

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20170521

天灿®多种维生素矿物质片

【原料】 碳酸钙、葡萄糖酸锌、维生素E粉（d1-α-醋酸生育酚、辛烯基琥珀酸淀粉钠、二氧化硅）、维生素C（L-抗坏血酸）、富马酸亚铁、富硒酵母、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B₁₂粉（氰钴胺素、柠檬酸钠、柠檬酸、麦芽糊精）、维生素B₂（核黄素）、维生素A粉（维生素A醋酸酯、白砂糖、阿拉伯胶、食用玉米淀粉、d1-α-生育酚、磷酸三钙）、维生素D₃粉（胆钙化醇、白砂糖、食用玉米淀粉、阿拉伯胶、辛，癸酸甘油酯、磷酸三钙、d1-α-生育酚）、叶酸

【辅料】 麦芽糊精、微晶纤维素、羧甲基淀粉钠、硬脂酸镁、羟丙甲纤维素、薄膜包衣预混剂（聚乙烯醇、二氧化钛、滑石粉、聚乙二醇、磷脂、诱惑红铝色淀、日落黄铝色淀、亮蓝铝色淀）

【生产工艺】 本品经过筛、制粒、干燥、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】 高密度聚乙烯瓶应符合《食品安全国家标准食品接触用塑料材料及制品》（GB 4806.7）。

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	包衣呈粉红色，片芯呈浅棕黄色
滋味、气味	具本品应有的滋味、气味，无异味
性状	片剂，完整光洁
杂质	无正常视力可见外来异物

【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

灰分, %	≤65	GB 5009. 4
崩解时限, min	≤60	《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
日落黄，g/kg	≤0. 3	GB/T 5009. 35
诱惑红，g/kg	≤0. 3	1 诱惑红的测定
亮蓝，g/kg	≤0. 3	GB/T 5009. 35

1 诱惑红的测定

1.1 原理：样品经溶解、稀释、过滤后，使用具有紫外检测器的高效液相色谱仪测定诱惑红，根据色谱峰的保留时间定性，外标峰面积法定量。

1.2 试剂和仪器

1.2.1 甲醇：色谱纯。

1.2.2 聚酰胺粉：过100目筛。

1.2.3 乙酸铵溶液（0.02mol/L）：称取1.54g乙酸铵加水至1000mL，溶解，经0.45μm滤膜过滤。

1.2.4 甲醇-甲酸（6+4）溶液：量取甲醇60mL，甲酸40mL，混匀。

1.2.5 无水乙醇-氨水-水（7+2+1）溶液：量取无水乙醇70mL、氨水20mL、水10mL，混匀。

1.2.6 柠檬酸溶液：称取20g柠檬酸，加水至100mL，混匀。

1.2.7 pH6的水：水加柠檬酸溶液调pH值到6。

1.2.8 诱惑红标准品：诱惑红的标准溶液的配制：准确称取0.1g的诱惑红的标准品于100mL容量瓶中，用纯水溶解、定容，配成1.00mg/mL储备液，备用。临用前用水稀释成所需使用浓度。

1.2.9 高效液相色谱仪，配有紫外检测器。

1.3 样品处理：取样品约5g，精密称定，放入100mL烧杯中，加水30mL，于60℃水浴，使其完全溶解。

1.4 色素提取：试样溶液加柠檬酸溶液调pH值到6，加热至60℃，将1g聚酰胺粉加少许水调成粥状，倒入试样溶液中，搅拌片刻，以G3垂融漏斗抽滤，用60℃的水（pH4.0）洗涤3~5次，然后用甲醇-甲酸混合溶液洗涤3~5次，再用水洗至中性，用无水乙醇-氨水-水混合溶液解吸3~5次，每次5mL，收集解吸液，加乙酸中和，蒸发至近干，加水溶解，定容至5mL，经0.45μm滤膜过滤，取10μL进高效液相色谱仪。

