

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20100418

嘉康利牌多种矿物质维生素片

【原料】 L-抗坏血酸、D-α-生育酚琥珀酸酯、富硒酵母、富铬酵母、富马酸亚铁、烟酰胺、葡萄糖酸锰、硝酸硫胺素、氧化锌、泛酸钙、核黄素、β-胡萝卜素、盐酸吡哆醇、氰钴胺素、D-生物素（磷酸氢钙、D-生物素）、葡萄糖酸铜、钼酸钠（无水磷酸三钙、钼酸钠）、叶酸、胆钙化醇、叶绿醌、维生素A醋酸酯

【辅料】 微晶纤维素、羧甲基淀粉钠、羟丙甲纤维素、二氧化硅、硬脂酸镁、包衣剂（羟丙甲纤维素、卵磷脂、二氧化钛）、改性大豆磷脂、叶绿素铜钠盐

【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】 口服固体药用高密度聚乙烯瓶应符合YBB00122002的规定。

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	包衣呈淡绿色，片芯呈浅黄色至棕色，伴有白色和红色颗粒
滋味、气味	无异味
性状	椭圆形薄膜衣片，片面光洁，边缘整齐，无霉变
杂质	无肉眼可见外来杂质

【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
水分，%	≤5.0	GB 5009.3
灰分，%	≤35	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5	GB 5009.12
总砷(以As计)，mg/kg	≤0.3	GB 5009.11
总汞(以Hg计)，mg/kg	≤0.2	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	≤1000	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/g	≤0.92	GB 4789.3 MPN计数法
霉菌, CFU/g	≤25	GB 4789.15
酵母, CFU/g	≤25	GB 4789.15
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10
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, μg/g	60.2~126.1	1 维生素A的测定
维生素E, mg/g	50.2~76.8	2 维生素E的测定
维生素B ₁ (以C ₁₂ H ₁₇ ClN ₄ OS计), mg/g	11.5~18.69	3 维生素B ₁ 、维生素B ₂ 、维生素B ₆ 、烟酰胺的测定
维生素B ₂ , mg/g	11.5~17.8	3 维生素B ₁ 、维生素B ₂ 、维生素B ₆ 、烟酰胺的测定
维生素B ₆ (以C ₈ H ₁₁ NO ₃ 计), mg/100g	535.1~887.4	3 维生素B ₁ 、维生素B ₂ 、维生素B ₆ 、烟酰胺的测定
烟酰胺, g/100g	3.1~4.67	3 维生素B ₁ 、维生素B ₂ 、维生素B ₆ 、烟酰胺的测定
维生素B ₁₂ , μg/100g	535.1~887.4	4 维生素B ₁₂ 的测定
维生素C, g/100g	32.1~44.9	5 维生素C的测定
维生素D ₃ , μg/g	3.74~8.13	6 维生素D ₃ 的测定
叶酸, mg/100g	20.1~35.4	7 叶酸的测定
生物素, mg/100g	5.8~9.34	8 生物素的测定
泛酸, g/100g	1.2~1.8	9 泛酸的测定
维生素K ₁ , mg/100g	3.9~7.5	10 维生素K ₁ 的测定
铁(以Fe计), g/100g	1.1~1.7	GB 5009.90
锌(以Zn计), g/100g	1.1~1.7	GB 5009.14
锰(以Mn计), mg/100g	205.1~280.0	GB 5009.242
铜(以Cu计), mg/100g	80.2~112.5	GB 5009.13
铬(以Cr计), mg/100g	7.9~12.6	GB 5009.123
β-胡萝卜素, μg/g	670.8~1168.8	11 β-胡萝卜素的测定

钼(以Mo计), mg/100g	3.7~5.6	12 钼的测定
硒(以Se计), mg/100g	5.6~8.9	GB 5009.93

1 维生素A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 甲醇:色谱级。
- 1.2.2 异丙醇:色谱级。
- 1.2.3 正己烷:色谱级。
- 1.2.4 二甲基亚砷: 分析纯。
- 1.2.5 氯化钠: 分析纯。
- 1.2.6 柠檬酸: 分析纯。
- 1.2.7 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵: 分析纯。
- 1.2.8 冰醋酸: 分析纯。
- 1.2.9 维生素A醋酸酯对照品。

1.3 仪器：高效液相色谱仪：附紫外检测器。

1.4 色谱条件

- 1.4.1 色谱柱：反相C18柱。
- 1.4.2 流动相：0.05M醋酸：异丙醇：甲醇=5:10:85。
- 1.4.3 流速：2.0mL/min。
- 1.4.4 检测波长：280nm。
- 1.4.5 进样量：10μL。
- 1.4.6 柱温：30℃。

