



2024027657

国产保健食品备案凭证

产品名称	贝膳力牌多种维生素矿物质片
备案人	广西弘山堂生物科技有限公司
备案人地址	南宁市高岭路88号一号车间A区
备案结论	按照《中华人民共和国食品安全法》《保健食品注册与备案管理办法》等法律、规章的规定，予以备案。
备案号	食健备G202445002927
附件	1 产品说明书；2 产品技术要求
备注	

2024年08月23日





2024027657

附件1

保健食品产品说明书

食健备G202445002927

贝膳力牌多种维生素矿物质片

【原料】碳酸钙, L-抗坏血酸, 葡萄糖酸亚铁, 柠檬酸锌, 烟酰胺, D-泛酸钙, 硝酸硫胺素, 盐酸吡哆醇, 核黄素, 醋酸视黄酯, 叶酸, 维生素D₃, 氰钴胺

【辅料】白砂糖, 食用玉米淀粉, 麦芽糊精, 羧甲基淀粉钠, 硬脂酸镁, 羟丙基甲基纤维素, 蔗糖, 辛烯基琥珀酸淀粉钠, 阿拉伯胶, 磷酸三钙, 玉米油, dl- α -生育酚, 碳酸钙, 包衣预混剂(羟丙基甲基纤维素, 聚乙二醇, 日落黄铝色淀, 滑石粉, 二氧化钛)

【功效成分及含量】每片含: 钙 200mg、铁 8.1mg、锌 4mg、维生素A 220 μ g、维生素D₃ 4 μ g、维生素B₁ 0.7mg、维生素B₂ 0.7mg、维生素B₆ 0.7mg、维生素B₁₂ 1.4 μ g、烟酰胺 5.5mg、叶酸 160 μ g、维生素C 90mg、泛酸 3.5mg

【适宜人群】需要补充多种维生素矿物质的成人、孕妇、乳母

【不适宜人群】17岁以下人群

【保健功能】补充多种维生素矿物质

【食用量及食用方法】成人: 每日2次, 每次1片, 孕妇: 每日2次, 每次1片, 乳母: 每日2次, 每次1片, 食用方法: 口服, 温开水送服。

【规格】1 g/片

【贮藏方法】密封, 阴凉干燥处保存。

【保质期】24个月

【注意事项】本品不能代替药物。适宜人群外的人群不推荐食用本产品。不宜超过推荐量或与同类营养素同时食用。

本品不能代替药物。适宜人群外的人群不推荐食用本产品。不宜超过推荐量或与同类营养素同时食用。





2024027657

附件2

保健食品产品技术要求

食健备G202445002927

贝膳力牌多种维生素矿物质片

【原料】碳酸钙, L-抗坏血酸, 葡萄糖酸亚铁, 柠檬酸锌, 烟酰胺, D-泛酸钙, 硝酸硫胺素, 盐酸吡哆醇, 核黄素, 醋酸视黄酯, 叶酸, 维生素D₃, 氰钴胺

【辅料】白砂糖, 食用玉米淀粉, 麦芽糊精, 羧甲基淀粉钠, 硬脂酸镁, 羟丙基甲基纤维素, 蔗糖, 辛烯基琥珀酸淀粉钠, 阿拉伯胶, 磷酸三钙, 玉米油, dl- α -生育酚, 碳酸钙, 包衣预混剂(羟丙基甲基纤维素, 聚乙二醇, 日落黄铝色淀, 滑石粉, 二氧化钛)

【生产工艺】本品经粉碎、过筛、混合(混合时间10min)、制粒(24目筛)、干燥(干燥温度 $70\pm 5^{\circ}\text{C}$, 水分 $\leq 5\%$)、压片(片重差异 $\pm 5\%$)、包衣(控制增重约2%)、包装等主要工艺加工制成。

【直接接触产品包装材料的种类、名称及标准】

药用铝箔: 应符合《药用铝箔》(YBB00152002-2015)规定的质量要求;

聚氯乙烯固体药用硬片: 应符合《聚氯乙烯固体药用硬片》(YBB00212005-2015)规定的质量要求;

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》(YBB00122002-2015)规定的质量要求;

固体药用纸袋装硅胶干燥剂: 应符合《固体药用纸袋装硅胶干燥剂》(YBB00122005-2015)中规定的质量要求;

【感官要求】应符合表1的规定。

表 1 感官要求

项 目	指 标
色 泽	外观呈浅橙色至橙色, 片芯浅灰黄色至黄色, 可存在散在斑点。
滋味、气味	具本品特有的气味和滋味, 无异味。
状 态	片剂, 无正常视力可见外来异物。

【鉴别】





2024027657

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
铅（以 Pb计），mg/kg	≤ 2.0	GB 5009.12
总砷（以 As计），mg/kg	≤ 1.0	GB 5009.11
总汞（以 Hg计），mg/kg	≤ 0.3	GB 5009.17
灰分，%	≤ 70	GB 5009.4
崩解时限，min	≤ 60	《中华人民共和国药典》
日落黄，g/kg	≤ 0.1	GB 5009.35
水分，%	≤ 9.0	GB 5009.3

1 铅的测定

1.1 仪器

1.1.1 原子吸收分光光度计

1.1.2 电子天平

1.1.3 微波消解仪

1.2 试剂

1.2.1 硝酸

1.2.2 铅标准溶液

1.2.3 标准品来源纯度：99.99%

1.3 标准品溶液制备：

精密吸取标准铅溶液 0.1 mL（1000 μ g/mL），加硝酸溶液（5+95）稀释并定容至100mL，得浓度为1.0 μ g/mL 的铅标准储备液。分别吸取1.0 μ g/mL溶液0.0mL，0.1mL，0.5mL，1.0mL，1.5mL，2.0mL置 10 mL容量瓶中，用硝酸溶液（5+95）稀释定容至刻度，摇匀，即得浓度为0、1.0 ng/mL、5.0 ng/mL、10.0 ng/mL、15.0 ng/mL、20.0ng/mL的铅标准使用液。

1.4 样品溶液制备：

称取试样0.2g ~ 0.5g（精确至0.001g）于微波消解罐中，加入8mL硝酸，盖上内盖，旋紧外套，置微波消解仪中。消解完全，冷却后取出消解罐，在电热板上于140℃~160℃赶酸至1mL左右。消解罐放冷后，将消化液转移至 25 mL容量瓶中，用少量水洗涤消解罐2次~3次，合并洗涤液于容量瓶中并用水定容至刻度，混匀备用。同时做试剂空白试验。

1.5 测定：

按照原子吸收分光光度法，采用石墨炉原子化器，进样量10 μ L，在283.3nm波长处依次测定标准使用液、供试品溶液、空白溶液的吸光值，按照标准曲线法求得供试品中铅含量。

1.6 结果计算

$$(C_1 - C_0) \times V$$





2024027657

$$X = \frac{m \times 1000}{m \times 1000}$$

式中：X——试样中铅含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C_1 ——测定样液中铅含量，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

C_0 ——空白液中铅含量，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

V——试样消化液定容总体积，单位为毫升（mL）；

m——试样质量，单位为克（g）。

2 总砷（As）的测定

2.1 仪器

2.1.1 原子荧光分光光度计

2.1.2 电子天平

2.1.3 微波消解仪

2.2 试剂

2.2.1 硝酸

2.2.2 硫脲

2.2.3 盐酸

2.2.4 氢氧化钾

2.2.5 硼氢化钾

2.2.6 砷标准溶液

2.3 操作方法

砷标准曲线的绘制：精密吸取砷标准溶液（1000 $\mu\text{g/mL}$ ）0.1mL于100 mL容量瓶中，用2%硝酸溶液稀释并定容至刻度，得浓度为1 $\mu\text{g/mL}$ 的砷标准储备液。分别吸取上述砷标准使用液0, 0.1mL, 0.2, mL, 0.4 mL, 0.8 mL, 1.00mL，分别加入硫脲1g，盐酸5mL，补加水定容至100mL，各自相当于浓度为0、1.00、2.00、4.00、8.00、10.00ng/mL的砷标准系列溶液，绘制标准曲线，求回归方程。

