

国家市场监督管理总局  
保健食品产品技术要求

国食健注G20080493

钙尔奇®小添佳咀嚼片（巧克力味）

【原料】

【辅料】

【生产工艺】 本品经混合、制粒、压片、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    | 浅棕色                |
| 滋味、气味 | 味微甜，具巧克力香味         |
| 性状    | 带动物图案刻痕的异形咀嚼片，完整光洁 |
| 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         |
|----------------|-------|--------------|
| 水分，g/100g      | ≤5.0  | GB 5009.3    |
| 灰分，g/100g      | 34~57 | GB 5009.4    |
| 铅（以Pb计），mg/kg  | ≤2.0  | GB 5009.12   |
| 总砷(以As计)，mg/kg | ≤1.0  | GB/T 5009.11 |
|                |       |              |

|                |      |              |
|----------------|------|--------------|
| 总汞(以Hg计)，mg/kg | ≤0.3 | 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  | ≤3×10 <sup>4</sup> | 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       |
| 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D <sub>3</sub> ，μg/g | 1.665~3.335 | 1 维生素D <sub>3</sub> 的测定 |
| 钙（以Ca计），mg/g            | 133.5~218.7 | 2 钙、铜、铁、锌的测定            |
| 铜（以Cu计），mg/g            | 0.200~0.330 | 2 钙、铜、铁、锌的测定            |
| 铁（以Fe计），mg/g            | 2.25~3.75   | 2 钙、铜、铁、锌的测定            |
| 锌（以Zn计），mg/g            | 2.25~3.75   | 2 钙、铜、铁、锌的测定            |

## 1 维生素D<sub>3</sub>的测定

1.1 原理：样品中的维生素D<sub>3</sub>经正己烷萃取后，用高压液相色谱，紫外检测器定量测定。

### 1.2 试剂

除特殊注明外，所用试剂为分析纯；实验用水为三级水。

1.2.1 异丙醇：色谱纯

1.2.2 正己烷：色谱纯

1.2.3 二甲亚砆：分析纯

1.2.4 75%二甲亚砆溶液：750mL二甲亚砆中加入250mL纯水，混匀。

1.2.5 维生素D<sub>3</sub>对照品

### 1.3 仪器

1.3.1 50mL离心管

1.3.2 离心机

1.3.3 振荡器

1.3.4 超声波清洗器

1.3.5 高效液相色谱仪：附可变波长的紫外检测器、数据处理系统或记录仪

### 1.4 操作步骤（下列操作应避光进行）

#### 1.4.1 色谱条件

1.4.1.1 色谱柱：用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(建议使用Supelcosil-LC-SI柱，4.6×250mm，5μm)

1.4.1.2 流动相：以0.45%异丙醇的正己烷溶液为A相，20%异丙醇的正己烷溶液为B相，按下表进行梯度洗脱（梯度洗脱程序可根据实际情况进行适当调整）。

| 时间，min | 流动相A，% | 流动相B，% |
|--------|--------|--------|
| 0.0    | 100    | 0      |
| 25.0   | 100    | 0      |
| 26.0   | 0      | 100    |
| 30.0   | 0      | 100    |
| 31.0   | 100    | 0      |
| 37.0   | 100    | 0      |

1.4.1.3 流速：1.0mL/min

1.4.1.4 检测波长：265nm

1.4.1.5 系统适用性：待基线平稳后，用对照品溶液重复进样6次，维生素D3峰面积的相对标准偏差应不大于3.0%；用控制溶液进样测定，测定结果应为理论值的95.0~105.0%；维生素D3峰的拖尾因子应不大于2.0。

1.4.2 对照品溶液的制备：精密称取50mg维生素D3对照品，置于200mL棕色容量瓶中，加适量正己烷溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取5.0mL该溶液，置于100mL棕色容量瓶中，用正己烷稀释至刻度，摇匀。精密量取5.0mL该溶液，置于100mL棕色容量瓶中，用正己烷稀释至刻度，摇匀，即为维生素D3对照品溶液。重复上述步骤，再制备一份对照品溶液即为控制溶液。

1.4.3 供试品溶液的制备：取供试品20片，精密称定，计算平均片重，粉碎成细粉，精密称取约10.0g样品，置于200mL棕色容量瓶中，加入约80mL75%二甲亚砜溶液，密塞，摇匀，将容量瓶置45±5℃水浴中超声15min，并不时振摇容量瓶，冷却至室温，精密加入60.0mL正己烷，机械振摇90min，离心，取上清液，即得。