1.5 色谱条件

1.5.1 色谱柱：150×4.6mm，5μm ODS柱。

1.5.2 流动相：甲醇：乙酸铵溶液（0.02 mol / L）。

1.5.3 梯度洗脱：甲醇：20~35%，3%/min；35~98%，9%/min；98%继续6分钟。

1.5.4 流速：1mL / min。

1.5.5 检测器：紫外检测器，检测波长：254 nm。

1.5.6 柱温：室温。

1.6 样品测定：取10μL标准液和试样处理液分别注入色谱仪中，根据保留时间定性，外标峰面积法定量。

1.7 结果计算

$$X = \frac{A_1 \times C \times V}{A_2 \times M}$$

式中：

X—样品中诱惑红的含量，g / kg；
A₁—样品的峰面积；
A₂—标准的峰面积；
C—标准溶液的浓度，mg/mL；
V—样品稀释体积，mL；
M—样品取样量，g。

【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中“第一法 金黄色葡萄球菌定性检验”
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
维生素A，mg/100g	19.20～36.00	1 维生素A的测定
维生素B ₁ ，mg/100g	289.2～542.3	2 维生素B ₁
维生素B ₂ ，mg/100g	215.3～403.9	3 维生素B2的测定
维生素B ₆ ，mg/100g	369.2～692.3	4 维生素B ₆ 的测定
维生素B ₁₂ ，μg/100g	283.1～530.8	5 维生素B ₁₂
维生素C，g/100g	2.40～4.50	6 维生素C的测定
维生素D，μg/100g	258.5～484.6	7 维生素D的测定
维生素E，g/100g	2.09～3.92	8 维生素E的测定
烟酰胺，g/100g	0.738～1.385	9 烟酰胺的测定
泛酸，mg/100g	424.62～796.15	10 泛酸的测定
叶酸，mg/100g	11.5～21.5	11 叶酸的测定
钙(以Ca计)，g/100g	19.23～31.50	GB/T 5009.92中“原子吸收分光光度法”

铁(以Fe计), g/100g	0.60~1.13	GB/T 5009.90
锌(以Zn计), g/100g	0.68~1.27	GB/T 5009.14中“第一法 原子吸收光谱法”
硒(以Se计), mg/100g	3.45~6.46	GB 5009.93中“第一法 氢化物原子荧光光谱法”

1 维生素A的测定

参照GB/T5009.82-2003进行检测,详细检测过程如下

- 1.1 试样处理:取片剂20片,使用研钵磨碎,迅速称量防止样品吸湿。
- 1.2 皂化:精密称适量磨碎的片剂粉末于皂化瓶中,先加入5mL水使片剂粉末润湿,加30mL无水乙醇,摇匀。加5mL10%抗坏血酸,苯并[e]芘标准液(200μg/mL)2mL,摇匀混匀,然后加入10mL氢氧化钾(1+1),混匀。于沸水浴回流30min使皂化完全。皂化后立即放入冰水中冷却。
- 1.3 提取:将皂化后的试样移入分液漏斗中,用10mL水分2次洗皂化瓶,洗液并入分液漏斗中。用约100mL乙醚分两次洗皂化瓶及其残渣,乙醚液并入分液漏斗中。振荡器强力振荡10min,静置分层,水层转入另一分液漏斗中,并加入100mL乙醚振荡提取10min,合并乙醚液。
- 1.4 洗涤:于分液漏斗中的提取液中加入约50mL水,轻轻振摇,水洗醚层至中性。(用pH试纸检验直至水层不显碱性)
- 1.5 浓缩:将提取液经过无水硫酸钠(约5g)滤入与旋蒸仪配套的球形蒸发瓶中,用约100mL乙醚冲洗分液漏斗及无水硫酸钠3次,并入蒸发瓶中,并将其接至旋蒸仪上,与55℃水浴中减压蒸馏并回收醚液,待瓶中剩约2mL醚液时,取下蒸发瓶,立即用氮气吹掉醚液,立即加入50mL无水乙醇,超声,溶解提取物,摇匀供色谱分析。
- 1.6 其它检测过程按GB/T5009.82-2003标准规定进行。

2 维生素B₁的测定

- 2.1 步骤5.1.1修改为:取20片样品,研细,精密称取混合均匀的样品约1.0g(精确至0.001g)于50mL容量瓶中,加入甲醇+水+磷酸=100+400+0.5混合溶液约35mL,涡旋振荡2min,超声提取30min,并时时振摇,冷却后用甲醇+水+磷酸=100+400+0.5混合溶液定容至刻度,摇匀,静置,取上清液经0.45μm微孔滤膜过滤后待进样。
- 2.2 其余按照GB/T 5009.197规定的方法测定。