还原剂的配制：称取2.5g氢氧化钾，加水溶解完全后，再加入10g硼氢化钾，溶解并定容至500mL，即为还原剂，可按比例配制不同体积的还原剂，该溶液需现配现用。

供试品溶液的制备：称取试样0.2g~0.5g（精确至0.001g）于微波消解罐中，加入8mL硝酸，置微波消解仪中。消解完全，在电热板上于80℃赶酸至1mL左右。消解罐放冷后，将消化液转移至25mL容量瓶中，加硫脲0.25g，盐酸1.25mL，用水定容至刻度，混匀备用。同时做试剂空白试验。

测定法：标准溶液、空白溶液、样品溶液进样量均为1.5 mL，分别和载流（即盐酸溶液（5+95））、还原剂导入原子荧光分光光度计，读取荧光值，在标准曲线上读取样品溶液中砷的浓度，计算砷含量。





2024027657

2.4

计算公式:

$$X = \frac{(C_1 - C_0) \times V}{m \times 1000}$$

式中: X ——试样中砷含量,单位为毫克每千克(mg/kg); C_1 ——测定样液中砷含量,单位为纳克每毫升(ng/mL); C_0 ——空白液中砷含量,单位为纳克每毫升(ng/mL); V ——试样消化液总体积,单位为毫升(mL); m ——试样质量,单位为克(g)。3 汞 (Hg) 的测定

3.1 仪器

3.1.1 原子荧光分光光度计

3.1.2 电子天平

3.1.3 微波消解仪

3.2 试剂

3.2.1 硝酸

3.2.2 硫脲

3.2.3 盐酸

3.2.4 氢氧化钾

3.2.5 硼氢化钾

3.2.6 汞标准溶液

3.3 操作方法

汞 标准曲线的绘制:精密吸取 汞 标准溶液($100\mu\text{g/mL}$) 0.1mL于100mL容量瓶中,用 盐酸溶液(5 +9 5)稀释并定容至刻度,得浓度为0.1 $\mu\text{g/mL}$ 的 汞 标准储备液。分别吸取上述 汞 标准使用液0, 0.1 mL, 0.2 mL, 0.4 mL, 0.8 mL, 1.00mL, 用 盐酸溶液(5 +9 5)定容至 10.0mL,各自相当于浓度为0、 0.1 0、 0.2 0、 0.4 0、 0.8 0、1.00ng/mL的 汞 标准系列溶液,绘制标准曲线,求回归方程。

还原剂的配制:称取 2.5 g氢氧化钾,加水溶解完全后,再加入 10 g硼氢化钾,溶解并定容至500mL,即为还原剂,可按比例配制不同体积的还原剂,该溶液需现配现用。





2024027657

供试品溶液的制备：精密称取样品0.2 ~0.5 g，置消化罐内，加 8 mL优级纯硝酸，在电热板上先预反应15分钟后，塞子密塞后置微波消解仪中使消化完全（至样品透明澄清为止），取出，置电热板上赶酸至消解液明显减少且不冒黄烟，绝对不能蒸干，取下冷却。加水定容至 25 mL，摇匀，此作为样品溶液，同法操作空白溶液。

测定：标准溶液、空白溶液、样品溶液进样量均为1.5 mL，分别和载流（即盐酸溶液（5+95））、还原剂导入原子荧光分光光度计，读取荧光值，在标准曲线上读取样品溶液中汞 的浓度，计算汞含量。

3.4 结果计算：

$$X = \frac{(C_1 - C_0) \times V}{m \times 1000}$$

式中： X——试样中 汞 含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C_1 ——测定样液中 汞 含量，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

C_0 ——空白液中 汞 含量，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

V——试样消化液总体积，单位为毫升（mL）；

m——试样质量，单位为克（g）。

4 灰分

4.1 仪器

4.1.1 箱式电阻炉

4.1.2 电子天平

4.1.3 瓷坩埚

4.1.4 电热板

4.1.5 干燥器

4.2 操作方法

取大小适宜的瓷坩埚置 箱式电阻炉 中，在 $550 \pm 25^\circ\text{C}$ 下灼烧0.5小时，冷至 200°C 以下后取出，放入干燥器中冷至室温，精密称定，并重复灼烧至前后2次称重量差异不超过0.5mg，若重量变大以前次称重量为准。加入2 ~ 3g样品，精密称定，置于恒重的坩埚中，将盛有样品的坩埚，先以小火加热使样品充分炭化至无烟，然后置 箱式电阻炉 中，在 $550 \pm 25^\circ\text{C}$ 灼烧4h，使完全灰





2024027657

化，冷至200℃以下后取出放入干燥器中冷却至室温，在称量之前如有炭粒，样品未灰化完全可向试样中加入少许水润湿，使结块松散，蒸出水分再次灼烧直至无炭粒即灰化完全。重复灼烧至前后两次称量相差不超过0.5mg为恒重。

4 .3 计算公式：

$$X = \frac{(G_3 - G_1) \times 100\%}{G_2}$$

式中：G₃ —— 灰化后坩埚与样品总质量，g；
G₁ —— 恒重坩埚质量，g；
G₂ —— 样品质量，g。

5 水分

5.1 仪器

5.1.1 电子天平

5.1.2 电热恒温鼓风干燥箱

5.1.3 称量瓶

5.2 操作方法

取洁净玻璃制的扁形称量瓶，置于105℃干燥箱中，瓶盖斜支于瓶边，加热1.0小时，取出盖好，置干燥器内冷却0.5小时，称量，并重复干燥至恒重。将混合均匀的试样迅速磨细至颗粒小于2mm，称取2g试样，精密称定，放入此称量瓶中，试样厚度不超过5mm，加盖，精密称量后，置105℃干燥箱中，瓶盖斜支于瓶边，干燥2h～4h后，盖好取出，放入干燥器内冷却0.5h后称量。然后再放入105℃干燥箱中干燥1h左右，取出，放入干燥器内冷却0.5h后再称量。并重复以上操作至前后两次质量差不超过2mg，即为恒重。

5 .3 计算公式：

$$X = \frac{(G_3 + G_1 + G_2) \times 100\%}{G_2}$$

式中：X —— 水分，%；
G₁ —— 已恒重称量瓶重，g；
G₂ —— 样品称重，g；
G₃ —— 恒重后称量瓶与样品总重，g。

6 日落黄的测定





2024027657

6.1 仪器

6.1.1 高效液相色谱仪:带二极管阵列检测器。

6.1.2 电子天平。

6.1.3 pH 计。

6.1.4 电动搅拌器。

6.1.5 涡旋混合器。

6.1.6 超声波发生器或恒温摇床。

6.1.7 高速离心机。

6.1.8 固相萃取装置。

6.1.9 氮气浓缩装置。

6.1.10 WAX混合型弱阴离子交换反相吸附或等效固相取柱,150mg/6ml。

6.1.11 针筒过滤器, PVDF(聚偏氟乙烯)或 PTFE(聚四氟乙烯)滤膜,孔径为 0.45 μm 。

6.2 试剂

6.2.1 甲醇(CH_3OH):色谱纯,

6.2.2 甲醇(CH_3OH)

6.2.3 石油醚:沸程 30 $^{\circ}\text{C}$ ~60 $^{\circ}\text{C}$

6.2.4 无水乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)。

6.2.5 氨水($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$):含量 20%~25%。

6.2.6 乙酸铵($\text{CH}_3\text{COONH}_4$):色谱纯。

6.2.7 甲酸(CH_2O_2):含量 98%。

6.2.8 靛蓝标准品和日落黄标准品。

6.3 操作方法

标准溶液配制: 标准储备液(1.0mg/mL):准确称取按其纯度折算为100%质量的日落黄100 mg(精确至 0.1 mg),加水溶解并分别100mL容量瓶中,定容至刻度,摇匀,得到浓度为1.0mg/mL的标准储备液。标准储备液可于4 $^{\circ}\text{C}$ 下避光保存6个月,靛蓝标准溶液临用现配。

