

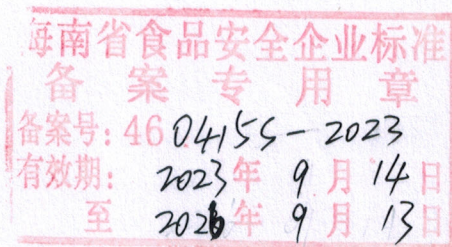
Q/YST

海南省食品安全企业标准

Q/YST 0095S-2023

代替 Q/YST 0095S-2020

养生堂牌 B 族维生素片



2023-08-10 发布

2023-09-20 实施

养生堂药业有限公司 发布

前 言

本标准按照《中华人民共和国食品安全法》和GB/T 1.1《标准化工作导则第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本标准代替Q/YST 0095S—2020《养生堂牌B族维生素片》

本标准与Q/YST 0095S—2020相比，主要变化如下：

——引用了最新的规范性引用文件；

本标准附录A、附录B为规范性附录。

本标准由养生堂药业有限公司提出。

本标准由养生堂药业有限公司起草。

本标准主要起草人：方洁、张朝云、丁成柳。

本标准代替的历次版本发布情况为：

——Q/YST 0095S—2020。

GB 16740 食品安全国家标准 保健食品
 GB 17405 保健食品良好生产规范
 GB/T 22246 保健食品中泛酸钙的测定
 GB 25595 食品安全国家标准 乳糖
 JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则
 YBB00122002 口服固体药用高密度聚乙烯瓶
 国家市场监督管理总局令第70号《定量包装商品计量监督管理办法》
 《中华人民共和国药典》（2020年版）

3 技术要求

3.1 原辅料要求

- 3.1.1 盐酸硫胺素：应符合 GB 14751 的要求。
 3.1.2 核黄素、氰钴胺、D-生物素：应符合附录 A 的要求。
 3.1.3 盐酸吡哆醇：应符合 GB 14753 的要求。
 3.1.4 叶酸：应符合 GB 15570 的要求。
 3.1.5 烟酰胺、D-泛酸钙：应符合《中华人民共和国药典》（2020年版）的要求。
 3.1.6 微晶纤维素：应符合 GB 1886.103 的要求。
 3.1.7 硬脂酸镁：应符合 GB 1886.91 的要求。
 3.1.8 乳糖：应符合 GB 25595 的要求。
 3.1.9 包衣预混剂：应符合附录 B 的要求。

3.2 感官要求

应符合表1的要求。

表1 感官要求

项 目	要 求	检验方法
色 泽	包衣透明，片芯呈淡黄色间黄色，色泽均匀	取适量试样置于白色瓷盘中，在自然光下观察色泽和状态，嗅其气味，用温开水漱口，品其滋味
滋味、气味	具有本品应有的滋味和气味，无异味	
状 态	薄膜包衣片，完整光洁，无裂片，表面干燥，不粘连，无正常视力可见的外来异物	

3.3 保健功能

补充B族维生素。

3.4 功效成分指标

应符合表2的规定。

表2 功效成分指标

项 目	指 标	检验方法
每片含 维生素 B ₁ （以硫胺素计）	5.2~11.7mg	GB/T 5009.197
每片含 维生素 B ₂ （以核黄素计）	5.2~11.7mg	4.1 维生素 B ₂ 的测定 GB 5009.85

表2 功效成分指标 (续)

项 目	指 标	检验方法
每片含 维生素 B ₆ (以吡哆醇计)	5.2~10mg	GB/T 5009.197
每片含 维生素 B ₁₂ (以钴胺素计)	5.2~10μg	GB/T 5009.217
每片含 烟酰胺 (以烟酰胺计)	24~50mg	GB/T 5009.197
每片含 叶酸 (以叶酸计)	192~432μg	《中华人民共和国药典》(2020年版)
每片含 生物素 (以生物素计)	52~100μg	4.2 生物素检测方法, GB 5009.259
每片含 泛酸 (以泛酸计)	10~20mg	GB/T 22246

3.5 理化指标

应符合表3的规定。

表3 理化指标

项 目	指 标	检验方法
水分, g/100g	≤ 8.0	GB 5009.3
灰分, g/100g	≤ 8.0	GB 5009.4
崩解时限, min	≤ 60	《中华人民共和国药典》(2020年版)
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

3.6 微生物指标

应符合表4的规定。

表4 微生物指标

项 目	指 标	检验方法
菌落总数, CFU/g	≤ 10000	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