3 维生素B₂的测定

参照GB 5413.12-2010进行检测,详细检测步骤如下:

- 3.1 标准品储备液的制备:精密称取维生素B₂对照品适量(约10.0mg)至于100mL容量瓶中,加入盐酸水溶液(1+1)2mL,涡旋2min,超声30min,时时振摇使维生素B₂溶解,放冷,用水稀释至刻度,摇匀。移取标准品储备液1mL至10mL棕色容量瓶中,用水稀释定容,即得。
- 3.2 样品溶液的制备:取本品20片,研细,精密称取样品约0.2g,置于50mL棕色量瓶中,加入约35mL纯化水,涡旋5min,超声30min,并时时振摇,取出,涡旋5min,冷却至室温,用纯化水定容至50mL,摇匀,静置分层,取上清液经0.45μm滤膜过滤,即得。
- 3.3 测定法:精密量取10μL对照品溶液及供试品溶液注入液相色谱仪,记录色谱图;按外标法以峰面积计算,即得。

4 维生素B₆的测定

按照GB/T 5009.197方法测定

- 4.1 步骤5.1.1修改为:取20片样品,研细,精密称取混合均匀的样品约1.0g(精确至0.001g)于50mL容量瓶中,加入甲醇+水+磷酸=100+400+0.5混合溶液约35mL,涡旋振荡2min,超声提取30min,并时时振摇,冷却后用甲醇+水+磷酸=100+400+0.5混合溶液定容至刻度,摇匀,静置,取上清液经0.45μm微孔滤膜

过滤后待进样。

4.2 余同GB/T 5009.197方法测定。

5 维生素B₁₂的测定

参照GB/T 5009.217-2008进行检测，详细检测步骤如下。

5.1 取本品20片，研细，精密称取样品约5.0g，置于100mL棕色量瓶中，加入约80mL纯化水，涡旋5min，超声30min，并时时振摇，取出，涡旋5min，冷却至室温，用纯化水定容至100mL。

5.2 余下步骤按标准步骤5.2.2起依法操作。

6 维生素C的测定

参照《保健食品功效成分检测方法》进行检测，详细检测步骤如下。

6.1 取20片样品，研细，精密称取混合均匀的样品约0.25g（精确至0.001g）于50mL棕色容量瓶中，加入2.5%草酸溶液约35mL，涡旋振荡2min，超声提取15min，并时时振摇，冷却后用2.5%草酸溶液定容至刻度，摇匀，取上清液经0.45μm微孔滤膜过滤后待进样。

6.2 其它检测过程按标准规定进行。

7 维生素D的测定

参照GB5413.9-2010进行检测，详细检测过程如下：

7.1 试样处理：取片剂20片，使用研钵磨碎，迅速称量防止样品吸湿。测定维生素D的试样需要同时做回收率实验。

7.2 皂化：精密称取适量磨碎的片剂粉末于250 mL碘量瓶中，先加入10mL水使片剂粉末润湿，加100mL维生素C乙醇（15g/L），摇匀。加25mL氢氧化钾水溶液（5:4），混匀。放入磁力搅拌棒，充氮气排出空气，盖上盖子，于1000 mL的烧杯中加入约300 mL的水，将烧杯放在恒温磁力搅拌器上，当水温控制在53℃±2℃时，将三角瓶放入烧杯中，磁力搅拌皂化约45min后，取出立刻冷却到室温。

7.3 提取：用少量的水将皂化液全部转入500 mL分液漏斗中，加入100 mL石油醚（沸程30℃~60℃），轻轻摇动，排气后盖好瓶塞，室温下振荡约10 min后静置分层（如样品出现乳化现象无法分层，可以加入少量无水乙醇破乳），将水相转入另一500 mL分液漏斗中，按上述方法进行第二次萃取。合并醚液。