混合标准中间液(50.0 μg /mL):吸取上述标准储备液和靛蓝标准溶液(1.0mg/mL)各5.00mL于100mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,得到混合标准中间液(各合成着色剂浓度均为50.0 μg /mL),临用现配。

标准系列工作液; 吸取混合标准中间液 (50.0 μg /mL) : 0.2 mL、0.5mL、1.0 mL、2.0mL、5.0 mL 和10.0mL于50mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,得到标准系列工作液。





2024027657

供试样品的制备：试样 经过研磨粉碎后准确称取试样2g(精确至0.001g),置于50mL 具塞离心管中,先加入适量水(2 mL~5 mL),50℃水浴加热混匀样品,加入25 mL 乙醇氨水溶液,涡旋1 min,50℃超声或振摇(速率 ≥ 250 r/min)提取20min,8000r/min离心5min,取上清液置于50mL容量瓶中,每次加入约5mL~10mL乙醇氨水溶液(3.2.1)重复提取操作至上清液无明显颜色,离心后合并上清液,用乙醇氨水溶液定容至50mL,即得提取液。准确吸取提取液10mL,50℃氮气浓缩至3mL左右,分2次~3次共加入10mL5%甲醇水溶液溶解,作为待净化液。然后进行活化：依次用6mL甲醇(3.1.2)和6mL水活化固相萃取柱(4.10),保持柱体湿润。活化后立即将5.1.2中的待净化液以2s~3s1滴的流速加载到固相萃取柱上。依次用6mL2%甲酸水溶液和6mL甲醇(3.1.2)淋洗固相萃取柱,弃去淋洗液,真空抽2 min至柱体近干。用6mL2%氨化甲醇溶液洗脱,分两次加入,每次3mL,流速低于2s~3s1滴,收集洗脱液,于50℃氮气浓缩至近干,准确加入2mL pH 为9.0 的乙酸铵缓冲溶液溶解,溶液用针筒过滤器,孔径0.45 μ m 的滤膜过滤,弃去2滴~5滴初滤液,取续滤液作为待测液。

6.4 仪器参考条件

6.4.1 色谱柱:C18柱,4.6mm $\times$ 250mm,5 μ m,或同等性能色谱柱。

6.4.2 进样量:10 μ L。

6.4.3 柱温:30℃。

6.4.4 二极管阵列检测器波长范围:400nm~800nm,检测波长:520nm

6.4.5 流动相A为 20 mmol/L乙酸铵溶液,流动相B为甲醇。

6.5 计算公式

$$X = \frac{C \times V_1 \times V_2}{V_3 \times m \times 1000}$$

式中:

X —试样中 日落黄 的含量,单位为克每千克(g/kg)

C — 由标准曲线计算得到的待测液中合成着色剂浓度,单位为微克每毫升(μ g/mL);

V_1 —样品经净化洗脱后的最终定容体积,单位为毫升(mL);

V_2 —样品提取液体积,单位为毫升(mL);

V_3 —用于净化分取的样品提取液体积,单位为毫升(mL);

m —试样的取样量,单位为克(g);

1000 ——换算系数。

7 崩解时限的测定

7.1 仪器

7.1.1 升降式崩解仪,主要结构为一能升降的金属支架与下端镶有筛网的吊篮,并附有挡板。升降的金属支架上下移动距离为55mm $\pm$ 2mm,往返频率为每分钟30~32次

7.1.2 吊篮玻璃管6根,管长77.5mm $\pm$ 2.5mm,内径21.5mm,壁厚2mm;透明塑料板2块,直径90mm,厚6mm,板面有6个孔,孔径26mm;不锈钢板1块(放在上面一块塑料板上),直径90mm,厚1mm,板面有6个孔,孔径22mm;不锈钢筛网1张(放在下面一块塑料板下),直径90mm,筛孔内径2.0mm;以及不锈钢轴1根(固定在上面一块塑料板与不锈钢板





2024027657

上),长 80mm。将上述玻璃管6根垂直置于 2块塑料板的孔中,并用3只螺丝将不锈钢板、塑料板和不锈钢丝筛网固定,

7.1.3 挡板为一平整光滑的透明塑料块,相对密度1.18 ~ 1.20,直径 20.7mm ± 0.15 mm,厚 9.5mm ± 0.15mm;挡板共有5个孔,孔径 2mm,中央 1个孔,其余 4个孔距中心 6mm,各孔间距相等;挡板侧边有4个等距离的V形槽,V形槽上端宽9.5mm,深2.55mm,底部开口处的宽与深度均为 1.6mm。

7.2 操作方法

吊篮通过上端的不锈钢轴悬挂于支架上,浸入1000mL 烧杯中,并调节吊篮位置使其下降至低点时筛网距烧杯底部25mm,烧杯内盛有温度为37°C ±1°C的水,调节水位高度使吊篮上升至高点时筛网在水面下15mm处,吊篮顶部不可浸没于溶液中。除另有规定外,取供试品 6片,分别置上述吊篮的玻璃管中,启动崩解仪进行检查,各片均应在15分钟内全部崩解。如有1片不能完全崩解,应另取6片复试,均应符合规定。

【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	≤30000	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

【功效成分或标志性成分指标】应符合表4的规定。

表4 功效成分或标志性成分指标

项 目	指 标	检测方法
每片含 钙 (以Ca计)	150-250mg	GB 5009. 92
每片含 铁 (以Fe计)	6. 1-10mg	GB 5009. 90
每片含 锌 (以Zn计)	3-5mg	GB 5009. 14
每片含 维生素A (以视黄醇计)	176-396μg	企业自检方法
每片含 维生素D ₃ (以胆钙化醇计)	3. 2-7. 2μg	GB 5009. 82





2024027657

每片含 维生素B ₁ （以硫胺素计）	0.56-1.25mg	GB 5009.84
每片含 维生素B ₂ （以核黄素计）	0.56-1.25mg	GB 5009.85
每片含 维生素B ₆ （以吡哆醇计）	0.56-1.25mg	GB 5009.154
每片含 维生素B ₁₂ （以钴胺素计）	1.12-2.5μg	GB 5009.217
每片含 叶酸（以叶酸计）	128-250μg	企业自检方法
每片含 维生素C（以L-抗坏血酸计）	72-125mg	GB 5009.86
每片含 泛酸（以泛酸计）	2.8-5mg	GB/T 22246
每片含 烟酰胺（以烟酰胺计）	4.4-7.5mg	GB 5009.89

1 钙的测定

1.1 仪器：电子天平、原子吸收分光光度计

1.2试剂：钙标准溶液

1.3 操作方法

1.3.1 标准曲线的制备：精密吸取标准钙溶液适量，准确加入20g/L氧化镧溶液2.5mL，用硝酸溶液（5+95）定容至50mL。使得到浓度为0、0.5ug/mL、1.0ug/mL、2.0ug/mL、4.0ug/mL、6.0ug/mL的钙标准使用液。

1.3.2 供试品溶液的制备：称取试样0.2g~0.5g(精确至0.001g)于微波消解罐中，加入8mL硝酸，置微波消解仪中。消解完全，冷却后取出消解罐，在电热板上于140℃~160℃赶酸至1mL左右。消解罐放冷后，将消化液转移至25mL容量瓶中，用少量水洗涤消解罐2次~3次，合并洗涤液于容量瓶中并用水定容至刻度。根据实际测定需要稀释，并在稀释液中加入一定体积镧溶液(20g/L)使其在最终稀释液中的浓度为1g/L，混匀备用，此为试样待测液。同时做试剂空白试验。

1.3.3 测定：将钙标准系列溶液按质量浓度由低到高的顺序分别导入火焰原子化器，原子化后测其吸光度值，以质量浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，制作标准曲线。同法将空白溶液和试样溶液分别导入火焰原子化器，原子化后测其吸光度值，与标准系列比较定量。

