

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20170386

天美健牌多种B族维生素片

【原料】 维生素预混料（烟酰胺、泛酸（D-泛酸钙）、维生素B₆（盐酸吡哆醇）、维生素B₁（盐酸硫胺素）、维生素B₂（核黄素）、叶酸、生物素（D-生物素）、维生素B₁₂粉（氰钴胺素）、麦芽糊精）

【辅料】 微晶纤维素、麦芽糊精、羧甲基淀粉钠、硬脂酸镁、薄膜包衣预混剂（羟丙基甲基纤维素、二氧化钛、滑石粉、聚乙二醇6000、柠檬黄铝色淀）

【生产工艺】 本品经混合、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】 高密度聚乙烯瓶符合《食品包装用聚乙烯成型品卫生标准》（GB 9687）。

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	黄色
滋味、气味	具产品应有的滋味和气味，无异味
性状	圆形片剂，完整光洁
杂质	无正常视力可见外来杂质

【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
灰分，g/100g	≤5	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30	《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 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B ₁ , mg/100g	960~2160	GB/T 5009.197
维生素B ₂ , mg/100g	880~1980	GB 5413.12
维生素B ₆ , mg/100g	880~1980	GB/T 5009.197
烟酰胺, mg/100g	3200~7200	GB/T 5009.197
叶酸, mg/100g	32~72	1 叶酸的测定
生物素, mg/100g	4.8~10.8	2 生物素的测定
维生素B ₁₂ , mg/100g	0.48~1.08	3 维生素B ₁₂ 的测定
泛酸, mg/100g	1760~3960	4 泛酸的测定

1 叶酸的测定

1.1 原理：利用各组份在流动相和固定相的分配系数的不同而加以分离，以保留时间定性，峰面积定量。

1.2 试剂

1.2.1 叶酸对照品

1.2.2 氨水：AR级

1.2.3 己烷磺酸钠：离子对试剂

1.2.4 冰乙酸：AR级

1.2.5 甲醇：HPLC级

1.2.6 2%氨水溶液：用去离子水将8mL氨水（25%）稀释至100mL。

1.2.7 萃取液：用去离子水将10mL乙酸和50mL乙腈稀释至1000mL。

1.2.8 流动相：20mL乙酸和2.0g的己烷磺酸钠溶于约1400mL的去离子水中，pH约为2.5~2.6，与500mL甲醇混合，混合溶液的pH约为2.8。用去离子水定容至2000mL再通过0.45μm滤器过滤。

1.3 标准储备溶液的制备：精密称取叶酸对照品2mg于一棕色的100mL容量瓶中，加入10mL2%氨水溶液，加50mL水，再用萃取液稀释至刻度。

1.4 标准溶液的制备：取1.3项下的标准储备溶液5mL至50mL容量瓶中，用萃取液稀释至刻度，摇匀后使用。

1.5 样品预处理：称取适量（约相当于叶酸200 μ g）样品置于100mL的容量瓶中，2%氨水溶液10mL以及50mL水，于50℃超声波水浴中震荡20min，冷至室温，用萃取液定容，充分摇匀。取部分溶液离心，上层清液通过0.45 μ m滤膜过滤后，用于HPLC测定。

1.6 色谱条件

1.6.1 色谱柱：Agilent HypersilODS 250mm $\times$ 4.6mm $\times$ 5 μ m。

1.6.2 流动相：同试剂项下流动相

1.6.3 流速：1.0mL/min

1.6.4 进样量：20 μ L

1.6.5 检测波长：280nm，最佳波长：282nm

1.7 计算

$$\text{叶酸含量 (mg/g)} = \frac{\text{进样样品测定值 (}\mu\text{g/mL)}}{\text{进样样品浓度 (mg/mL)}} \times \frac{10^{-3}}{10^{-3}}$$

