

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20170836

天灿®多种维生素铁镁片

【原料】 碳酸镁、维生素预混料（维生素E醋酸酯（d1- α -生育酚醋酸酯）、维生素B₁（盐酸硫胺素）、维生素B₆（盐酸吡哆醇）、维生素B₁₂（氰钴胺素）、维生素D₃（胆钙化醇）、麦芽糊精）、富马酸亚铁

【辅料】 微晶纤维素、低取代羟丙纤维素、聚维酮K30、二氧化硅、硬脂酸镁、薄膜包衣预混剂（羟丙基甲基纤维素、聚乙烯吡咯烷酮、聚乙二醇、甘油）

【生产工艺】 本品经过筛、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GB 4806.7《食品安全国家标准 食品接触用塑料材料及制品》。

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	片芯呈灰白色带浅棕色斑点，包衣呈透明无色
滋味、气味	具本品特有的滋味和气味，无异味
性状	包衣片剂，大小一致，片形规整，无劣变
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，%	≤ 32.0	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中“第一法 石墨炉原子吸收光谱法”

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中“第一法 金黄色葡萄球菌定性检验”

【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 , g/100g	0.50~0.94	1 维生素B ₁ 的测定
维生素B ₆ , g/100g	0.45~0.625	2 维生素B ₆ 的测定
维生素B ₁₂ , mg/100g	0.25~0.47	3 维生素B ₁₂ 的测定
维生素D ₃ , mg/100g	0.45~0.625	5 维生素D ₃ 的测定
维生素E, g/100g	2.50~4.69	4 维生素E的测定
镁(以Mg计), g/100g	10.00~18.75	GB/T 5009.90
铁(以Fe计), g/100g	0.50~0.94	GB/T 5009.90

1 维生素B₁的测定: 取20片样品, 研细, 精密称取混合均匀的样品约0.15g (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。余按GB/T 5009.197规定进行。

2 维生素B₆的测定: 取20片样品, 研细, 精密称取混合均匀的样品约0.15g (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。余按GB/T 5009.197规定进行。

3 维生素B₁₂的测定

3.1 仪器: 液相色谱仪, 附紫外检测器。

3.2 色谱条件

3.2.1 色谱柱：氨基柱，粒径 $5\mu\text{m}$ ， $4.0\times 300\text{nm}$ 。

3.2.2 流动相：3%正磷酸水溶液260mL与700mL乙腈混和，超声脱气。

3.2.3 流速：1.0mL/min。

3.2.4 检测波长：361nm。

3.3 供试品溶液的制备：取本品20片，研细，精密称取样品约2.5g，置于50mL棕色量瓶中，精密加入20.00mL去离子水，涡旋振荡5min，然后再超声提取20min，放冷后，离心，取上清液过滤，供测试。

3.4 对照品溶液的制备：精密称取约10mg维生素 B_{12} 对照品，用25%乙醇溶液溶解，并定容至100mL。再精密吸取上述溶液1mL于100mL容量瓶中，用流动相定容至刻度，制备成浓度为 $1\mu\text{g}/\text{mL}$ 的维生素 B_{12} 对照品溶液。

3.5 测定：分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 $10\mu\text{L}$ ，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E的测定

4.1 试样处理

4.1.1 取片剂20片，使用研钵磨碎，迅速称量防止样品吸湿。

4.1.2 皂化：精密称约400mg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]苊标准液（ $200\mu\text{g}/\text{mL}$ ）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。

4.1.3 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。

4.1.4 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）。

4.1.5 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°C 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。

4.2 余按GB/T 5009.82规定进行。

5 维生素 D_3 的测定

5.1 试样处理

5.1.1 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。

5.1.2 皂化：精密称取约1.5g磨碎的片剂粉末于250mL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300mL的水，将烧杯放在恒温磁力搅拌器上，当水温控制在 $53\pm 2^{\circ}\text{C}$ 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。

5.1.3 提取：用少量的水将皂化液全部转入500mL分液漏斗中，加入100mL石油醚（沸程 $30\sim 60^{\circ}\text{C}$ ），轻轻摇动，排气后盖好瓶塞，室温下振荡约10min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。

5.1.4 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）。

5.1.5 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）。用20mL石油醚分数次洗涤残渣，并将洗涤液转移至25mL容量瓶中，将容量瓶置于40±2℃的氮吹仪中，将容量瓶中的石油醚吹干。向容量瓶中加5.0mL正己烷，振荡超声溶解残渣。再将容量瓶中溶液转移至10mL离心管中以不低于5000r/min的速度离心10min，取出静置至室温后待测。

5.2 余按GB 5413.9步骤6.4.2起依法操作。

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】 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 碳酸镁：符合GB 25587《食品安全国家标准食品添加剂 碳酸镁》的规定。

2 维生素预混料

项 目	指 标
来源	维生素E醋酸酯（dl- α -生育酚醋酸酯）、维生素B ₁ （盐酸硫胺素）、维生素B ₆ （盐酸吡哆醇）、维生素B ₁₂ （氰钴胺素）、维生素D ₃ （胆钙化醇）、麦芽糊精
工艺	过筛、混合、包装等
感官要求	白色至类白色粉末
维生素B ₁ （盐酸硫胺素），g/100g	7.10~9.19
维生素B ₆ （盐酸吡哆醇），g/100g	4.68~6.15
维生素B ₁₂ （氰钴胺素），mg/100g	3.26~4.89
维生素D ₃ （胆钙化醇），mg/100g	4.68~6.15
维生素E醋酸酯（dl- α -生育酚醋酸酯），g/100g	33.75~41.25
粒度（60目），%	≥95.0
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
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	≤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

3. 富马酸亚铁：符合《中华人民共和国药典》的规定。

4. 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。

5. 低取代羟丙基纤维素：符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 聚维酮K30：符合《中华人民共和国药典》的规定。

7. 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。

8. 二氧化硅：符合GB 25576《食品安全国家标准食品添加剂 二氧化硅》的规定。

9. 薄膜包衣预混剂

项 目	指 标
来源	羟丙基甲基纤维素、聚乙烯吡咯烷酮、聚乙二醇、甘油
工艺	混合、包装等
感官要求	为颜色均匀的颗粒或粉末，无杂质
灰分，%	4.90~6.70
菌落总数，CFU/g	≤30000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠埃希菌	不得检出