1.4 计算公式：

$$(C_1 - C_0) \times V$$

$$X = \frac{\text{-----}}{M \times 1000}$$

式中：

X-供试品钙的含量mg/g

m-供试品的称样量g

C1-供试品溶液的浓度ug/mL

C0-供试品溶液的校正浓度ug/mL

V-试样消化液定容总体积mL

1000-换算系数

2 铁的测定

2.1仪器：电子天平、原子吸收分光光度计

2.2试剂：铁标准溶液





2024027657

2.3 操作方法

2.3.1 标准曲线制备：精密吸取铁标准储备液适量，用水稀释定容，使得到浓度为0、0.5ug/mL、1.0ug/mL、2.0 ug/mL、3.0ug/mL、4.0ug/mL的铁标准使用液。

2.3.2 供试品溶液的制备：称取试样0.2g~0.5g(精确至0.001g)于微波消解罐中，加入8mL硝酸，盖上内盖，旋紧外套，置微波消解仪中。消解完全，冷却后取出消解罐，在电热板上于140℃~160℃赶酸至1mL左右。消解罐放冷后，将消化液转移至25mL容量瓶中，用少量水洗涤消解罐2次~3次，合并洗涤液于容量瓶中并用水定容至刻度。根据实际测定需要稀释至一定倍数。混匀备用。同时做试剂空白试验。

2.3.3 测定：将铁标准系列溶液按质量浓度由低到高的顺序分别导入火焰原子化器，原子化后测其吸光度值，以质量浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，制作标准曲线。同法将空白溶液和试样溶液分别导入火焰原子化器，原子化后测其吸光度值，与标准系列比较定量。

2.4 计算公式

$$X = \frac{(C_1 - C_0) \times V}{M \times 1000}$$

式中：X-供试品铁的含量mg/g

m-供试品的称样量g

C₁-供试品溶液的浓度ug/mL

C₀-供试品溶液的校正浓度ug/mL

V-试样消化液定容总体积mL

1000-换算系数

3 锌的测定

3.1 仪器：电子天平、原子吸收分光光度计

3.2 试剂：锌标准溶液

3.3 操作方法

3.3.1 标准曲线制备：精密吸取锌标准储备液适量，用水稀释定容，使得到浓度为0、0.05ug/mL、0.1ug/mL、0.2 ug/mL、0.3ug/mL、0.4ug/mL的锌标准使用液。

3.3.2 供试品溶液的制备：称取试样0.2g~0.5g(精确至0.001g)于微波消解罐中，加入8mL硝酸，盖上内盖，旋紧外套，置微波消解仪中。消解完全，冷却后取出消解罐，在电热板上于140℃~160℃赶酸至1mL左右。消解罐放冷后，将消化液转移至25mL容量瓶中，用少量水洗涤消解罐2次~3次，合并洗涤液于容量瓶中并用水定容至刻度。根据实际测定需要稀释至一定倍数。混匀备用。同时做试剂空白试验。

3.3.3 测定：将锌标准系列溶液按质量浓度由低到高的顺序分别导入火焰原子化器，原子化后测其吸光度值，以质量浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，制作标准曲线。同法将空白溶液和试样溶液分别导入火焰原子化器，原子化后测其吸光度值，与标准系列比较定量。

3.4 计算公式

$$X = \frac{(C_1 - C_0) \times V}{M \times 1000}$$

式中：X-供试品锌的含量mg/g

m-供试品的称样量g

C₁-供试品溶液的浓度ug/mL

C₀-供试品溶液的校正浓度ug/mL

V-试样消化液定容总体积mL

1000-换算系数

4 维生素 A 的测定

4.1 仪器：电子天平、高效液相色谱仪、超声波清洗仪、离心机

4.2 试剂 维生素A醋酸酯标准溶液、甲醇(色谱纯)、氨水(AR)、无水乙醇(AR)

4.3 色谱条件：





2024027657

色谱柱: C8柱 (250*4.6mm, 5 μ m);
柱温: 30℃; 进样体积: 20 μ L; 检测波长: 325nm
流速: 1.00 mL/min; 流动相: 甲醇-水 (95:5)

4.4 操作方法

4.4.1 对照溶液的制备:

(1) 维生素A醋酸酯标准储备液: 精密称取维生素A醋酸酯标准品15mg置50mL棕色容量瓶中, 加入2,6-二叔丁基对甲酚(BHT) 0.05g, 以无水乙醇振荡使溶解, 定容, 摇匀。将溶液转至棕色试剂瓶中, 密封后放入冰箱冷冻室(-20℃)保存。有效期一个月。

(2) 维生素A醋酸酯标准液: 吸取维生素A醋酸酯标准储备液1.0mL置50mL棕色容量瓶中, 用无水乙醇稀释, 定容, 摇匀即得。临用前配制。(标准储备液稀释前需避光恢复至室温后再进行后续操作, 标准储备液使用完应立即放入冰箱冷冻室保存)。

4.4.2 供试品溶液制备: 取供试品20片, 研细, 混匀, 取细粉0.5g, 精密称定, 置50mL棕色容量瓶中, 加入2,6-二叔丁基对甲酚(BHT) 0.05g。加0.02%氨水5mL湿润并轻摇匀, 超声5分钟, 加入90mL无水乙醇超声30分钟, 取出冷却, 放至室温, 用无水乙醇定容, 摇匀, 即得。

4.4.3 测定: 精密吸取标准供试溶液与供试品供试液进样20 μ L, 外标法定量。

4.5 计算方法

$$X = \frac{A_{\text{样}} \times C_{\text{标}}}{M \times A_{\text{标}} \times V}$$

式中:

X 一样品中维生素A醋酸酯的含量, μ g/g;
A_样 一供试品溶液中维生素A醋酸酯的峰面积;
A_标 一标准溶液中维生素A醋酸酯的峰面积;
C_标 一标准溶液中维生素A醋酸酯的浓度, μ g/mL;
M 一样品取样量, g;
V 一供试液稀释的体积。

维生素A醋酸酯 $\times$ 286.45

维生素A (以视黄醇计, μ g/g) =

328.49

286.45 一视黄醇分子量;

337.3 一维生素A醋酸酯分子量。

5 维生素 D

5.1仪器: 电子天平、高效液相色谱仪

5.2试剂: 维生素D标准溶液

5.3操作方法

5.3.1 标准溶液配制:

(1) 维生素D3标准储备溶液(1000 μ g/L): 准确称取10 μ g(精确至0.1 μ g)维生素D3标准品于小烧杯中, 用无水乙醇溶解并转移至10mL容量瓶中, 定容至刻度, 混匀。

(2) 维生素D3标准使用液(10.0 μ g/L): 准确吸取维生素D3标准储备液(1000 μ g/L)1.00 mL于10 mL容量瓶中, 用无水乙醇稀释至刻度, 混匀。

(3) 吸取维生素D3标准使用液(10.0 μ g/L)0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL和10.00 mL于100 mL棕色容量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 混匀。此标准系列工作溶液质量浓度分别为50 μ g/L、100 μ g/L、200 μ g/L、400 μ g/L、600 μ g/L、1000 μ g/L。临用前配制。

5.3.2 样品溶液制备:

(1) 称取1g-3g(准确至0.01g)试样于150mL平底烧瓶中, 加入20mL-30mL温水, 再加入1.0g抗坏血酸和0.1gBHT, 混匀。加入30mL无水乙醇, 加入10mL-20mL氢氧化钾溶液, 边加边振摇, 混匀后于恒温磁力搅拌器上80℃回流皂化30min, 皂化后立即用冷水冷却至室温。

(2) 将皂化液用30mL水转入250mL的分液漏斗中, 加入50mL石油醚, 振荡萃取5min, 将下层溶液转移至另一250mL的分液漏斗中, 加入50mL的石油醚再次萃取, 合并醚层。用约150mL 水洗醚层, 约需重复3次, 直至将醚层洗至中性(可用pH 试纸检测下层溶液pH 值), 去除下层水相。将洗涤后的醚层经





