

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

BJG20080066

嘉康利生命牌钙镁锌片

JiaKangLiPaiGaiMeiXinPian

【配方】 碳酸钙、碳酸镁、葡萄糖酸锌、葡萄糖酸锰、葡萄糖酸铜、维生素D₃、维生素K₁、微晶纤维素、羧甲淀粉钠、硬脂酸镁、二氧化硅、包衣剂（羟丙甲纤维素、卵磷脂、二氧化钛）

【生产工艺】 本品经混合、压片、包衣、包装等主要工艺加工制成。

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	白色，色泽均匀
滋味、气味	无异味
性状	胶囊形片，片面光洁，边缘整齐，无霉变
杂质	无杂质

【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，%	≤55.0	《中华人民共和国药典》（2010年版）二部
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》（2010年版）二部
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5	GB 5009.12
砷（以As计），mg/kg	≤0.3	GB/T 5009.11
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.2	GB/T 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/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D ₃ , $\mu\text{g}/100\text{g}$	87.5~180.2 5	1 维生素D ₃ 的测定
维生素K ₁ , $\text{mg}/100\text{g}$	0.7~1.5	2 维生素K ₁ 的测定
钙（以Ca计）, $\text{g}/100\text{g}$	16.3~22.7	3 钙的测定
镁（以Mg计）, $\text{g}/100\text{g}$	5.0~7.2	GB/T 5009. 90
锌（以Zn计）, $\text{g}/100\text{g}$	0.2~0.48	GB/T 5009. 14
锰（以Mn计）, $\text{mg}/100\text{g}$	40.8~57.4	GB/T 5009. 90
铜（以Cu计）, $\text{mg}/100\text{g}$	20.9~28.2	GB/T 5009. 13

1 维生素D₃的测定

1.1 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。

1.2 试剂

1.2.1 正己烷：色谱级

1.2.2 二甲基亚砜：色谱级

1.2.3 异丙醇：色谱级

1.2.4 氯化钠溶液：分析纯

1.2.5 维生素D₃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：Phenomenex-Prodigy硅胶柱，250×4.0mm

1.4.2 流动相：异丙醇-正己烷=0.5:99.5

1.4.3 流速：0.5~2.0mL/min

1.4.4 检测波长：264nm

1.4.5 进样量：50~100 μL

1.5 标准贮备溶液的制备：精密称取 60 ± 0.1 mg维生素D₃对照品于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。

1.6 标准工作溶液的制备：精密吸取2.0mL标准贮备溶液于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。

1.7 样品测定：取至少20片样品，磨细，精密称取5.0g细粉于125mL棕色具塞锥形瓶中，加50mL二甲基亚砜，塞紧塞子，于超声水浴机中在 60 ± 3 ℃下强烈超声约45min，取出，冷却至室温，加入25.0mL正己烷，强烈振摇，再加15mL18%氯化钠溶液，缓慢摇动，释放空气，具塞放冷，高速涡旋混合约30min，再静置15min，轻轻吸取上层液体于50mL离心管中，高速离心约15min，取正己烷层上清液注入液相色谱仪测定。

1.8 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—样品溶液的维生素D₃峰面积；

C—标准工作溶液的浓度，mg/mL；

A_标—标准工作溶液的维生素D₃峰面积；

W_样—样品称取量，g。

2 维生素K₁的测定

2.1 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。

2.2 试剂

2.2.1 乙腈：色谱级

2.2.2 甲醇：色谱级

2.2.3 正己烷：色谱级

2.2.4 二甲基亚砜：分析纯

2.2.5 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚：分析纯

2.2.6 维生素K₁对照品

2.2.7 萃取溶液A：称取2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚1.0g，溶于1000mL正己烷中，混匀，即得。

2.2.8 萃取溶液B：称取2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚1.0g，溶于1000mL二甲基亚砜中，混匀，即得。