1.5 对照品溶液制备：精密称取约10mg维生素A醋酸酯对照品于50mL棕色容量瓶中，立即用异丙醇溶解并定容至刻度，配成浓度约为0.20mg/mL的溶液。再将该溶液稀释5倍，制得浓度约0.04mg/mL的对照品溶液。

1.6 样品测定：称取5g吡咯烷二硫代氨基甲酸铵和10g柠檬酸，溶于1000mL二甲基亚砷中，塞紧瓶塞，避光保存，即为萃取溶液；取10片样品磨细，精密称取约6.0g细粉，置于125mL棕色具塞锥形瓶中，加25mL萃取液，振摇，在60±3℃下，于超声水浴机中超声45mins，取出，放冷至室温，加入25.0mL正己烷，强烈振摇，加15mL 18% 氯化钠溶液，缓缓摇动，塞紧瓶塞，放冷。高速涡旋混匀约30min，再静置15~20min，吸取上层液体，置于50mL离心管中，高速离心约20min，取正己烷上清液过滤后注入HPLC液相色谱仪，测定，即得。

1.7 结果计算：

$$X = \frac{A_{\text{样}} \times C \times 25}{A_{\text{标}} \times W_{\text{样}}}$$

式中：

- X—样品中维生素A醋酸酯的含量，mg/g；
- $A_{\text{样}}$ —样品溶液维生素A醋酸酯平均峰面积；
- C—对照品溶液中维生素A醋酸酯的浓度，mg/mL；
- $A_{\text{标}}$ —对照品溶液维生素A醋酸酯平均峰面积；
- $W_{\text{样}}$ —样品重量，g

2 维生素E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 甲醇：色谱级。
- 2.2.2 异丙醇：色谱级。

- 2.2.3 正己烷：色谱级。
- 2.2.4 二甲亚砷：分析纯。
- 2.2.5 氯化钠：分析纯。
- 2.2.6 柠檬酸：分析纯。
- 2.2.7 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵（APDC）：分析纯。
- 2.2.8 冰醋酸：分析纯。
- 2.2.9 维生素E琥珀酸酯对照品。
- 2.3 仪器：高效液相色谱仪：附紫外检测器。
- 2.4 色谱条件
- 2.4.1 色谱柱：反相C18柱。
- 2.4.2 流动相：0.05M醋酸：异丙醇：甲醇=5:10:85。
- 2.4.3 流速：2.0mL/min。
- 2.4.4 检测波长：280nm。
- 2.4.5 进样量：10μL。
- 2.4.6 柱温：30℃。
- 2.5 对照品溶液制备：精密称取约2g维生素E琥珀酸酯对照品，置于50mL棕色容量瓶中，立即用异丙醇溶解并定容至刻度。配成浓度约为0.04g/mL的溶液。再将溶液稀释2倍，制得约0.02g/mL的对照品溶液。
- 2.6 样品测定：称取5g APDC、10g柠檬酸，溶于1000mL二甲亚砷中，塞紧瓶塞，避光保存，即为萃取溶液；取10片样品磨细，精密称取约4.0g细粉，置于125mL棕色具塞锥形瓶中，加25mL萃取液，在60±3℃下于超声水浴机中超声45mins，取出，放冷至室温，加入25.00mL正己烷，强烈振摇，加15mL 18% 氯化钠溶液，缓缓摇动，塞紧瓶塞，放冷。高速涡旋混匀约30min，再静置15~20min，吸取上层液体于一50mL离心管中，高速离心约20min，取上清液过滤后注入高效液相色谱仪，测定，既得。
- 2.7 结果计算

$$X = \frac{A_{\text{样}} \times C \times 25}{A_{\text{标}} \times W_{\text{样}}}$$

式中：

- X—样品中维生素E琥珀酸酯的含量，g/g
- $A_{\text{样}}$ —样品溶液中维生素E琥珀酸酯平均峰面积；
- C—对照品溶液中维生素E琥珀酸酯的浓度，g/mL；
- $A_{\text{标}}$ —对照品溶液维生素E琥珀酸酯平均峰面积；
- $W_{\text{样}}$ —样品重量，g。