1.4.4 测定：分别注入等体积的对照品溶液和供试品溶液，测定，计算，即得。

1.5 结果计算

$$X = \frac{A_s \times C \times f \times 1.09}{A_{st} \times W}$$

式中：

- X—样品中维生素D<sub>3</sub>的含量，μg/g；
- A<sub>s</sub>—供试品溶液的峰面积；
- A<sub>st</sub>—对照品溶液的峰面积；
- C—对照品溶液的浓度，μg/mL；
- f—稀释倍数；
- W—供试品的重量，g；
- 1.09—转换因子。

2 钙、铜、铁、锌的测定

2.1 试剂

2.1.1 硝酸溶液：分析纯以上

2.1.2 钙、铜、铁、锌标准溶液：10000μg/mL

2.1.3 钪标准溶液：1000μg/mL

2.2 仪器

2.2.1 微波消解器

2.2.2 等离子发射光谱：各元素测定波长分别为钙（317.933nm）、铜（324.754nm）、铁（259.940nm）、锌（213.856nm）、钪（361.384nm）

2.3 对照品溶液的制备

- 2.3.1 空白溶液的制备：加5mL HNO<sub>3</sub>至200mL容量瓶中，加入0.200mL1000μg/mL钪标准溶液，纯水稀释定容，摇匀。
- 2.3.2 标准储备溶液和控制标准储备溶液的制备：移取75.0mL钙标准溶液、1.0mL铜标准溶液、4.0mL铁标准溶液、5.0mL锌标准溶液至同一500mL容量瓶中，加入150mL HNO<sub>3</sub>，纯水稀释定容，摇匀。重复以上步骤，制备控制标准储备溶液。
- 2.3.3 标准工作溶液的制备：分别移取1.0、4.0、8.0、12.0、20.0、40.0mL标准储备溶液至6个200mL容量瓶中，分别加入0.200mL 1000μg/mL钪标准溶液，纯水稀释定容，摇匀，即为标准工作溶液1、2、3、4、5、6，浓度（μg/mL）如下表所列。

| 元素 | 标准工作溶液<br>1 | 标准工作溶液<br>2 | 标准工作溶液<br>3 | 标准工作溶液<br>4 | 标准工作溶液<br>5 | 标准工作溶液<br>6 |
|----|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| 钙  | 7.50        | 30.00       | 60.00       | 90.00       | 150.00      | 300.00      |
| 铜  | 0.10        | 0.40        | 0.80        | 1.20        | 2.00        | 4.00        |
| 铁  | 0.40        | 1.60        | 3.20        | 4.80        | 8.00        | 16.00       |
| 锌  | 0.50        | 2.00        | 4.00        | 6.00        | 10.00       | 20.00       |
| 钪  | 1.0         | 1.0         | 1.0         | 1.0         | 1.0         | 1.0         |

- 3.2.3.4 控制标准工作溶液的制备：移取8.0mL控制标准储备溶液至200mL容量瓶中，加入0.200mL 1000μg/mL钪标准溶液，纯水稀释定容，摇匀。
- 3.2.4 供试品溶液的制备：精密称取20片样品，计算平均片重，粉碎成均匀粉末。精密称取相当于0.5片样品质量的粉末（约1.0g），置于微波消解罐中，加入1.0mL1000μg/mL钪标准溶液，加入12mL HNO<sub>3</sub>，样品至少放置30min，使气体散尽。进行微波消解，样品加热至190℃（20min以内升温至190℃），保持温度190℃20min（注意：消解温度和保持时间必须准确，不能增加消解时间和降低消解温度），冷却至室温，解压，挥尽气体，定量转移至50mL容量瓶中，用5mL纯水淋洗消化罐至少2次，洗涤液转移至50mL容量瓶中，纯水稀释定容，摇匀，过滤，移取2.5mL滤液至50mL容量瓶中，纯水稀释定容，摇匀，即得。
- 3.2.5 系统适应性测试：仪器稳定后，测定空白溶液和标准工作溶液，以浓度为X轴，响应值为Y轴，标准曲线r<sup>2</sup>值不小于0.99，r值不小于0.995。连续3次读数，要求钙、铜、铁、锌测定值的相对标准偏差应不大于5.0%。控制标准工作溶液连续读取3次结果，得出平均值，实际测量值应为理论浓度的90%至110%。
- 3.2.6 测定：按照仪器的要求，用空白溶液冲洗和稳定仪器，用标准工作溶液校准常量元素的分析谱线，定出优化设置，分别在等离子发射光谱上测试对照品溶液和供试品溶液，测定，计算，即得。

【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】

---