、袋应符合YBB00172002的规定。

【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，色泽均匀
滋味、气味	甜橙味，无异味
性状	固体片剂
杂质	无正常视力可见的外来异物

【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, g/100g	≤ 7.0	GB 5009.3
灰分, g/100g	≤ 25.0	GB 5009.4
崩解时限, min	≤ 5	《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 MNP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
钙(以Ca计), g/100g	5.92~9.87	《中华人民共和国药典》中“碳酸钙”项下“含量测定”规定的方法
维生素D ₃ , μg/100g	31.58~71.05	1 维生素D ₃ 的测定

1 维生素D₃的测定

1.1 原理: 维生素D从基质中释放出来, 用正庚烷提取, 此时基质在乙醇中沉淀出来, 提取液用HPLC法分析。

1.2 试剂

1.2.1 99%乙醇。

1.2.2 正庚烷(HPLC级)。

1.2.3 丁基化羟基甲苯(BHT)。

1.2.4 戊醇

1.2.9 标准品及来源纯度: 中国食品药品检定研究院, 维生素D₃标准品。

1.3 仪器

1.3.1 电子天平。

1.3.2 高效液相色谱仪。

1.4 色谱条件

1.4.1 色谱柱: LiChrosorb Si60柱, 250×4.0mm。

1.4.2 流动相: 1%(V/V)戊醇的正庚烷溶液。

1.4.3 检测波长: 265nm。

1.4.4 进样量: 50μL。

1.4.5 运行时间: 15min。

1.5 维生素D₃标准溶液制备

1.5.1 维生素D₃贮备溶液的制备: 精密称取0.020g维生素D₃标准品, 置100mL容量瓶中, 加一粒丁基化羟基甲苯(BHT), 用正庚烷溶解, 并用正庚烷稀释至刻度。贮备溶液在冰箱内可稳定放置2个月。

1.5.2 维生素D₃中间溶液的制备: 精密移取维生素D₃贮备溶液5.00mL, 置50mL容量瓶中, 用正庚烷稀释至刻度, 中间溶液在冰箱内可稳定放置一个星期。

1.5.3 维生素D₃标准溶液的制备: 精密移取维生素D₃中间溶液5.00mL, 置10mL容量瓶中, 用正庚烷稀释至刻度, 再精密量取1.00mL, 置25mL容量瓶中, 用正庚烷稀释至刻度, 将此25mL溶液完全转移至具塞的锥形瓶中, 加10mL水和15mL的99%乙醇, 用磁力搅拌器搅拌10min, 分取正庚烷层, 再加入正庚烷提取2次, 每次25mL, 均用磁力搅拌器搅拌10min, 合并正庚烷提取液, 将正庚烷提取液低温浓缩, 或在氮气保护条件下低温减压浓缩。至浓缩液体积约为15mL, 将浓缩液移入25mL容量瓶中, 容器用正庚烷洗涤2~3次, 洗涤液并入容量瓶中, 正庚烷定容至刻度, 即得维生素D₃标准溶液。

1.6 样品处理

1.6.1 取本品10片，研细，精密称取供试品5.0g置具塞的锥形瓶中，加20mL水中，塞上塞子，于沸水浴中加热30min使溶解，冷却，加50mL正庚烷，加几粒丁基化羟基甲苯（BHT）和30mL的99%乙醇，用磁力搅拌器搅拌10min，静置，分取正庚烷层，再加入正庚烷提取2次，每次50mL，均用磁力搅拌器搅拌10min，合并正庚烷提取液，将正庚烷提取液低温蒸干，或在氮气保护条件下低温减压蒸干，容器用正庚烷1~2mL洗涤2~3次，洗涤液移入5mL容量瓶中，用正庚烷定容至刻度，即得样品溶液。

1.7 校正因子的测定：精密量取维生素D₃贮备溶液5.0mL，置50mL容量瓶中，加入2,6-二叔丁基对甲酚结晶1粒，通氮排除空气后，密塞，置90℃水浴中加热1.5h，取出迅速冷却到室温，加正庚烷至刻度，摇匀；取一定量注入液相色谱仪，计算前维生素D折算成维生素D的校正因子f。

1.8 样品测定：用积分仪记录测量的色谱中维生素D色谱峰的高度（或峰面积）。

1.9 结果计算

$$C_s = \frac{A_{\text{样}} \times W_{\text{对}} \times \frac{1}{100} \times \frac{5}{50} \times \frac{5}{10} \times \frac{1}{25} \times 1000 \times 1000 \times 100}{A_{\text{对}} \times W_{\text{样}} \times \frac{1}{5} \times f}$$

$$f = \frac{A_{\text{破坏液}}}{A_{\text{中间液}}}$$

式中：

C_s—样品中维生素D的含量，μg/100g；

W_样—供试品称样量，g；

W_对—标准品称样量，g；

A_样—供试品溶液峰面积；

A_对—标准品溶液峰面积；

f—校正因子。

【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. 葡萄糖酸钙：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 碳酸钙：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

3. 维生素D₃粉（胆钙化醇、菜籽油、d1-α-生育酚、纯化水、麦芽糊精、辛烯基琥珀酸淀粉钠、抗坏血酸钠、磷酸三钙）

项 目	指 标
组成	胆钙化醇、菜籽油、d1-α-生育酚、纯化水、麦芽糊精、辛烯基琥珀酸淀粉钠、抗坏血酸钠、磷酸三钙
制法	经溶解、混合、均质、喷雾干燥（130-140℃）、混合、过筛、磁选、包装等主要工艺制成。
感官要求	白色或类白色流动性粉末
维生素D ₃ 含量，IU/g	≥100000
干燥失重，%	≤6.0
粒度（通过40目筛），%	≥100
粒度（通过60目筛），%	≥90
粒度（通过100目筛），%	≥45
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
砷（以As计），mg/kg	≤1.0
重金属，mg/kg	≤10

菌落总数, CFU/g	≤1000
霉菌和酵母, CFU /g	≤100
大肠菌群, MPN/g	≤0.3
金黄色葡萄球菌	不得检出
沙门氏菌	不得检出
金黄色葡萄球菌	不得检出

4. 枸橼酸：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 5. D-甘露糖醇：应符合GB 1886.177《食品安全国家标准 食品添加剂 D-甘露糖醇》的规定。
 6. 聚乙二醇-6000：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 7. 碳酸氢钠：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 8. 甜橙香精：应符合GB 30616《食品安全国家标准 食品用香精》的规定。
 9. 天门冬酰苯丙氨酸甲酯（阿斯巴甜）：应符合GB 1886.47《食品安全国家标准 食品添加剂 天门冬酰苯丙氨酸甲酯（又名阿斯巴甜）》的规定。
-