3 维生素B₁、维生素B₂、维生素B₆、烟酰胺的测定

- 3.1 原理：利用各组分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 甲醇：色谱纯。
- 3.2.2 正己烷磺酸钠：色谱纯。
- 3.2.3 维生素B₁、维生素B₂、维生素B₆、烟酰胺标准品：由中国药品生物制品检定所提供。
- 3.2.4 萃取溶液：称取10.0g无水柠檬酸或11.0g-水柠檬酸，加100mL水溶解，再加含0.2% 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚的二甲基亚砷溶液至1000mL，混匀。
- 3.2.5 仪器：高效液相色谱仪：附紫外检测器。
- 3.3 色谱条件
- 3.3.1 色谱柱：C18柱。
- 3.3.2 流动相：7.2mmol正己烷磺酸钠-甲醇-乙酸=73:27:1。
- 3.3.3 流速：1.0mL/min。
- 3.3.4 检测波长：280nm。
- 3.3.5 进样量：10μL。
- 3.3.6 柱温：30℃。
- 3.4 对照品溶液的制备
- 3.4.1 对照品贮备溶液的制备：精密吸取适量对照品于100mL容量瓶中，用萃取溶液溶解，必要时可稍微

加热，冷却至室温后用萃取溶液稀释至刻度，制成每毫升含5mg维生素B₁、5mg维生素B₂、5mg维生素B₆、50mg烟酰胺的溶液。溶液保存在冰箱中，有效期三个月。

3.4.2 标准工作溶液的制备：精密吸取3.0mL对照品贮备溶液，置于100mL容量瓶中，用萃取溶液溶解并稀释至刻度。溶液保存在冰箱中，有效期三个月。

3.5 样品测定：取本品20片，研细，精密称取约0.25g，置125mL棕色具塞锥形瓶中，加25mL萃取溶液，振摇，于超声水浴中，在60℃下超声提取约30min；吸取上层液体，置于50mL离心管中，高速离心约10min；取上清液经0.45μm滤膜过滤后注入液相色谱仪，测定，即得。

3.6 结果计算

$$X = \frac{A_{\text{样}} \times C \times 25}{A_{\text{标}} \times W_{\text{样}}}$$

式中：

X—样品中维生素B₁/维生素B₂/维生素B₆/烟酰胺的含量，mg/g；

A_样—样品溶液中维生素B₁/维生素B₂/维生素B₆/烟酰胺的平均峰面积；

C—标准工作溶液中维生素B₁/维生素B₂/维生素B₆/烟酰胺的浓度，mg/mL；

A_标—标准工作溶液中维生素B₁/维生素B₂/维生素B₆/烟酰胺的平均峰面积；

W_样—样品重量，g。

4 维生素B₁₂的测定

4.1 原理：利用各组分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 甲醇：色谱纯。

4.2.2 二甲基亚砜：色谱纯。

4.2.3 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵：分析纯。

4.2.4 无水柠檬酸：分析纯。

4.2.5 三乙胺：分析纯。

4.2.6 维生素B₁₂对照品。

4.2.7 2%吡咯烷二硫代氨基甲酸铵-8%柠檬酸的二甲基亚砜溶液：称取20g吡咯烷二硫代氨基甲酸铵，80g柠檬酸，溶解于1000mL二甲基亚砜中，混匀，即得。临用新配。

4.3 仪器：高效液相色谱仪：附紫外检测器。

4.4 色谱条件

4.4.1 色谱柱：ODS色谱柱。

4.4.2 流动相：甲醇-水-三乙胺=30:69.98:0.02。

4.4.3 流速：0.6mL/min。

4.4.4 检测波长：550nm。

4.4.5 进样量：75μL。

4.5 对照品溶液的制备。

4.5.1 对照品溶贮备溶液(10μg/mL)：精密称取约128.25mg维生素B₁₂对照品，置于100mL棕色容量瓶中，加水溶解并稀释至100mL，混匀，即得。有效期为一个月。

4.5.2 标准工作溶液的配制(1μg/mL)：精密吸取10.0mL对照品贮备溶液，置于100mL棕色容量瓶中，加水稀释至刻度。临用新配。

4.6 样品测定：取至少20片样品磨细，精密称取10.0g细粉于，置于100mL棕色容量瓶中，先加25mL 2%吡咯烷二硫代氨基甲酸铵-8%柠檬酸的二甲基亚砜溶液，混匀，再加25mL水混匀；塞紧瓶塞，在40℃水浴中超声提取15min；取出冷至室温，加水至刻度，混匀，取部分该溶液高速离心15min；离心后的上清液经0.45μm滤膜过滤后注入高效液相色谱仪，测定，既得。

4.7 结果计算：

$$X = \frac{A_{\text{样}} \times C \times 100}{A_{\text{标}} \times W_{\text{样}}}$$