7.4 洗涤：于分液漏斗中的提取液中加入约50mL水，轻轻振摇，水洗醚层至中性。（用pH试纸检验直至水层不显碱性）

7.5 浓缩：醚液通过无水硫酸钠过滤脱水，滤液收入500 mL圆底烧瓶中，于旋转蒸发器上在40℃±2℃充氮条件下蒸至近干（绝不允许蒸干）。残渣用石油醚转移至25 mL容量瓶中，定容。从上述容量瓶中准确移取2.0 mL石油醚溶液放入20 mL容量瓶A中，再准确移取20.0 mL石油醚溶液放入另一25 mL容量瓶B中，将容量瓶置于40℃±2℃的氮吹仪中，将容量瓶A和B中的石油醚吹干。向容量瓶A中加入适量甲醇，振荡超声溶解残渣，放冷后用甲醇定容至刻度，摇匀。向容量瓶B中加5.0 mL正己烷，振荡超声溶解残渣。再将容量瓶B中溶液转移至10 mL离心管中以不低于5000转/分钟的速度离心10 min，取出静置至室温后待测。容量瓶A溶液用来测定维生素A、E，容量瓶B经过离心后溶液用来测定维生素D。

7.6 其它检测过程按GB5413.9-2010准规定进行。

8 维生素E的测定

参照GB/T5009.82-2003进行检测，详细检测过程如下。

8.1 试样处理：取片剂20片，使用研钵磨碎，迅速称量防止样品吸湿。

8.2 皂化：精密称适量磨碎的片剂粉末于皂化瓶中，先加入5mL水使片剂粉末润湿，加30mL无水乙醇，摇匀。加5mL10%抗坏血酸，苯并[e]芘标准液（200μg/mL）5mL，摇匀混匀，然后加入10mL氢氧化钾（1+1），混匀。于沸水浴回流30min使皂化完全。皂化后立即放入冰水中冷却。

8.3 提取：将皂化后的试样移入分液漏斗中，用10mL水分2次洗皂化瓶，洗液并入分液漏斗中。用约100m

L乙醚分两次洗皂化瓶及其残渣，乙醚液并入分液漏斗中。振荡器强力振荡10min，静置分层，水层转入另一分液漏斗中，并加入100mL乙醚振荡提取10min，合并乙醚液。

8.4 洗涤：于分液漏斗中的提取液中加入约50mL水，轻轻振摇，水洗醚层至中性。（用pH试纸检验直至水层不显碱性）

8.5 浓缩：将提取液经过无水硫酸钠（约5g）滤入与旋蒸仪配套的球形蒸发瓶中，用约100mL乙醚冲洗分液漏斗及无水硫酸钠3次，并入蒸发瓶中，并将其接至旋蒸仪上，与55℃水浴中减压蒸馏并回收醚液，待瓶中剩约2mL醚液时，取下蒸发瓶，立即用氮气吹掉醚液，立即加入50mL无水乙醇，超声，溶解提取物，摇匀供色谱分析。

8.6 其它检测过程按GB/T5009.82-2003标准规定进行。

9 烟酰胺的测定：按GB/T 5009.197规定的方法测定。步骤5.1.1修改为：取20片样品，研细，精密称取混合均匀的样品约1.0g（精确至0.001g）于50mL容量瓶中，加入甲醇+水+磷酸=100+400+0.5混合溶液约35mL，涡旋振荡2min，超声提取30min，并时时振摇，冷却后用甲醇+水+磷酸=100+400+0.5混合溶液定容至刻度，摇匀，静置，取上清液经0.45μm微孔滤膜过滤后待进样。

10 泛酸的测定：按GB 5413.17第二法规定的方法测定。样品溶液的制备修改为：取20片样品，研细，精密称取混合均匀的样品约0.8g（精确至0.001g）于50mL棕色容量瓶中，加入40℃~50℃温水约35mL，涡旋振荡2min，超声提取20min，并时时振摇，冷却后用水定容至刻度，摇匀，静置，取上清液经0.45μm微孔滤膜过滤后待进样。

11 叶酸的测定

按《中华人民共和国药典》二部“叶酸片”项下“含量测定”规定的方法测定。详细检验方法如下。

11.1 供试品溶液的制备：取本品20片，研细，精密称取混合均匀样品2.0g，置50mL量瓶中，加0.5%氨溶液约30mL，置热水浴中加热20分钟，时时振摇使叶酸溶解，放冷，用水稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液。

11.2 对照品溶液的制备：精密称取叶酸对照品适量（约10.0mg）至于100mL容量瓶中，加入0.5%氨溶液约60mL，置热水浴中加热20分钟，时时振摇使叶酸溶解，放冷，用水稀释至刻度，摇匀。精密移取2.00mL上述溶液于20mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，滤过，即得。