2024027657

无水硫酸钠(约3g)滤入250mL旋转蒸发瓶或氮气浓缩管中,用约15mL石油醚冲洗分液漏斗及无水硫酸钠2次,并入蒸发瓶内,并将其接在旋转蒸发器或气体浓缩仪上,于40℃水浴中减压蒸馏或气流浓缩,待瓶中醚剩下约2mL时,取下蒸发瓶,氮吹至干,用正己烷定容至1mL,0.22 μm有机系滤膜过滤供半制备正相高效液相色谱系统半制备,净化待测液。

(3) 待测液的净化:

收集条件: 色谱柱: 硅胶柱

流动相: 环己烷: 正己烷: 异丙醇=125: 125: 2。

流速: 1.0 mL/min。检测波长: 264nm。柱温: 35℃。进样量: 100ul。

收集样品: 取约2mL维生素D₃标准储备液于10mL具塞试管中,在40℃±2℃的氮吹仪上吹干,残渣用2mL正己烷振荡溶解,取100μL该溶液注入液相色谱仪中,确定维生素D₃保留时间,然后取100μL待测液注入液相色谱仪中,根据维生素D₃保留时间收集维生素D₃馏分于5mL试管中,将试管在40℃±2℃的氮吹仪上吹干,取出准确加入1.0mL甲醇,残渣振荡溶解,即为测定液。

(4) 维生素D₃测定液的测定:

测定条件: 色谱柱: C₁₈柱,

流动相: 甲醇+水=95+5

流速: 1.0mL/min。波长: 264nm。柱温: 35℃。进样量: 50ul。

5.3.3 测定

(1) 标准曲线的制作

将标准系列工作液分别注入高效液相色谱仪中,测定相应的峰面积,以标准工作液的浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。

(2) 试样溶液的测定

将试样溶液注入高效液相色谱仪中,得到相应的峰面积,根据标准曲线得到待测液中维生素D₃的浓度。

5.4 计算公式:

$$X = \frac{C \times V \times f}{M \times 1000}$$

式中: X ——样品中维生素D₃的含量, ug/g;

c —— 从标准曲线查得的浓度, μg/L;

V——样品定容体积, mL;

f 样品稀释系数;

m——样品质量, g

6 维生素 B1 的测定

6.1 仪器: 电子天平、高效液相色谱仪

6.2 试剂: 维生素B1标准溶液

6.3 色谱条件: 色谱柱: C18柱; 流动相: 0.05mol/L乙酸钠溶液-甲醇(65+35);

流速: 0.8 mL/min; 检测波长: 激发波长375nm, 发射波长435nm; 进样体积: 10 μL

6.4 操作方法

6.4.1 标准溶液配制:

(1) 维生素B1 标准储备液(500 μg/mL): 准确称取经五氧化二磷或者氯化钙干燥24h的盐酸硫胺素标准品56.1mg(精确至0.1mg), 相当于50mg硫胺素、用0.01mol/L盐酸溶液溶解并定容至100mL, 摇匀。

(2) 维生素B1 标准中间液(10.0 μg/mL): 准确移取2.00 mL 标准储备液, 用水稀释并定容至100 mL, 摇匀。临用前配制。

(3) 维生素B1 标准系列工作液: 吸取维生素B1 标准中间液0 μL、50.0 μL、100 μL、200 μL、400 μL、800 μL、1000 μL, 用水定容至10mL, 标准系列工作液中维生素B1 的浓度分别为0 μg/mL, 0.0500 μg/mL, 0.100 μg/mL, 0.200 μg/mL, 0.400 μg/mL, 0.800 μg/mL, 1.00 μg/mL。

6.4.2 样品溶液制备:

(1) 称取0.5g(精确至0.01g)试样于100mL锥形瓶中(带有软质塞子), 加60mL0.1mol/L盐酸溶液, 充分摇匀, 塞上软质塞子, 高压灭菌锅中121℃保持30min。水解结束待冷却至40℃以下取出, 轻摇数次; 用pH 计指示, 用2.0mol/L乙酸钠溶液调节pH 至4.0左右, 加入2.0mL混合酶溶液, 摇匀后, 置于培养箱





2024027657

中37℃过夜;将酶解液全部转移至100mL容量瓶中,用水定容至刻度,摇匀,再精密吸取1.0mL至25mL容量瓶中,用水定容至刻度,摇匀,离心或者过滤,取上清液备用。

(2) 试液衍生化:准确移取上述上清液或者滤液2.0mL于10mL试管中,加入1.0mL碱性铁氰化钾溶液,涡旋混匀后,准确加入2.0mL正丁醇,再次涡旋混匀1.5min后静置约10min或者离心,待充分分层后,吸取正丁醇相(上层)经0.45μm有机微孔滤膜过滤,取滤液于2mL棕色进样瓶中,供分析用。另取2.0mL标准工作液,与试液同步进行衍生化。

6.5 测定:

6.5.1 标准曲线的制作

将标准系列工作液分别注入高效液相色谱仪中,测定相应的峰面积,以标准工作液的浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。

6.5.2 试样溶液的测定

将试样溶液注入高效液相色谱仪中,得到相应的峰面积,根据标准曲线得到待测液中维生素B1的浓度。

6.6 计算公式:

$$X = \frac{C \times V \times f}{M \times 1000}$$

式中: X——样品中维生素B1的含量, mg/g;

c——从标准曲线查得的浓度, μg/mL;

V——样品定容体积, mL;

f——样品稀释系数;

m——样品质量, g

7 维生素 B2的测定

7.1 仪器: 电子天平、高效液相色谱仪

7.2 试剂: 维生素B2标准溶液

7.3 色谱条件: 色谱柱: C18柱; 流动相: 0.05mol/L乙酸钠溶液-甲醇(65+35);
流速: 1.0 mL/min; 检测波长: 激发波长462nm, 发射波长522nm; 进样体积: 10 μL

7.4 操作方法

7.4.1 标准溶液配制:

(1) 维生素B2标准储备液(100 μg/mL): 将维生素B2标准品置于真空干燥器或装有五氧化二磷的干燥器中干燥处理24h后, 准确称取10mg(精确至0.1mg)维生素B2标准品, 加入2mL盐酸溶液(1+1)超声溶解后, 立即用水转移并定容至100mL。混匀后转移入棕色玻璃容器中。

(2) 维生素B2标准中间液(2.00 μg/mL): 准确吸取2.00mL维生素B2标准储备液, 用水稀释并定容至100mL。临用前配制。

(3) 维生素B2标准系列工作液: 分别吸取维生素B2标准中间液0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50mL、5.00mL, 用水定容至10mL, 该标准系列浓度分别为0.05 μg/mL、0.10 μg/mL、0.20 μg/mL、0.50 μg/mL、1.00 μg/mL。临用前配制。

7.4.2 样品溶液制备:

称取0.3~0.5g(精确至0.01g)均质后的试样于100mL具塞锥形瓶中, 加入60mL的0.1mol/L盐酸溶液, 充分摇匀, 塞好瓶塞。将锥形瓶放入高压灭菌锅内, 在121℃下保持30min, 冷却至室温后取出。用1mol/L氢氧化钠溶液调pH至6.0~6.5, 加入2mL混合酶溶液, 摇匀后, 置于37℃培养箱或恒温水浴锅中过夜酶解。将酶解液转移至100mL容量瓶中, 加水定容至刻度。根据实际测定需要稀释至一定倍数。用滤纸过滤或离心, 取滤液或上清液, 过0.45 μm水相滤膜作为待测液。

7.5 测定:

7.5.1 标准曲线的制作

将标准系列工作液分别注入高效液相色谱仪中, 测定相应的峰面积, 以标准工作液的浓度为横坐标, 以峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线。