式中：

X—样品中维生素B₁₂的含量，μg/g

$A_{\text{样}}$ —样品溶液维生素 B_{12} 平均峰面积;
 C —标准工作溶液维生素 B_{12} 的浓度, $\mu\text{g/mL}$;
 $A_{\text{标}}$ —标准工作溶液中维生素 B_{12} 平均峰面积;
 $W_{\text{样}}$ —样品重量, g 。

5 维生素C的测定

5.1 试剂

5.1.1 稀醋酸: 取冰醋酸60mL, 加水稀释至1000mL, 即得。

5.1.2 0.05mol/L碘滴定液。

5.2 测定: 取本品20片, 精密称定, 研细, 精密称取适量(约相当于维生素C 0.2g), 置锥形瓶中, 加新沸过的冷水100mL与稀醋酸10mL的混合液适量, 振摇1~2min振摇使维生素C溶解, 加淀粉指示液1mL, 用碘滴定液(0.05mol/L)滴定至溶液显蓝色并持续30s不褪。每1mL碘滴定液(0.05mol/L)相当于8.806mg的维生素C。

5.3 结果计算

$$X = \frac{0.008806 \times C \times V}{W_{\text{样}} \times 0.05} \times 100$$

式中:

X —样品中维生素C的含量, $\text{g}/100\text{g}$

C —碘滴定液的浓度, mol/L ;

V —消耗的碘滴定液的体积, mL ;

$W_{\text{样}}$ —样品称重, g 。

6 维生素 D_3 的测定

6.1 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。

6.2 试剂

6.2.1 正己烷: 色谱级。

6.2.2 二甲亚砜(DMSO): 色谱级。

6.2.3 异丙醇: 色谱级。

6.2.4 氯化钠溶液。

6.2.5 维生素 D_3 对照品。

6.2.6 高效液相色谱仪: 附等度洗脱装置、紫外检测器。

6.3 色谱条件

6.3.1 色谱柱: Phenomenex-Prodigy硅胶柱, $250\text{mm} \times 4.0\text{mm}$, $5\mu\text{m}$ 。

6.3.2 流动相: 异丙醇-正己烷=0.5:99.5。

6.3.3 流速: 0.5~2.0mL/min。

6.3.4 检测波长: 264nm。

6.3.5 进样量: 50~100 μL 。

6.4 对照品溶液的制备

6.4.1 对照品贮备溶液的制备: 精密称取 $60\text{mg} \pm 0.1\text{mg}$ 维生素 D_3 对照品, 置于250mL棕色容量瓶中, 立即用正己烷溶解并稀释至刻度, 此溶液浓度约为9000~10000IU/mL。4℃暗处保存, 有效期6个月。

6.4.2 标准工作溶液的制备: 精密吸取2.0mL对照品贮备溶液置于250mL棕色容量瓶中, 立即用正己烷溶解并稀释至刻度, 此溶液浓度约为70~90IU/mL。4℃暗处保存, 有效期1个月。

6.5 样品测定: 取至少20片样品磨细, 精密称取5.0g细粉, 置于125mL棕色具塞锥形瓶中, 加50mL DMSO, 塞紧瓶塞; 于超声水浴机中 $60 \pm 3^\circ\text{C}$ 下强烈超声约45mins, 取出冷却至室温; 加入25.0mL正己烷, 强烈振摇, 再加15mL 18%氯化钠溶液, 缓慢摇动, 放冷, 高速涡旋混合约30mins, 再静置15min; 轻轻吸取上层液体置于50mL离心管中, 高速离心约15mins; 取正己烷层上清液注入高效液相色谱仪, 测定, 即得。

6.6 结果计算:

$$X = \frac{A_{\text{样}} \times C \times 25}{A_{\text{标}} \times W_{\text{样}}}$$

式中:

X—样品中维生素D₃的含量, mg/g;
A_样—样品溶液中维生素D₃平均峰面积;
C—标准工作溶液中维生素D₃的浓度, mg/mL;
A_标—标准工作溶液中维生素D₃平均峰面积;
W_样—样品重量, g。