4 试验方法

4.1 维生素 B₂ 的测定

本方法修改采用 GB 5009.85-2016《食品安全国家标准 食品中维生素 B₂ 的测定 第一法》的方法。本方法与 GB 5009.85-2016 第一法相比, 主要差异为省略了样液高压处理、酶解的步骤, 使用二甲基亚砜溶解样品, 并置于 85℃ 恒温水浴中振荡溶解。

4.1.1 试剂和材料

本方法所用试剂均为分析纯, 水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1.1.1 三水乙酸钠。
- 4.1.1.2 冰乙酸。
- 4.1.1.3 浓盐酸。
- 4.1.1.4 甲醇：色谱纯。
- 4.1.1.5 二甲基亚砩。
- 4.1.1.6 维生素 B₂ 标准品 (C₁₇H₂₀N₄O₆, CAS 号:83-88-5)：纯度：≥97.0%。
- 4.1.1.7 盐酸(1+1)：量取 100mL 浓盐酸缓慢倒入 100mL 水中，摇匀。
- 4.1.1.8 乙酸钠溶液(0.05mol/L)：称取 6.80g 三水乙酸钠，加 900mL 水溶解，用冰乙酸调 pH 值至 4.0~5.0，用水定容至 1000mL，经 0.45um 微孔滤膜过滤。
- 4.1.1.9 盐酸溶液(0.1mol/L)：吸取 9mL 盐酸，用水稀释并定容至 1000mL。
- 4.1.1.10 乙酸钠溶液(0.1 mol/L)：准确称取 13.60g 三水乙酸钠，加 900mL 水溶解，用水定容至 1000mL。
- 4.1.1.11 盐酸溶液(0.012mol/L)：吸取 1mL 盐酸，用水稀释并定容至 1000mL。
- 4.1.1.12 标准溶液

4.1.1.12.1 维生素 B₂ 标准储备液 (130ug/mL)

将维生素 B₂ 标准品置于真空干燥器或装有五氧化二磷干燥器中干燥处理 24h，称取 13mg(精确至 0.01mg)的维生素 B₂ 标准品，加入盐酸(1+1)2mL，超声溶解后，用水定容至 100mL。混匀后转移入棕色玻璃容器中，在 4℃冰箱中贮存，保存期 2 个月。标准储备液在使用前需要进行浓度校正。

4.1.1.12.2 维生素 B₂ 标准储备液的校正

准确吸取 1.00mL 维生素 B₂ 标准储备液至 10mL 棕色容量瓶中，加 1.30mL 0.1mol/L 的乙酸钠溶液，用水稀释至刻度，作为标准测试液。准确吸取 1.00mL 0.012mol/L 的盐酸溶液，加 1.30mL 0.1mol/L 的乙酸钠溶液，用水定容到 10mL，作为对照溶液，用 1cm 比色杯于 444nm 波长下，以对照溶液为空白对照，测定标准校正溶液的吸光值。

维生素 B₂ 标准储备液的浓度计算

$$P = \frac{A_{444} \times 10^4 \times 10}{328}$$

维生素 B₂ 标准中间液浓度计算

$$C_1 = P \times \frac{10}{100}$$

式中：

P — 维生素 B₂ 标准储备液的质量浓度，单位为微克每毫升(ug/mL)；

A₄₄₄ — 维生素 B₂ 标准测试液在 444nm 波长下的吸光度值；

10⁴ — 将 1%的标准溶液浓度单位换算为测定溶液浓度单位(ug/mL)的换算系数；

10 — 标准储备液的稀释因子；

328 — 维生素 B₂ 在 444nm 波长下的百分吸光系数，即在 444nm 波长下，液层厚度为 1cm 时，浓度为 1%的维生素 B₂ 溶液(盐酸-乙酸钠溶液，pH=3.8)的吸光度；

C₁ — 维生素 B₂ 标准中间液的质量浓度，单位为微克每毫升(ug/mL)；

试样中维生素 B₂ 的含量计算:

$$X = \frac{C_2 \times V \times f}{m \times 10^6} \times 100$$

式中:

X ——试样中维生素 B₂ 的含量, 单位为克每百克 (g/100g);

C_2 ——由标准曲线计算得到的试样中维生素 B₂ 的浓度, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);

V ——试样定容体积, 单位为毫升 (mL);

f ——试样稀释倍数;

m ——试样质量, 单位为克 (g);

100 ——换算为 100 克样品中含量的换算系数;