7.5.2 试样溶液的测定

将试样溶液注入高效液相色谱仪中, 得到相应的峰面积, 根据标准曲线得到待测液中维生素B2的浓度。

7.6 计算公式

$$X = \frac{C \times V \times f}{m}$$





2024027657

$$X = \frac{c \times V \times f}{m} \times 1000$$

式中：

X——样品中维生素B2的含量，mg/g；

c——从标准曲线查得的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

V——样品定容体积，mL；

f——样品稀释系数；

m——样品质量，g

8 维生素 B6的测定

8.1 仪器：电子天平、高效液相色谱仪

8.2 试剂：维生素B6标准溶液

8.3 色谱条件：色谱柱：C18柱；流动相：甲醇50mL、辛烷磺酸钠2.0g、三乙胺2.5mL，用水溶解并定容到1000mL后，用冰乙酸调pH至 3.0 ± 0.1 ，过 $0.45 \mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤；

柱温：30℃；流速：1.0 mL/min；检测波长：激发波长293nm，发射波长395nm；进样体积：10 μL

8.4 操作方法：

8.4.1 标准溶液配制：

(1) 维生素B6标准储备液(1.0mg/mL)：准确称取维生素B6标准品10mg(精确至0.1mg)，用0.1mol/L盐酸溶液溶解并定容至10mL，摇匀，备用。

(2) 维生素B6标准中间液(20.0 $\mu\text{g/mL}$)：准确吸取1.00mL维生素B6标准储备液，用0.1mol/L盐酸溶液稀释并定容至50mL。临用前配制。

(3) 维生素B6标准系列工作液：吸取适量的维生素B6标准中间液至100mL容量瓶中，用水稀释。使该标准系列浓度分别为0.04 $\mu\text{g/mL}$ 、0.10 $\mu\text{g/mL}$ 、0.20 $\mu\text{g/mL}$ 、0.40 $\mu\text{g/mL}$ 、0.60 $\mu\text{g/mL}$ 、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 。临用前配制。

8.4.2 样品溶液制备：称取混合均匀的固体试样约0.5g(精确至0.01g)，于150mL锥形瓶中，加入约25mL 45℃~50℃的水，混匀。静置5min~10min，冷却至室温。用盐酸溶液，调节上述试样溶液的pH至 1.7 ± 0.1 ，放置约1min。再用氢氧化钠溶液调节试样溶液的pH至 4.5 ± 0.1 。把上述锥形瓶放入超声波振荡器中，超声振荡约10min。将试样溶液转移至50mL容量瓶中，用水冲洗锥形瓶。洗液合并于50mL容量瓶中，用水定容至50mL。根据实际测定需要稀释至一定倍数。混匀备用。过滤。滤液再经 $0.45 \mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤，用试管收集，转移1mL滤液至进样瓶作为试样待测液。

8.5 测定：

8.5.1 标准曲线的制作

将标准系列工作液分别注入高效液相色谱仪中，测定相应的峰面积，以标准工作液的浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

8.5.2 试样溶液的测定

将试样溶液注入高效液相色谱仪中，得到相应的峰面积，根据标准曲线得到待测液中维生素B6的浓度。

8.6 计算公式

$$X = \frac{c \times V \times f}{m} \times 1000$$

式中：

X——样品中维生素B6的含量，mg/g；

c——从标准曲线查得的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

V——样品定容体积，mL；

f——样品稀释系数；

m——样品质量，g

9 维生素 B12的测定

9.1 仪器：电子天平、高效液相色谱仪

9.2 试剂：维生素B12标准溶液

9.3 色谱柱：C18柱；波长：361nm；流速：1.0mL/min；柱温：室温。

流动相：采用梯度洗脱





2024027657

t/min	A:0.025%三氟乙酸 (PH=2.6)	B: 乙腈
0-3.5	100	0
3.5-11	75	25
11-19	65	35
19-20	90	10
20-30	100	0

9.4 操作方法

9.4.1 标准溶液配制:

(1) 维生素B12标准储备液: 称取维生素B12标准品10mg, 用5%乙醇溶解, 并定容至10ml棕色容量瓶中, 混匀, 得到维生素B12的标准储备液。冷藏保存。

(2) 维生素B12标准中间液: 吸取1ml储备液至25ml棕色容量瓶中, 用水稀释得到维生素B12的标准中间液, 冷藏保存。

(3) 维生素B12标准系列: 分别吸取0.05ml、0.10ml、0.50ml、1.00ml、2.00ml、5.00ml的标准中间液于10ml棕色容量瓶中, 用水稀释得到维生素B12标准溶液系列。

9.4.2 样品溶液制备: 称取样品2.0g, 置于50ml容量瓶中, 加约30ml PBS缓冲液, 摇匀, 超声提取15min, 放冷至室温, 以PBS缓冲液定容至50ml, 摇匀, 定量滤纸过滤。

富集、净化: 从冰箱中取出亲和柱, 排出保存液, 用10ml水淋洗柱待用。吸取25ml滤液上样到亲和柱, 再用3ml甲醇洗脱维生素B12至蒸发皿上, 整个过程速度约为1滴/秒。于60℃水浴蒸干, 残渣用2.0ml PBS溶解, 0.22um水系膜过滤, 上HPLC检测。

9.5 测定:

9.5.1 标准曲线的制作

将标准系列工作液分别注入高效液相色谱仪中, 测定相应的峰面积, 以标准工作液的浓度为横坐标, 以峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线。

9.5.2 试样溶液的测定

将试样溶液注入高效液相色谱仪中, 得到相应的峰面积, 根据标准曲线得到待测液中维生素B12的浓度。

9.6 计算公式

$$X = \frac{C \times V \times f}{M} \times 1000$$

式中: X --- 样品中维生素B12的含量, ug/g;

c --- 从标准曲线获得的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V --- 样品定容体积, mL;

f --- 样品稀释系数;

m --- 样品质量, g

10 烟酰胺的测定

10.1 仪器: 电子天平、高效液相色谱仪

10.2 试剂: 烟酰胺标准溶液

10.3 色谱条件: 色谱柱: C18柱; 流动相: 甲醇70mL、异丙醇20mL、庚烷磺酸钠1g, 用910mL水溶解并混匀后, 用高氯酸调pH 至 2.1 ± 0.1 , 经 $0.45 \mu\text{m}$ 膜过滤; 紫外检测波长: 261 nm; 柱温: 25℃; 流速: 1.0 mL/min;

10.4 操作方法





2024027657

10.4.1 标准溶液配制:

(1) 烟酰胺标准储备液(1.0mg/mL):准确称取烟酰胺标准品10mg(精确至0.1mg),用0.1mol/L盐酸溶液溶解并定容至10mL,摇匀,备用。

(2) 烟酰胺标准中间液(100.0 μg/mL):准确吸取1.00mL烟酰胺标准储备液,用水稀释并定容至10mL。临用前配制。

(3) 烟酰胺标准系列工作液:吸取适量的烟酰胺标准中间液至100mL容量瓶中,用水稀释。使该标准系列浓度分别为1.0 μg/mL、2.0 μg/mL、5.0 μg/mL、10.0 μg/mL、20.0 μg/mL。临用前配制。

10.4.2 样品溶液制备:称取混合均匀固体试样约0.5g(精确到0.01g),加入约25mL 45℃~50℃的水,于150mL锥形瓶中,置于超声波振荡器中振荡约10min以上充分溶解,静置5min~10min,并冷却至室温。待试样溶液降至室温后,用5.0mol/L 盐酸溶液和0.1mol/L 盐酸溶液调节试样溶液的pH

至1.7±0.1,放置约2min后,再用5.0mol/L氢氧化钠溶液和0.1mol/L氢氧化钠溶液调节试样溶液的pH至4.5±0.1,置于50℃水浴超声波振荡器中振荡10min以上充分提取,冷却至室温后转至100mL容量瓶中,用水反复冲洗锥形瓶,洗液合并于100mL容量瓶中,用水定容至刻度后混匀。根据实际测定需要稀释至一定倍数。混匀。经滤纸过滤。滤液再经0.45 μm 微孔滤膜加压过滤,用样品瓶收集,即为试样测定液。