7 叶酸的测定

7.1 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。

7.2 试剂

7.2.1 甲醇: 色谱级。

7.2.2 0.2%氨水: 分析纯。

7.2.3 0.5%氨水: 分析纯。

7.2.4 叶酸对照品, 购自中国食品药品检定研究院。

7.2.5 高效液相色谱仪: 附紫外检测器。

7.2.6 叶酸对照品, 中国食品药品检定研究院。

7.3 色谱条件

7.3.1 色谱柱: C8柱, 25cm×4.6mm。

7.3.2 流动相。

7.3.2.1 流动相A: 50mM Na₃PO₄溶液 (PH2.5) - 甲醇=90:10。

7.3.2.2 流动相B: 50mM Na₃PO₄溶液 (PH2.5) - 甲醇=10:90。

7.3.2.3 梯度: 在18min时流动相B达70%。

7.3.3 流速: 1.0mL/min。

7.3.4 检测波长: 280nm。

7.3.5 进样量: 20μL。

7.4 样品处理

7.4.1 对照品溶液的配制

7.4.1.1 对照品贮备溶液(200μg/mL)的制备: 精密称取20mg的叶酸对照品置于100mL容量瓶中, 用0.5%氨水溶解并稀释至刻度。

7.4.1.2 标准工作溶液(20μg/mL)的制备: 精密吸取1mL上述标准贮备溶液置于10mL容量瓶中, 用0.5%氨水溶解并稀释至刻度。

7.5 样品测定: 取10片样品磨细, 精密称取相当于1mg叶酸的细粉, 置于50mL棕色容量瓶中, 加适量水和浓氨水, 超声使溶解, 控制pH8~9, 用0.2%氨水定容; 取适量所得溶液于离心管中, 高速离心约15min; 取上清液经0.45μ滤膜过滤, 注入高效液相色谱仪, 测定, 即得。

7.6 结果计算:

$$X = \frac{A_{\text{样}} \times C \times 50}{A_{\text{标}} \times W_{\text{样}}}$$

式中:

X—样品中叶酸的含量, μg/g

A_样—样品溶液叶酸的峰面积;

C—标准工作溶液的浓度, μg/mL;

A_标—标准工作溶液中叶酸的峰面积;

W_样—样品重量, g。

8 生物素的测定

8.1 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。

8.2 试剂

8.2.1 乙腈: 色谱级。

8.2.2 二甲亚砜(DMSO): 色谱级。

8.2.3 高氯酸钠: 分析纯。

- 8.2.4 85%磷酸：分析纯。
- 8.2.5 生物素对照品。
- 8.2.6 高效液相色谱仪：附等度洗脱装置和紫外检测器。
- 8.3 色谱条件
- 8.3.1 色谱柱：C18色谱柱，4.6mm×250mm。
- 8.3.2 流动相。
- 8.3.2.1 流动相A（0.1%高氯酸钠-0.1%磷酸水溶液）：吸取1.2mL磷酸，称取1.0g高氯酸钠，置于1000mL容量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，混匀。
- 8.3.2.2 流动相B（0.1%高氯酸钠-0.1%磷酸乙腈溶液）：吸取1.2mL磷酸，称取1.0g高氯酸钠，置于1000mL容量瓶中，加乙腈溶解并稀释至刻度，混匀。
- 8.3.2.3 流动相：流动相A-流动相B=90:10。
- 8.3.3 流速：1.0mL/min。
- 8.3.4 检测波长：200nm。
- 8.3.5 进样量：20μL。
- 8.4 对照品溶液的配制
- 8.4.1 对照品贮备溶液（500μg/mL）的制备：精密称取50mg±5mg生物素对照品置于100mL容量瓶中，加50mL DMSO溶解，再加水稀释至刻度，混匀即得。有效期为六个月。
- 8.4.2 标准工作溶液（5μg/mL）的制备：精密吸取1.0mL对照品贮备溶液置于100mL容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。有效期为一个月。
- 8.5 样品测定：取至少20片样品磨细，相当于0.25mg生物素的细粉，置50mL容量瓶中；加5mL DMSO和约20mL水，涡旋混匀；塞紧瓶塞，在60℃水浴超声15min；取出冷至室温，加水至刻度，混匀；取部分溶液高速离心30min；取上清液经0.45μm滤膜过滤后注入高效液相色谱仪，测定，即得。
- 8.6 结果计算

$$X = \frac{A_{\text{样}} \times C \times 50}{A_{\text{标}} \times W_{\text{样}}}$$

式中：

- X—样品中生物素的含量，μg/g
- $A_{\text{样}}$ —样品溶液生物素的平均峰面积；
- C—标准工作溶液的浓度，μg/mL；
- $A_{\text{标}}$ —标准工作溶液生物素平均峰面积；
- $W_{\text{样}}$ —样品重量，g。

