

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20130570

星鲨牌维生素D₃软胶囊

【原料】

【辅料】

【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】

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	外观呈淡黄色或黄色，内容物呈淡黄色或黄色
滋味、气味	具本品固有的滋味、气味，无异味
性状	软胶囊，整洁，无粘结、变形、漏囊；内容物为油状物
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【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，%	≤1.5	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30	《中华人民共和国药典》（2010年版）二部
酸价，mgKOH/g	≤2.0	GB/T 5009.37
过氧化值，g/100g	≤0.40	GB/T 5009.37
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5	GB 5009.12
砷（以As计），mg/kg	≤1.0	GB/T 5009.11
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3	GB/T 5009.17

黄曲霉素B1, $\mu\text{g/kg}$	≤ 5	GB/T 5009.22
--------------------------	----------	--------------

【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	≤ 1000	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/100g	≤ 40	GB/T 4789.3-2003
霉菌, cfu/g	≤ 25	GB 4789.15
酵母, cfu/g	≤ 25	GB 4789.15
致病菌（指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌、溶血性链球菌）	不得检出	GB 4789.4、GB 4789.5、GB 4789.10、GB/T 4789.11

【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D3, mg/100g	1.70~2.50	1 维生素D3的测定

1 维生素D₃的测定

1.1 原理：样品中的维生素D₃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检测，根据色谱峰的保留时间定性，用外标法定量。

1.2 试剂

1.2.1 异辛烷：色谱纯

1.2.2 正己烷：色谱纯

1.2.3 正戊醇：色谱纯

1.2.4 维生素D₃对照品：100mg/瓶，购自中国食品药品检定研究院。

1.3 仪器

1.3.1 Watars e2695（附Watars 2489 UV/visible Detector）

1.3.2 数显恒温水浴锅

1.3.3 超声波清洗器

1.4 供试品溶液A的制备：测定应在半暗室中及避免氧化的情况下进行。精密称取供试品适量M（相当于维生素D₃总量600单位以上，总量不超过2.0g），置皂化瓶中，加乙醇30mL、维生素C0.2g与50%氢氧化钾溶液3mL（若供试品量为3g，则加50%氢氧化钾溶液4mL），置水浴上加热回流30min，冷却，自冷凝管顶端加水10mL冲洗冷凝管内壁，将皂化液移至分液漏斗中，皂化瓶用水60~100mL分数次洗涤，洗液并入分液漏斗中，用不含过氧化物的乙醚振摇提取3次，第一次60mL，以后每次40mL，合并乙醚液，用水洗涤数次，每次约100mL，洗涤时应缓缓旋动，避免乳化，直至水层遇酚酞指示液不再显红色，静置，分取乙醚提取液，加入干燥滤纸条少许振摇除去乙醚提取液中残留的水分，分液漏斗及滤纸条再用少量乙醚洗涤，洗液与提取液合并，置具塞圆底烧瓶中，在水浴上低温蒸发至约5mL，再用氮气流吹干，迅速精密加入甲醇3mL，密塞，超声处理助溶后，移入离心管中，离心，取上清液作为供试品溶液A。

1.5 净化用色谱柱系统分离收集维生素D：精密量取供试品溶液A500 μ L，注入以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂的液相色谱柱，以甲醇-乙腈-水（50:50:2）为流动相进行分离，检测波长为254nm，记录色谱图，维生素D与前维生素D应为重叠峰，并能与维生素A及其他杂质分开。准确收集含有维生素D及前维生素D混合物的全部流出液，置具塞圆底烧瓶中，用氮气流迅速吹干，精密加入正己烷溶液1mL，使每1mL中含维生素D50~140单位，密塞，超声处理使溶解，即得供试品溶液B。

1.6 对照品贮备溶液的制备：精密称取D₃对照品25mg，置于100mL棕色容量瓶中，加异辛烷80mL，避免加

热，超声处理1min使完全溶解，用异辛烷稀释至刻度，摇匀，作为贮备溶液（1）。精密量取5mL，置于50mL棕色容量瓶中，用异辛烷稀释至刻度，摇匀，充氮密塞，避光，0℃以下保存，作为贮备溶液（2）。

1.7 色谱条件

1.7.1 色谱柱：用硅胶为填充剂

1.7.2 流动相：正己烷-正戊醇=997:3

1.7.3 检测波长：254nm

1.7.4 系统适应性：量取维生素D₃对照品贮备溶液（1）5mL，置具塞玻璃容器中，通氮后密塞，置90℃水浴中加热1h，取出迅速冷却，加正己烷5mL，摇匀，置1cm具塞石英吸收池中，在2支8W主波长分别为254nm和365nm的紫外光灯下，将石英吸收池斜放成45°，并距灯管5~6cm，照射5min，使溶液中含有前维生素D₃、反式维生素D₃、维生素D₃和速甾醇D₃，量取该溶液注入液相色谱仪，进样5次，记录峰面积，维生素D₃峰的相对标准偏差应不大于2.0%，前维生素D₃（与维生素D₃相对保留时间约为0.5）与反式维生素D₃（与维生素D₃相对保留时间约为0.6）以及维生素D₃峰与速甾醇D₃峰（与维生素D₃相对保留时间约为1.1）的分离度均应大于1.0。

1.8 响应因子测定：精密量取对照品贮备溶液（2）5mL，置于50mL容量瓶中，加正己烷稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液，取10μL注入液相色谱仪，记录色谱图，计算维生素D的响应因子f₁。

$$f_1 = c_1/A_1$$

式中：

c₁—维生素D对照品溶液的浓度，μg/mL；

A₁—对照品溶液色谱图中维生素D峰的峰面积。

另精密量取对照品贮备溶液（2）5mL，置于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，用正己烷稀释至刻度，摇匀，作为混合对照品溶液，取一定量注入液相色谱仪，取10μL注入液相色谱仪，记录色谱图，计算前维生素D的响应因子f₂。

$$f_2 = (c_1 - f_1 A_1) / A_2$$

式中：

c₁—f₁测定项下维生素D对照品溶液的浓度，μg/mL；

f₁—维生素D的响应因子；

A₁—混合对照品溶液色谱图中维生素D峰的峰面积。

A₂—混合对照品溶液色谱图中前维生素D峰的峰面积。

1.9 测定：取供试品溶液B进行含量测定，进样量为100~200μL，按下列公式计算维生素D及前维生素D折算成维生素D的总量（c_i）。

$$c_i = f_1 A_{i1} + f_2 \times A_{i2}$$

式中：

A_{i1}—维生素D的峰值；

A_{i2}—前维生素D的峰值。

$$X = \frac{c_i \times 3 \times 1}{M \times 0.5 \times 1000} \times 100$$

式中：

X—样品中维生素D₃含量，mg/10g；

M—样品称取量，g。

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】

【原辅料质量要求】