10.5 测定:

10.5.1 标准曲线的制作:将标准系列工作液分别注入高效液相色谱仪中,测定相应的峰面积,以标准工作液的浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。

10.5.2 试样溶液的测定:将试样溶液注入高效液相色谱仪中,得到相应的峰面积,根据标准曲线得到待测液中烟酰胺的浓度。

10.6 计算公式:

$$X = \frac{C \times V \times f}{M \times 1000}$$

式中: X — 样品中烟酰胺的含量, mg/g;

c — 从标准曲线获得的浓度, μg/mL;

V — 样品定容体积, mL;

f — 样品稀释系数;

m — 样品质量, g

11. 叶酸的含量测定

11.1 仪器: 高效液相色谱仪、电子分析天平、超声波清洗仪、离心机。

11.2 试剂: 乙酸(优级纯)、己烷磺酸钠(优级纯)、氨水(优级纯)、甲醇(色谱纯)、标准品来源纯度: 叶酸(纯度≥98%, 或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。)

11.3 色谱条件

色谱柱: 以C18键合硅胶为填充剂, 4.6mm×250mm, 5 μm, 或等效色谱柱

流动相: A: 20mL乙酸和2.0g的己烷磺酸钠溶于1500mL水中, 即得; B: 甲醇; 按A:B=75:25;

检测波长: 280nm; 流速: 1.0mL/min; 柱温: 30℃; 进样体积: 10 μL

11.4 操作方法

11.4.1 标准品溶液制备: 精密称取叶酸标准品10mg, 置于25mL棕色容量瓶, 加入0.2%氨水溶液溶解, 定容, 摇匀, 得储备液。精密吸取储备液1mL, 加0.2%氨水溶液稀释至50mL, 摇匀, 即得。

11.4.2 供试品溶液制备: 取样品约20片, 研细, 取细粉约1.0g, 精密称定, 置于100mL棕色容量瓶中, 加入2%氨水溶液10mL及50mL水, 于50℃水浴中超声震荡20分钟, 冷却至室温, 用水定容, 摇匀, 离心(5000R/分钟, 5分钟), 上清液滤过, 取续滤液, 即得。

11.6 测定: 分别吸取标准品溶液和供试品溶液10 μL, 注入高效液相色谱仪, 以外标法定量, 即得。

11.7 结果计算

叶酸的含量计算公式

$$X = \frac{A_{\text{样}} \times C_{\text{标}}}{M \times A_{\text{标}}} \times K \times \omega$$





2024027657

式中:

- X 一样品中叶酸的含量, $\mu\text{g/g}$;
A_样 一样品测定液中叶酸的峰面积;
A_标 一样标准溶液中叶酸的峰面积;
C_标 一样标准溶液中叶酸的浓度, $\mu\text{g/mL}$;
M 一样品取样量, g;
K 一样稀释系数, K=100
 ω 一样标准品纯度, g/g;

12 维生素 C 的测定

12.1 仪器: 电子天平、高效液相色谱仪

12.2 试剂: 维生素C标准溶液

12.3 色谱条件: 色谱柱: C18柱; 紫外检测波长: 245 nm; 柱温: 25℃; 流速: 0.7 mL/min; 流动相: A: 6.8g磷酸二氢钾和0.91g十六烷基三甲基溴化铵, 用水溶解并定容至1L(用磷酸调pH至2.5-2.8); B: 100%甲醇。按A:B=98:2混合, 过0.45 μm 滤膜, 超声脱气;

12.4 操作方法

12.4.1 标准溶液配制:

(1) 维生素C标准贮备溶液(1.000mg/mL): 准确称取L(+)-抗坏血酸标准品10mg(精确至0.01mg)至10mL容量瓶中, 用20g/L的偏磷酸溶液溶解并定容。摇匀。

(2) 维生素C标准系列工作液: 吸取L(+)-抗坏血酸标准贮备液0mL, 0.05mL, 0.50mL, 1.0mL, 2.5mL, 5.0mL, 用20g/L的偏磷酸溶液定容至100mL。标准系列工作液中L(+)-抗坏血酸的浓度为0 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 、25.0 $\mu\text{g/mL}$ 、50.0 $\mu\text{g/mL}$ 。临用时配制。

12.4.2 样品溶液制备: 称取样品约0.5g(精确至0.001g), 于50mL烧杯中, 用20g/L的偏磷酸溶液超声提取5min后, 将试样转移至50mL容量瓶中, 震荡溶解并定容。根据实际测定需要稀释至一定倍数。混匀备用。于4000r/min离心5min, 取上清液过0.45 μm 水相滤膜, 滤液待测。

12.5 测定:

12.5.1 标准曲线的制作: 将标准系列工作液分别注入高效液相色谱仪中, 测定相应的峰面积, 以标准工作液的浓度为横坐标, 以峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线。

12.5.2 试样溶液的测定: 将试样溶液注入高效液相色谱仪中, 得到相应的峰面积, 根据标准曲线得到待测液中维生素C的浓度。

12.6 计算公式:

$$X = \frac{C \times V \times f}{M \times 1000}$$

式中: X 一样品中维生素C的含量, mg/g;

c 一样从标准曲线查得的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V一样品定容体积, mL;

f一样品稀释系数;

m一样品质量, g

13 泛酸的测定

13.1 仪器: 电子天平、高效液相色谱仪

13.2 试剂: 泛酸标准溶液

13.3 色谱条件: 色谱柱: C18柱; 紫外检测波长: 200 nm; 柱温: 35℃; 流速: 1.0 mL/min; 流动相: 0.02mol/L磷酸二氢钾溶液-乙腈(95+5)

13.4 操作方法

13.4.1 标准溶液配制:

(1) 泛酸标准储备液(500 $\mu\text{g/mL}$): 准确称取泛酸钙标准品12.5mg(精确至0.1mg), 用水溶解并定容至25mL, 摇匀, 备用。

(2) 泛酸标准中间液(100.0 $\mu\text{g/mL}$): 准确吸取10.0mL泛酸标准储备液, 用水稀释并定容至50mL。临用前配制。





2024027657

(3) 泛酸标准系列工作液:吸取适量的泛酸标准中间液至100ml容量瓶中,用水稀释。使该标准系列浓度分别为1.0 μg/mL、2.0 μg/mL、4.0 μg/mL、8.0 μg/mL、16.0 μg/mL、32.0 μg/mL。临用前配制。

13.4.2 样品溶液制备:称取样品约0.2g(精确至0.001g),置于50mL锥形瓶中,加入约30mL40℃-50℃的温水超声提取20min。转入50mL的容量瓶中,用水稀释并定容,混匀后转入离心管中,于8000r/min离心5min,取上清液过0.45 μm 水相滤膜,滤液待测。

13.5 测定:

13.5.1 标准曲线的制作:将标准系列工作液分别注入高效液相色谱仪中,测定相应的峰面积,以标准工作液的浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。

13.5.2: 试样溶液的测定:将试样溶液注入高效液相色谱仪中,得到相应的峰面积,根据标准曲线得到待测液中泛酸的浓度。

13.6 计算公式:

$$X = \frac{C \times V \times f}{M \times 1000}$$

式中: X ---样品中烟酰胺的含量, mg/g;

c --- 从标准曲线查得的浓度, μg/mL;