9 泛酸的测定

- 9.1 原理：利用各组分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。
- 9.2 试剂
- 9.2.1 乙腈：色谱级。
- 9.2.2 25mM磷酸二氢钾溶液（用磷酸调pH值至2.5）：分析纯。
- 9.2.3 泛酸钙对照品。
- 9.3 仪器：高效液相色谱仪：附等度洗脱装置和紫外检测器。
- 9.4 色谱条件
- 9.4.1 色谱柱：Kromasil C18，3.9mm×250mm，5μm（或类似色谱柱）。
- 9.4.2 流动相：磷酸二氢钾溶液—乙腈=95:5。
- 9.4.3 流速：1.0mL/min。
- 9.4.4 检测波长：210nm。
- 9.4.5 进样量：20μL。
- 9.5 对照品溶液的制备
- 9.5.1 对照品贮备溶液的制备：精密称取适量泛酸钙对照品，置于容量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，制成浓度约为0.5mg/mL溶液。于冰箱4℃保存，有效期为三周。
- 9.5.2 标准工作溶液的制备：精密吸取5.0mL对照品贮备溶液，置于50mL棕色容量瓶中，加水稀释至刻度，此溶液浓度约为0.05mg/mL。临用新配。

9.6 样品测定：取20片样品磨细，精密称取0.25g细粉，置于125mL具塞锥形瓶中，准确加入100.0mL水，塞紧瓶塞，强烈振摇至样品不粘瓶壁；于超声水浴机中超声约15min，取出静置5min；取上清液经0.45μm滤膜过滤后注入高效液相色谱仪，测定，即得。

9.7 结果计算：

$$X = \frac{A_{\text{样}} \times C \times 100}{A_{\text{标}} \times W_{\text{样}}} \times 0.9159$$

式中：

X—样品中泛酸的含量，mg/g

A_样—样品溶液泛酸的峰面积；

C—标准工作溶液的浓度，mg/mL；

A_标—标准工作溶液中泛酸的峰面积；

W_样—为样品重量，g；

0.9159—为泛酸钙折算为泛酸的换算系数。

10 维生素K₁的测定

10.1 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。

10.2 试剂

10.2.1 乙腈：色谱级。

10.2.2 甲醇：色谱级。

10.2.3 正己烷：色谱级。

10.2.4 二甲亚砜(DMSO)：分析纯。

10.2.5 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚(BHT)：分析纯。

10.2.6 维生素K₁对照品。

10.2.7 萃取溶液A：称取1.0gBHT，溶于1000mL正己烷中，混匀即得。

10.2.8 萃取溶液B：称取1.0gBHT，溶于1000mL DMSO中，混匀即得。

10.3 仪器：高效液相色谱仪：附紫外检测器。

10.4 色谱条件

10.4.1 色谱柱：Kromasil C18 250mm×4.6mm色谱柱。

10.4.2 流动相：乙腈—甲醇=75:25。

10.4.3 流速：1.0mL/min。

10.4.4 检测波长：254nm。

10.4.5 进样量：25μL。

10.5 对照品溶液的制备

10.5.1 对照品贮备溶液(1.0mg/mL)：精密称取50mg±5mg维生素K₁对照品，置于50mL容量瓶中，用正己烷溶解并稀释至刻度。置冰箱中保存，有效期为两周。

10.5.2 标准工作溶液(5μg/mL)：精密吸取1.0mL上述标准贮备溶液，置于200mL容量瓶中，立即用正己烷溶解并稀释至刻度。置冰箱中保存，有效期为两周。

10.6 样品测定：取20片样品磨细，精密称取2.0g细粉于一125mL棕色具塞锥形瓶中，加25mL萃取溶液B，超声波水浴30min，再加入25mL萃取溶液A，继续超声波水浴30min，吸取上层液体于一50mL离心管中，高速离心约30min至两相分离，保持温度10℃~30℃之间；取正己烷层上清液注入液相色谱仪。

10.7 结果计算：

$$X = \frac{A_{\text{样}} \times C \times 25}{A_{\text{标}} \times W_{\text{样}}}$$

式中：

X—样品中维生素K₁的含量，μg/g

A_样—样品溶液维生素K₁平均峰面积；

C—标准工作溶液中维生素K₁的浓度，μg/mL；

A_标—标准工作溶液维生素K₁平均峰面积；

W_样—样品重量，g。

11 β-胡萝卜素的测定

11.1 原理：紫外可见分光光度法，利用其在特定波长有最大吸收，来求出待测物质的含量。

11.2 试剂

11.2.1 乙二胺四醋酸二钠：分析纯。

11.2.2 磷酸二氢钾：分析纯。

11.2.3 十二烷基硫酸钠：分析纯。

11.2.4 丙酮：色谱纯。

11.2.5 环己烷：色谱纯。

11.2.6 无水乙醇：色谱纯。

11.2.7 2, 6-二叔丁基-4-甲基苯酚（BHT）。

11.2.8 蛋白酶

11.2.9 4mol/L氢氧化钠溶液：称取16g氢氧化钠，溶解于100mL水中，摇匀；

11.2.10 混合溶剂：称6.8g磷酸二氢钾于1000mL容量瓶中，加水溶解，再加1.5g乙二胺四醋酸二钠溶解，定容；用4mol/L氢氧化钠溶液调pH至 8.7 ± 0.3 。然后加0.25g十二烷基硫酸钠，超声波助溶。

