

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20170862

赛乐牌柠檬酸钙维生素D₃软胶囊

- 【原料】 柠檬酸钙、维生素D₃油（胆钙化醇、大豆油、维生素E）
- 【辅料】 大豆油、蜂蜡、明胶、甘油、纯化水、二氧化钛
- 【生产工艺】 本品经混合、压丸、干燥、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】 口服固体药用高密度聚乙烯瓶应符合《口服固体药用高密度聚乙烯瓶》（YBB00122002）。
- 【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	囊皮呈乳白色至淡黄色，内容物呈乳白色，色泽均匀
滋味、气味	具本品固有的滋味、气味，不得有异臭、异味
性状	软胶囊，内容物为油状液
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，%	≤30	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
酸价，mgKOH/g	≤3	GB/T 5009.37
过氧化值，g/100g	≤0.25	GB/T 5009.37

铅（整粒，以Pb计），mg/kg	≤1.5	GB 5009.12
总砷（整粒，以As计），mg/kg	≤1.0	GB 5009.11
总汞（整粒，以Hg计），mg/kg	≤0.3	GB 5009.17
黄曲霉毒素B1，μg/kg	≤10	GB/T 5009.22
铅（内容物，以Pb计），mg/kg	≤0.5	GB 5009.12
总砷（内容物，以As计），mg/kg	≤0.3	GB 5009.11

【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（以整粒计），CFU/g	≤1000	GB 4789.2
大肠菌群（以整粒计），MPN/g	≤0.92	GB 4789.3 MPN计数法
菌落总数（以内容物计），CFU/g	≤1000	GB 4789.2
大肠菌群（以内容物计），MPN/g	≤0.43	GB 4789.3 MPN计数法
霉菌和酵母，CFU/g	≤50	GB 4789.15
霉菌和酵母（以内容物计），CFU/g	≤50	GB 4789.15
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10
金黄色葡萄球菌（以内容物计）	≤0/25g	GB 4789.10
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4
沙门氏菌（以内容物计）	≤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
钙（以Ca计），mg/100g	$8.00 \times 10^3 \sim 1.50 \times 10^4$	GB/T 5009.92中“原子吸收分光光度法”
维生素D ₃ ，μg/100g	112~210	1 维生素D ₃ 的测定

1 维生素D₃的测定

1.1 原理：参照GB 5413.9中规定的方法测定，反相色谱法分离，外标法定量。

1.2 试剂

1.2.1 二甲基亚砜

- 1.2.2 甲醇
- 1.2.3 正己烷（色谱纯）
- 1.2.4 异丙醇（色谱纯）
- 1.2.5 维生素D₃对照品：中国药品生物制品检定所，含量4000万IU/g
- 1.3 仪器
- 1.3.1 高效液相色谱仪
- 1.3.2 分析天平
- 1.3.3 高速离心机
- 1.3.4 50ml离心管
- 1.3.5 超声波
- 1.4 色谱条件
- 1.4.1 色谱柱：依利特硅胶柱（5μm，300mm×4.0mm）
- 1.4.2 柱温：25℃
- 1.4.3 流速：0.8ml/min
- 1.4.4 检测波长：265nm
- 1.4.5 进样量：50μl
- 1.4.6 流动相：正己烷:异丙醇=99:1
- 1.5 样品处理
- 1.5.1 对照品溶液的配制 取维生素D₃对照品（4000万IU/g）约15mg，精密称定，置25ml容量瓶中，加入正己烷溶解并稀释至刻度，即得对照品储备液。然后精密量取对照品储备液0.1ml置100ml容量瓶中，加入正己烷稀释并定容刻度，即得对照品溶液。
- 1.5.2 供试品溶液的配制 取装量差异项下的内容物，混合均匀，精密称取适量（约相当于维生素D₃ 6μg），置50ml离心管中，加DMSO:水（3:1）溶液15ml，甲醇5ml，超声10min使其溶解，取出放冷至室温，加入10ml正己烷，猛烈振摇使其混合均匀后，离心（5000r/min）5min，取上清液，即得样品溶液。
- 1.6 样品测定：将对照品溶液和供试品溶液分别用微孔滤膜过滤后，各进样50μl，记录维生素D₃色谱峰。外标法计算含量。
- 1.7 结果计算

$$X = \frac{A_{\text{供}}}{A_{\text{对}}} \times \frac{m_{\text{对}}}{25 \times 1000} \times \frac{10}{m_{\text{供}}} \times 100$$

式中：

- X—供试品中维生素D₃的含量，mg/100g；
- A_供—供试品中维生素D₃的峰面积；
- A_对—维生素D₃对照品的峰面积；
- m_对—维生素D₃对照品的称样量，mg；
- m_供—供试品的称样量，g。

【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”项下胶囊剂的规定。

【原辅料质量要求】

1. 柠檬酸钙：符合GB 17203《食品添加剂 柠檬酸钙》的规定。
2. 维生素D₃油

项 目	指 标
来源	胆钙化醇、大豆油、维生素E

制法	配料、溶解、混合、包装
感官	淡黄色液体，无异物，无异味
维生素D ₃ 含量	≥100万IU/g
砷（以As计）	≤2.0mg/kg
铅（以Pb计）	≤2.0mg/kg
酸价（mg/g）	≤0.14
过氧化值（meq/kg）	≤20.0
菌落总数，cfu/g	≤1000
大肠菌群，MPN/100g	≤100
霉菌，cfu/g	≤100
酵母菌，cfu/g	≤100
沙门氏菌	不得检出

3. 大豆油：符合GB 1535《大豆油》的规定。
 4. 蜂蜡：符合GB 1886.87《食品安全国家标准 食品添加剂 蜂蜡》的规定。
 5. 明胶：符合GB 6783《食品安全国家标准 食品添加剂 明胶》的规定。
 6. 甘油：符合GB 29950《食品安全国家标准 食品添加剂 甘油》的规定。
 7. 二氧化钛：符合GB 25577《食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化钛》的规定。
 8. 纯化水：符合《中华人民共和国药典》的规定。
-