V---样品定容体积, mL;

f---样品稀释系数;

m---样品质量, g

【重量差异指标】

片剂的重量差异指标应符合现行《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、碳酸钙:应符合GB 1886.214 《食品安全国家标准 食品添加剂 碳酸钙(包括轻质和重质碳酸钙)》的规定
- 2、葡萄糖酸亚铁:应符合GB 1903.10 《食品安全国家标准 食品营养强化剂 葡萄糖酸亚铁》的规定
- 3、柠檬酸锌:应符合GB 1903.49《食品安全国家标准 食品营养强化剂 柠檬酸锌》的规定
- 4、醋酸视黄酯:应符合GB1903.31《醋酸视黄酯(醋酸维生素A)》的规定
- 5、维生素D3:应符合GB 1903.50《食品安全国家标准 食品营养强化剂 胆钙化醇(维生素D3)》的规定
- 6、硝酸硫胺素:应符合GB1903.20《硝酸硫胺素》的规定
- 7、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
- 8、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
- 9、氰钴胺:应符合GB 1903.43《食品安全国家标准 食品营养强化剂 氰钴胺》的规定
- 10、烟酰胺:应符合GB 1903.45《食品安全国家标准 食品营养强化剂 烟酰胺》的规定
- 11、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
- 12、L-抗坏血酸: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
- 13、D-泛酸钙:应符合GB 1903.53《食品安全国家标准 食品营养强化剂 D-泛酸钙》的规定
- 14、白砂糖:应符合GB 13104 《食品安全国家标准 食糖》的规定
- 15、食用玉米淀粉:应符合GB 31637 《食品安全国家标准 食用淀粉》的规定
- 16、麦芽糊精:应符合GB/T 20882.6 淀粉糖质量要求 第6部分:麦芽糊精的规定
- 17、羧甲基淀粉钠:应符合GB 29937 《食品安全国家标准 食品添加剂 羧甲基淀粉钠》的规定





2024027657

- 18、硬脂酸镁：应符合GB 1886.91 《食品安全国家标准 食品添加剂 硬脂酸镁》的规定
- 19、羟丙基甲基纤维素：应符合GB 1886.109 《食品安全国家标准 食品添加剂 羟丙基甲基纤维素（HPMC）》的规定
- 20、聚乙二醇：应符合现行《中华人民共和国药典》的规定
- 21、日落黄铝色淀：应符合GB 1886.224 《食品安全国家标准 食品添加剂 日落黄铝色淀》的规定
- 22、滑石粉：应符合GB 1886.246 《食品安全国家标准 食品添加剂 滑石粉》的规定
- 23、二氧化钛：应符合GB 1886.341 食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化钛的规定
- 24、蔗糖：应符合现行《中华人民共和国药典》的规定
- 25、辛烯基琥珀酸淀粉钠：应符合GB 1886.370 食品安全国家标准 食品添加剂 辛烯基琥珀酸淀粉钠的规定
- 26、阿拉伯胶：应符合GB 29949 《食品安全国家标准 食品添加剂 阿拉伯胶》的规定
- 27、磷酸三钙：应符合GB1886.332食品安全国家标准 食品添加剂 磷酸三钙的规定
- 28、玉米油：应符合GB/T 19111 《玉米油》的规定
- 29、d1- α -生育酚：应符合GB 29942 《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素E（d1- α -生育酚）》的规定
- 30、碳酸钙：应符合GB 1886.214 《食品安全国家标准 食品添加剂 碳酸钙（包括轻质和重质碳酸钙）》的规定

【预混料】

表1.1、预混（复合维生素预混料）

项 目	指标
感官要求	类黄色至黄色粉末，无腐败及霉变现象，无异味、异臭，无可见的外来杂质
制法	经混合工艺制得
含量	——
维生素A	8580.00—12870.00 μ g/g
维生素D(以胆钙化醇计)	144.00—216.00 μ g/g
维生素B1（以硫胺素计）	24.22—36.33 mg/g
维生素B2(以核黄素计)	24.30—36.46 mg/g
维生素 B6（以吡哆醇计）	24.35-36.52mg/g
维生素 B12(以钴胺素计)	53.33-80.00 μ g/g
叶酸	5546.67-8320.00 μ g/g
烟酰胺	161.33-242.00mg/g
泛酸	107.95-161.92mg/g
干燥失重，%	≤ 5





2024027657

铅(以Pb计), mg/kg	≤ 2.0
总砷(以 As计), mg/kg	≤ 1.0
总汞(以 Hg计), mg/kg	≤ 0.3
菌落总数, CFU/g	≤ 1000
大肠菌群, MPN/g	≤ 0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤ 50
金黄色葡萄球菌,	$\leq 0/25g$
沙门氏菌	$\leq 0/25g$

表1.2、预混（维生素B12预混粉）

项 目	指标
感官要求	色泽均匀粉红色粉末，具有本品特有滋味、气味，无肉眼可见外来杂质
制法	经混合工艺制得
含量	$\geq 1\%$
来源	氰钴胺、碳酸钙、麦芽糊精
铅(以Pb计), mg/kg	≤ 2.0
总砷(以 As计), mg/kg	≤ 1.0
总汞(以 Hg计), mg/kg	≤ 0.3
菌落总数, CFU/g	≤ 30000
大肠菌群, MPN/g	≤ 0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤ 50
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25g$
沙门氏菌	$\leq 0/25g$

表1.3、预混（叶酸预混粉）

项 目	指标
感官要求	色泽均匀粉末，具有本品特有滋味、气味，无肉眼可见外来杂质
制法	经混合工艺制得





2024027657

含量	$\geq 10\%$
来源	叶酸、碳酸钙、麦芽糊精
铅(以Pb计), mg/kg	≤ 2.0
总砷(以 As计), mg/kg	≤ 1.0
总汞(以 Hg计), mg/kg	≤ 0.3
菌落总数, CFU/g	≤ 30000
大肠菌群, MPN/g	≤ 0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤ 50
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25g$
沙门氏菌	$\leq 0/25g$

【包埋、微囊化】

表2.1、包埋（维生素A包埋处理）

项 目	指标
感官要求	色泽均匀黄色粉末，具有本品特有滋味、气味，无肉眼可见外来杂质
制法	经喷雾、干燥、混合、包装工艺制得
含量	325000IU/g-374000IU/g
来源	醋酸视黄酯、蔗糖、食用玉米淀粉、阿拉伯胶、d1-a-生育酚、磷酸三钙
干燥失重, %	≤ 5
铅(以Pb计), mg/kg	≤ 2.0
总砷(以 As计), mg/kg	≤ 1.0
总汞(以 Hg计), mg/kg	≤ 0.3
菌落总数, CFU/g	≤ 30000
大肠菌群, MPN/g	≤ 0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤ 50
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25g$

表2.2、包埋（维生素D包埋处理）





2024027657

项 目	指标
感官要求	色泽均匀黄色粉末，具有本品特有滋味、气味，无肉眼可见外来杂质
制法	经喷雾、干燥、混合、包装工艺制得
含量	$\geq 100000\text{IU/g}$
来源	胆钙化醇、辛烯基琥珀酸淀粉钠、dl- α -生育酚、抗坏血酸钠、白砂糖、玉米油、麦芽糊精
干燥失重，%	≤ 5
铅(以Pb计)，mg/kg	≤ 2.0
总砷(以As计)，mg/kg	≤ 1.0
总汞(以Hg计)，mg/k	≤ 0.3
菌落总数，CFU/g	≤ 30000
大肠菌群，MPN/g	≤ 0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤ 50
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25\text{g}$

【包衣预混剂】

表3、包衣预混剂

项 目	指标
感官要求	橙色均匀的干燥粉末，无臭
制法	本品经搅拌、溶胀工艺形成包衣液，然后进行喷浆形成
检查	——
鉴别	形成一层有韧性的薄膜
外观均匀性	应呈现均匀的色泽，无花纹与色斑
粒度	通过3号筛的比例不得少于99%
分散均匀性	应为无杂质的均匀混悬液，并能全部通过四号筛
酸碱度	pH值应为4.0-8.0
黏度	不得过70mPa. s
颜色	ΔE 不得大于3.00或目视无颜色上的可辨差异
水分	不得过8.0%





2024027657

炽灼残渣	不得过45%
重金属	含重金属不得过百万分之二十
砷盐	应符合规定 (0.0008%)
需氧菌总数, CFU/g	≤ 1000
霉菌和酵母, CFU/g	≤ 100
大肠埃希菌	不得检出