11.2.11 萃取液：取1000mL丙酮、1000mL无水乙醇、2000mL环己烷于4000mL的烧杯中，加2g 2, 6-二叔丁基-4-甲基苯酚溶解，摇匀。

11.2.12 2, 6-二叔丁基-4-甲基苯酚/乙醇溶液：称取2g 2, 6-二叔丁基-4-甲基苯酚，加入500mL乙醇中，摇匀。

11.3 样品处理：准确称取3g样品（精确至0.1mg），置于250mL容量瓶中（记录重量 W_1 ），去除此容量瓶重量，加入200mL混合溶剂和1mL蛋白酶（记录总重量 W_2 ，精确至0.1g），将容量瓶放入50℃水浴中加热45min，室温下磁力搅拌至少45min，直至样品完全溶解（整个过程必须完全避光）。移取15~18g该溶液至另一250mL容量瓶中，称重（记录总重量 W_3 ，精确至0.1g），加150mL萃取液混合5min后，加30mL去离子水混合5min，静置5~10min，分离。移取上层有机溶液5mL至25mL容量瓶中，加2mL 2, 6-二叔丁基-4-甲基苯酚（BHT）/乙醇溶液，用环己烷稀释，静置；若溶液不澄清，则倒入50mL具塞玻璃离心管（不能使用塑料管）中，以2500转/分离心10min。

11.4 样品测定：用环己烷作空白，于455nm波长处测定样品溶液的吸光度值A。吸光度值读数必须低于1.000。否则增加稀释倍数使吸光度读数在允许范围内（计算含量时参考）。

11.5 结果计算

$$X = \frac{A \times 75 \times 5 \times W_2}{2500 \times W_1 \times W_3}$$

式中：

X—样品中β-胡萝卜素的含量，g/100g

A—样品溶液的吸光度值；

75—萃取溶液中环己烷的体积，mL；

5—稀释倍数；

W_2 —混合溶液的重量，g；

2500—β-胡萝卜素在环己烷中的吸收系数；

W_1 —样品重量，g；

W_3 —移取溶液的重量，g。

12 钼测的测定

12.1 原理：原子吸收分光光度法，通过测定吸收特定波长的光量大小，来求出待测元素的含量。

12.2 试剂

12.2.1 硝酸（ HNO_3 ）：分析纯。

12.2.2 高氯酸（ HClO_4 ）：分析纯。

12.2.3 钼标准溶液。

12.2.4 标准溶液：以0.1mol/L HNO_3 稀释钼标准溶液成15、30、45μg/L的溶液。

12.2.5 样品溶液：取样品0.2g，精密称定，加混合酸（ HClO_4 — HNO_3 =1:4）约30mL，在电炉上消化至溶液呈白色即可，将此溶液转移至50mL容量瓶中，用0.1mol/L HNO_3 稀释定容，再稀释5倍。同时作空白处理。

12.3 仪器：原子吸收分光光度计。

12.4 测定：照原子吸收分光光度计石墨炉法，以钼元素空心阴极灯作光源，在扣除背景条件下，用氩气

作保护气，并以0.1mol/L硝酸进行仪器调零，在313.2nm波长处测定吸收度值，以各浓度系列标准溶液与对应的吸光度绘制标准曲线。样品结果以空白校正。

12.5 结果计算

$$X = \frac{(C - C_0) \times 50 \times 5 \times 100}{W_{\text{样}} \times 1000}$$

式中：

- X—样品中钼的含量，mg/100g
C—根据标准曲线查得的样品溶液中钼元素的浓度，μg/mL；
C₀—根据标准曲线查得的空白液中钼元素的浓度，μg/mL；
W_样—样品的重量，g。

【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. L-抗坏血酸：应符合下表规定，其余指标应符合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。

项 目	指 标
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，CFU/g	≤10
霉菌和酵母，CFU/g	≤50

2. D-α-琥珀酸生育酚：应符合GB 1886.233《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素E》的规定。

3. 富硒酵母：应符合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。

4. 富铬酵母

项 目	指 标
来源	酵母菌种，氯化铬
制法	经接种（24h，32℃）、培养（24h，32℃）、纯化（30h，32℃）、加入氯化铬发酵、离心干燥（180～200℃）包装等主要工艺加工制成。
感官要求	淡黄色至淡黄棕色粉末
总铬量，mg/kg	≥2000
水分，%	≤8.5
灰分，%	≤8.0
蛋白质，%	≥44.0
六价铬	不得检出
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5
总砷(以As计)，mg/kg	≤1.0
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/100g	≤30
霉菌酵母菌，CFU/g	≤100
致病菌(指肠道致病菌及致病性球菌)	不得检出