2.2.9 高效液相色谱仪：附紫外检测器

2.3 色谱条件

2.3.1 色谱柱：Kromasil C₁₈，250×4.6mm。

2.3.2 流动相：乙腈-甲醇=75:25

2.3.3 流速：1.0mL/min

2.3.4 检测波长：254nm

2.3.5 进样量：25μL

2.4 标准贮备溶液的制备（1.0mg/mL）：精密称取 50 ± 5 mg维生素K₁对照品于50mL容量瓶中，用正己烷溶解并稀释至刻度。冰箱保存，有效期2周。

2.5 标准工作溶液的制备（5μg/mL）：精密吸取1.0mL标准贮备溶液于200mL容量瓶中，立即用正己烷溶解并稀释至刻度。冰箱保存，有效期2周。

2.6 样品测定：取20片样品，磨细，精密称取10.0g细粉于125mL棕色具塞锥形瓶中，加25mL萃取溶液B，超声30min，再加入25mL萃取溶液A，继续超声30min，吸取上层液体于50mL离心管中，高速离心约30min至两相分离，保持温度在10~30℃之间，取正己烷层上清液注入液相色谱仪。

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K₁的含量, μg/g;

A_样—样品溶液的维生素K₁平均峰面积;

C—标准工作溶液的浓度, μg/mL;

A_标—标准工作溶液的维生素K₁平均峰面积;

W_样—样品称取量, g。

3 钙的测定

3.1 原理: 以乙二胺四醋酸二钠络合滴定法测定钙含量。

3.2 试剂

3.2.1 3mol/L盐酸: 取盐酸270mL, 加水至1000mL, 摇匀, 即得。

3.2.2 1mol/L氢氧化钠溶液: 取40g氢氧化钠, 用水溶解定容至1000mL, 即得。

3.2.3 三乙醇胺溶液: 取三乙醇胺38mL, 加水至100mL, 摇匀, 即得。

3.2.4 钙羧酸指示剂: 取钙羧酸指示剂0.10g、经105±1℃加热2h的分析纯氯化钠10g, 混匀, 研细, 即得。

3.3 0.05mol/L乙二胺四醋酸二钠滴定液的制备

3.3.1 配制: 取乙二胺四醋酸二钠19g, 加适量的水溶解成1000mL, 摇匀, 即得。

3.3.2 标定: 称取经约800℃灼烧至恒重的基准氧化锌0.12g, 精密称定, 加稀盐酸3mL使溶解, 加水25mL, 加0.025%甲基红乙醇溶液1滴, 滴加氨试液至溶液显微黄色, 加水25mL、氨-氯化铵缓冲液(pH10.0)10mL, 再加铬黑T指示剂少量, 用乙二胺四醋酸二钠滴定液滴定至溶液颜色由紫色变为纯蓝色, 滴定的结果用空白校正。每1mL0.05mol/L乙二胺四醋酸二钠滴定液相当于4.069mg的氧化锌, 根据滴定液的消耗量与氧化锌的取用量, 算出滴定液的浓度。

3.4 样品处理: 精密称定2.0g已研碎的待测样品于坩埚中, 在电炉上加热灼烧至无烟后, 置500℃高温炉中灼烧3h, 取出, 加20mL盐酸溶液溶解, 完全转移至250mL容量瓶中, 加水至刻度, 摇匀。

3.5 样品测定: 精密移取50mL样品溶液于250mL三角瓶中, 加5mL三乙醇胺溶液、15mL氢氧化钠溶液(调节pH值≥12)、0.1g钙羧酸指示剂, 用乙二胺四醋酸二钠滴定液滴定至溶液颜色由紫色变为蓝色, 30Sec蓝色不褪即为终点。同时作空白试验。每1mL0.05mol/L乙二胺四醋酸二钠滴定液相当于2.004mg的钙。

3.6 结果计算

$$X = \frac{M \times V \times 0.002004}{W \times 0.05 \times 50/250} \times 100$$

式中:

X—样品中钙的含量, g/100g;

M—乙二胺四醋酸二钠滴定液浓度, mol/L;

V—乙二胺四醋酸二钠滴定液消耗体积, mL;

W—样品称取量, g。

【保健功能】 补充维生素D、维生素K及多种矿物质

【适宜人群】 需要补充维生素D、维生素K及多种矿物质的成人

【不适宜人群】 少年儿童、孕妇、乳母

【食用方法及食用量】 每日2次，每次2片，早晚餐后吞食

【规格】 1.04g/片

【贮藏】 置阴凉干燥处，密闭避光保存

【保质期】 24个月