1.7.1 标准样品连续进样2针，RSD $\leq$ 2%；回收率：98%~102%。

2 生物素的测定

2.1 原理：利用各组份在流动相和固定相的分配系数的不同而加以分离，以保留时间定性，峰面积定量。

2.2 试剂

2.2.1 生物素对照品

2.2.2 磷酸85%：AR

2.2.3 乙腈：HPLC

2.2.4 高氯酸钠：AR

2.2.5 二甲亚砜（DMSO）：AR

2.2.6 吡咯烷二硫化氨基四酸铵（Ammonium pyrrolidine dithiocarbamate）

2.2.7 羧甲基亚氨基双亚乙基次氨基四醋酸DTPA（Diethylenetriaminepentaacetic acid）

2.3 标准溶液的制备：精密称取生物素对照品约50mg于100mL容量瓶中，加入适量二甲亚砜使其溶解，再用二甲亚砜稀释至刻度，摇匀。精密吸取1.0mL于100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀后作为生物素的标准溶液，其浓度约为5 μ g/mL。

2.4 样品溶液的制备：称取样品适量（约相当于生物素500 μ g）于100mL的容量瓶中，再加入100mgAPDC和200mgDTPA，加入10%二甲亚砜水溶液，于60℃~70℃水浴中超声处理15min，冷却后用水稀释至刻度，摇匀。取适量至离心机中离心5min，取上清液通过0.45 μ m的滤膜，作为样品溶液进行HPLC检测。

2.5 色谱条件

2.5.1 色谱柱： μ PELCO LC-8-DB，150mm $\times$ 4.6mm $\times$ 3 μ m

2.5.2 流动相：A：0.02mol/L的磷酸二氢钾溶液（用磷酸调节PH至2.5）；
B：乙腈。

A：B=85:15

2.5.3 流速：1.0mL/min

2.5.4 进样量：100 μ L

2.5.5 检测波长：210nm

2.5.6 计算方法：外标法峰面及定量

2.7 计算

$$\text{生物素含量 (mg/kg)} = \frac{A_i \times n \times W_{st} \times XF \times 1000}{A_{st} \times n_{st} \times W_s}$$

式中:

- A_i —样品溶液进样体积相应的峰面积响应值;
- n —样品溶液稀释倍数;
- W_{st} —对照品的质量, mg;
- XF —对照品的含量, %;
- A_{st} —与标准溶液进样体积相应的峰面积响应值;
- n_{st} —对照品稀释倍数;
- W_s —样品质量, g。

3 维生素B₁₂ 的测定

3.1 原理: 利用各组份在流动相和固定相的分配系数的不同而加以分离, 以保留时间定性, 峰面积定量。

3.2 试剂

3.2.1 维生素B₁₂ 对照品

3.2.2 冰乙酸: AR

3.2.3 甲醇: HPLC

3.2.4 己烷磺酸钠: AR

3.3 标准溶液的制备: 精密称取维生素B₁₂ 对照品5~6mg于250 mL容量瓶中, 加入适量水使其溶解, 再用水稀释至刻度, 摇匀, 作为储备液。精密吸取2.0mL储备液于100mL容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀后作为标准溶液。

3.4 样品预处理: 称取样品适量(含维生素B₁₂ 约8μg), 置于125mL具塞锥形瓶中, 加入20.00mL 的蒸馏水, 样品混匀后, 在超声水浴中超声处理15min¹²。取适量至离心机中离心5min, 取上清液通过0.45μm的滤膜, 作为样品溶液。

3.5 色谱条件

3.5.1 色谱柱: NμCLEOSLL 100-10 C18, 125mm×4mm×10μm

3.5.2 流动相: 每升水溶液中含300mL的甲醇, 1g的己烷磺酸钠和10mL的冰醋酸, 经过滤, 脱气后使用。

3.5.3 流速: 0.5mL/min

3.5.4 进样量: 500μL

3.5.5 检测波长: 546nm

3.5.6 出峰时间: 约5~7min

3.5.7 运行时间: 20min

3.5.8 计算方法: 外标法峰面及定量

3.7 计算

$$\text{维生素B}_{12} \text{ 含量 (mg/kg)} = \frac{A_i \times V \times C}{A_{st} \times W_s}$$

式中:

- A_i —样品溶液维生素B₁₂ 的峰面积;
- V —样品溶液稀释倍数;
- C —对照品溶液维生素B₁₂ 的浓度, μg/mL;
- A_{st} —标准溶液维生素B₁₂ 的峰面积;
- W_s —样品质量, g。

4 泛酸的测定

4.1 原理：利用各组份在流动相和固定相的分配系数的不同而加以分离，以保留时间定性，峰面积定量。

4.2 试剂

4.2.1 泛酸钙对照品

4.2.2 乙醇：HPLC

4.2.3 磷酸：AR

4.2.4 0.1%磷酸

4.2.5 APDC（吡咯烷二硫代羧酸氨盐）：AR

4.3 标准溶液的制备：精密称取泛酸钙对照品50mg（精确至0.1mg）于100mL容量瓶中，用0.1%磷酸溶解并稀释至刻度，摇匀，精密吸取1mL置于另一50mL容量瓶中，用0.1%磷酸溶液稀释至刻度，摇匀后作为泛酸钙标准溶液。

4.4 样品溶液的制备：根据样品含量精密称取适量（约相当于泛酸20μg）样品，置于100mL容量瓶中，加入50mL 0.1%磷酸溶解振摇5min，用0.1%磷酸溶液稀释至刻度，摇匀，吸取1mL置于50mL容量瓶中，用0.1%磷酸溶液稀释至刻度，摇匀，用0.45μm的滤膜过滤后用于HPLC测定。

4.5 色谱条件

4.5.1 色谱柱：Lichrospher 100RP-8，250mm×4mm×5μm。

4.5.2 流动相：0.1%磷酸-乙醇=98:2

4.5.3 流速：1.4mL/min

4.5.4 进样量：100μL

4.5.5 检测波长：200nm

4.5.6 出峰时间：约10min

4.5.7 运行时间：约20min

4.5.8 计算方法：外标法峰面及定量

4.6 结果计算

$$\text{泛酸钙含量 (mg/kg)} = \frac{F_s \times C \times D_f}{F_{st} \times W_s}$$

式中：

F_s —样品溶液的峰面积；

C —标准溶液浓度；

F_{st} —标准溶液的峰面积；

W_s —样品质量，g。

D_f —稀释倍数。

【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. 维生素预混料

项目	指标
来源	烟酰胺、叶酸、泛酸（D-泛酸钙）、维生素B ₆ （盐酸吡哆醇）、维生素B ₁ （盐酸硫胺素）、

	维生素B ₂ （核黄素）、维生素B ₁₂ （氰钴胺素）、生物素（D-生物素）、麦芽糊精
制法	过筛、配料、混合、包装
性状	呈流动性的黄色干粉颗粒
干燥失重，%	≤8.0
维生素B ₁ ，μg/g	81667~115000
维生素B ₂ ，μg/g	76667~115000
维生素B ₆ ，μg/g	76667~115000
烟酰胺，μg/g	306666~460000
叶酸，μg/g	3066~4600
泛酸，μg/g	156528~234792
维生素B ₁₂ ，μg/g	46~69
生物素，μg/g	480~720
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/100g	≤10
霉菌和酵母，CFU/g	≤25
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

2. 麦芽糊精：符合GB/T 20884《麦芽糊精》的规定。

3. 微晶纤维素：符合GB 1886.103《食品安全国家标准 食品添加剂 微晶纤维素》的规定。

4. 羧甲基淀粉钠：符合GB 29937《食品安全国家标准 食品添加剂 羧甲基淀粉钠》的规定。

5. 硬脂酸镁：符合GB 1886.91《食品安全国家标准 食品添加剂 硬脂酸镁》的规定。

6. 薄膜包衣预混剂

项目	指标
来源	羟丙基甲基纤维素、二氧化钛、滑石粉、聚乙二醇6000、柠檬黄铝色淀
制法	配料称量、干燥、振磨预混、粉碎、总混、包装
性状	浅黄色粉末
灰分，g/100g	≤45.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50

确认打印

显示Office编辑区

返回上一页修改