5. 富马酸亚铁：应符合下表规定，其余指标应符合《中华人民共和国药典》的规定。

项 目	指 标
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，CFU/g	≤10
霉菌和酵母，CFU/g	≤100
致病菌(指肠道致病菌及致病性球菌)	不得检出

6. 烟酰胺：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

7. 葡萄糖酸锰：应符合GB 1903.7《食品安全国家标准 食品营养强化剂 葡萄糖酸锰》的规定。
8. 硝酸硫胺素：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
9. 氧化锌：应符合GB 1903.4《食品安全国家标准 食品营养强化剂 氧化锌》的规定。
10. 泛酸钙：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
11. 核黄素：应符合GB 14752《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素B₂(核黄素)》的规定。
12. β-胡萝卜素：应符合GB 31624《食品安全国家标准 食品添加剂 天然胡萝卜素》的规定。
13. 盐酸吡哆醇：应符合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。
14. 氰钴胺素：应符合下表规定，其余指标应符合《中华人民共和国药典》的规定。

项 目	指 标
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.0
总砷(以As计)，mg/kg	≤1.5
总汞(以Hg计)，mg/kg	≤1.5
镉（以Cd计），mg/kg	≤0.5
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，CFU/g	≤10
霉菌和酵母，CFU/g	≤100
致病菌(指肠道致病菌及致病性球菌)	不得检出

15. D-生物素（磷酸氢钙、D-生物素）

项 目	指 标
来源	D-生物素和磷酸氢钙（1:99）
制法	经称重、混合、包装等主要工艺加工制成。
感官要求	白色粉末
含量，%	≥1.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.0
总砷(以As计)，mg/kg	≤1.0
总汞(以Hg计)，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/100g	≤30
霉菌酵母菌，CFU/g	≤100
致病菌(指肠道致病菌及致病性球菌)	不得检出

16. 葡萄糖酸铜：应符合GB 1903.8《食品安全国家标准 食品营养强化剂 葡萄糖酸铜》的规定。

17. 钼酸钠（钼酸钠、无水磷酸三钙）

项 目	指 标
来源	钼酸钠和无水磷酸三钙（1:99）
制法	经称重、混合、包装等主要工艺加工制成。
感官要求	白色至类白色粉末
含量（以Mo计），%	1.0~1.3
pH值	5.0~8.0
干燥失重，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.0
总砷(以As计)，mg/kg	≤1.0
总汞(以Hg计)，mg/kg	≤1.0
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/100g	≤30
霉菌酵母菌，CFU/g	≤100
致病菌(指肠道致病菌及致病性球菌)	不得检出

18. 维生素A醋酸酯：应符合下表规定，其余指标应符合GB 14750《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素A》的规定。

项 目	指 标
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，CFU/g	≤10
霉菌和酵母，CFU/g	≤100
致病菌(指肠道致病菌及致病性球菌)	不得检出

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

20. 胆钙化醇：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

21. 叶绿醌：应符合下表规定，其余指标应符合《中华人民共和国药典》中“维生素K₁”的规定。

项 目	指 标
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.0
总砷(以As计)，mg/kg	≤1.0
总汞(以Hg计)，mg/kg	≤1.1
镉（以Cd计），mg/kg	≤0.5
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，CFU/g	≤10
霉菌和酵母，CFU/g	≤100
致病菌(指肠道致病菌及致病性球菌)	不得检出

22. 微晶纤维素：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

23. 羧甲淀粉钠：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

24. 羟丙甲纤维素：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

25. 二氧化硅：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

26. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

27. 包衣剂（羟丙甲纤维素、卵磷脂、二氧化钛）

项 目	指 标
来源	羟丙甲纤维素、卵磷脂、二氧化钛(0.63:0.32:0.05)
制法	经称重、混匀、检验、包装等主要工艺加工制成。
感官要求	白色粉末
色差	DE≤1.50%或目测合格
灰分，%	28.90~36.90
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤3.6
霉菌酵母菌，CFU/g	≤100
致病菌(指肠道致病菌及致病性球菌)	不得检出

28. 改性大豆磷脂：应符合LS/T 3225《食品添加剂 改性大豆磷脂》的规定。

29. 叶绿素铜钠盐：应符合QB/T 3783《食品添加剂 叶绿素铜钠盐》的规定。