11.3 色谱条件与系统适用性试验：以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以磷酸二氢钾6.8g与0.1mol/L氢氧化钠溶液70mL，加水稀释至850mL，并调节PH值至6.3±0.1，加甲醇80mL，用水稀释成1000mL的溶液作为流动相；检测波长为254nm。

11.4 测定法：精密量取10μL对照品溶液及供试品溶液注入液相色谱仪，记录色谱图；按外标法以峰面积计算，即得。

【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. 碳酸钙：符合 GB 1886.214《食品安全国家标准 食品添加剂 碳酸钙（包括轻质和重质碳酸钙）》的规定。

2. 葡萄糖酸锌：符合GB 8820《食品安全国家标准 食品添加剂 葡萄糖酸锌》的规定。

3. 维生素E粉

项 目	指 标
来源	d1- α -醋酸生育酚、辛烯基琥珀酸淀粉钠、二氧化硅
制法	配料、喷雾干燥（水分 $\leq 3\%$ ）、混合、包装等
色泽与性状	白色或类白色流动性粉末
维生素E, %	≥ 50
干燥失重, %	≤ 3.0
铅, mg/kg	≤ 2.0
砷, mg/kg	≤ 1.0

4. 维生素C（L-抗坏血酸）：符合GB 14754《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素C（抗坏血酸）》的规定。

5. 富马酸亚铁：符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 富硒酵母：符合GB 1903.21《食品安全国家标准 食品营养强化剂 富硒酵母》的规定。

7. 烟酰胺：符合《中华人民共和国药典》的规定。

8. 泛酸（D-泛酸钙）：符合《中华人民共和国药典》的规定。

9. 维生素B₆（盐酸吡哆醇）：符合GB 14753《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素B₆（盐酸吡哆醇）》的规定。

10. 维生素B₁（盐酸硫胺素）：符合GB14751《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素B₁（盐酸硫胺）》的规定。

11. 维生素B₁₂粉

项 目	指 标
来源	氰钴胺素、柠檬酸钠、柠檬酸、麦芽糊精
制法	配料、喷雾干燥（水分 $\leq 5\%$ ）、混合、包装等
外观	粉红色粉末
滋、气味	无臭，无味
干燥失重, %	≤ 5.0
维生素B12（以干品计, %）	≥ 0.1
铅（以Pb计），mg/kg	≤ 2.0
砷（以As计），mg/kg	≤ 1.0
菌落总数, CFU/g	≤ 30000
大肠菌群, MPN/g	≤ 0.92
沙门氏菌	$\leq 0/25g$
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25g$

12. 维生素B₂（核黄素）：符合GB14752《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素B₂（核黄素）》的规定。

13. 维生素A粉

项 目	指 标
来源	维生素A醋酸酯、白砂糖、阿拉伯胶、食用玉米淀粉、d1- α -生育酚、磷酸三钙
制法	配料、喷雾干燥（水分 $\leq 5\%$ ）、混合、包装等
色泽与性状	黄色至棕褐色细颗粒
维生素A, IU/g	325000~374000

水分，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
砷（以As计），mg/kg	≤1.0

14. 维生素D₃粉

项 目	指 标
来源	胆钙化醇、白砂糖、食用玉米淀粉、阿拉伯胶、辛，癸酸甘油酯、磷酸三钙、d1- α -生育酚
制法	配料、喷雾干燥（水分≤5%）、混合、包装等
外观	白色或浅灰色粉末或颗粒
维生素D ₃ ，IU/g	≥10万
干燥失重，%	≤5.0
重金属，mg/kg	≤10
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

15. 叶酸：符合GB 15570《食品安全国家标准 食品添加剂 叶酸》的规定。

16. 麦芽糊精：符合GB/T 20884《麦芽糊精》的规定。

17. 微晶纤维素：符合《中华人民共和国药典》的规定。

18. 羧甲基淀粉钠：符合《中华人民共和国药典》的规定。

19. 硬脂酸镁：符合《中华人民共和国药典》的规定。

20. 羟丙甲纤维素：符合《中华人民共和国药典》的规定。

21. 薄膜包衣预混剂

项 目	指 标
来源	聚乙烯醇、二氧化钛、滑石粉、聚乙二醇、磷脂、诱惑红铝色淀、日落黄铝色淀、亮蓝铝色淀
制法	混合、包装等
性状	粉红色粉末
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠埃希菌	不得检出