10^6 ——将浓度单位 $\mu\text{g/mL}$ 换算为 g/mL 的换算系数。

结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示, 结果保留三位有效数字。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

4.2 生物素的测定

本法采用 GB 5009.259 《食品安全国家标准 食品中生物素的测定》方法测定产品中生物素含量。方法中规定除采用国家标准中规定的微生物法测定外, 还允许采用预先包埋了菌种的微生物法生物素试剂盒测定生物素含量。

本公司除采用国家标准规定的微生物法测定生物素含量外, 也可采用与该方法效果相当的已商品化的生物素酶联免疫检测试剂盒对产品中的生物素含量进行测试。试剂盒采用直接竞争 ELISA 方法, 在酶标板微孔条上预包被偶联抗原, 样品中的生物素和酶标板微孔条上预包被的偶联抗原竞争生物素酶结合物, 用 TMB 底物显色, 样品吸光度值与其所含生物素的含量成负相关, 与标准曲线比较, 再乘以其对应的稀释倍数, 即可得出样品中生物素的含量。

4.2.1 酶联免疫试剂盒检测法

4.2.1.1 试剂和材料

4.2.1.1.1 生物素酶联免疫检测试剂盒

4.2.1.1.2 涡旋仪

4.2.1.1.3 酶标仪

4.2.1.1.4 均质器

4.2.1.1.5 天平: 感量 0.01g

4.2.1.1.6 容量瓶: 100mL、500mL、1000mL

4.2.1.1.7 聚苯乙烯离心管: 2mL、10mL

- 4.2.1.1.8 微量移液器：单道 20~200 μ L、100~1000 μ L 多道 250 μ L
 4.2.1.1.9 微量移液器吸头
 4.2.1.1.10 氯化钠（分析纯）
 4.2.1.1.11 去离子水

4.2.2 样品前处理

4.2.2.1 样本处理前须知

- 4.2.2.1.1 实验中必须使用一次性吸头，在吸取不同的试剂时要更换吸头。
 4.2.2.1.2 实验之前须检查各种实验器具是否洁净，必须使用洁净实验器具，以避免污染干扰实验结果。
 4.2.2.1.3 处理好的样液不可保存。

4.2.2.2 样品前处理方法

称取 0.5g 均质后的样本至 100mL 容量瓶，加入适量去离子水，超声溶解，用去离子水定容，混匀；静置 5min，移取 50 μ L 上清液至离心管中，加入 25mL 去离子水，用涡旋仪涡动 30s，使样液充分混匀。取 50 μ L 用于分析。（样液稀释倍数：50000 倍）

——注：可依据生物素的含量适当调整稀释倍数

- 4.2.2.3 同法处理加标样品（添加适量标准物质）及试剂空白。

4.2.3 检测步骤

- 4.2.3.1 根据试剂盒说明书对标准品、样液、试剂空白进行上样、洗板、显色、终止反应等操作。
 4.2.3.2 测定：终止反应后，轻轻振荡混匀酶标板，上酶标仪于 450nm 处测定标准品、样液对应微孔 OD 值。

4.2.4 定量分析

样液的吸光度值与其所含生物素的含量成负相关。

- 4.2.4.1 百分吸光率的计算，标准品或样液的百分吸光率等于标准品或样液的平均吸光度值（双孔）除以第一个标准品（0 标准）的平均吸光度值，再乘以 100%，即

$$\text{百分吸光率 (\%)} = \frac{B}{B_0} \times 100\%$$

B—标准品或样液的平均吸光度值

B_0 —0 μ g/100g 标准溶液的平均吸光度值

- 4.2.4.2 标准曲线的绘制：以标准品百分吸光率为纵坐标，以生物素标准品浓度（ng/g）的对数为横坐标，绘制标准曲线图。

- 4.2.4.3 样液中生物素的浓度 C（ng/g，ppb）：将样液百分吸光率代入标准曲线中，从标准曲线读出样液所对应的浓度，乘以其对应的稀释倍数。

- 4.2.4.4 样品中生物素的含量计算：将样液的生物素浓度减去试剂空白生物素浓度，再除以样品称样量。见下式：

$$X = \frac{(C_{\text{样品}} - C_{\text{试剂空白}})}{m_{\text{样品的称样量}} \times 1000 \times 1000} \times 100$$

式中：

附 录 A
(规范性附录)
原料要求

A.1 核黄素

A.1.1 定义

本品由核黄素、单，双甘油脂肪酸酯、玉米淀粉预处理而成。质量要求应符合表A.1的规定。

表A.1 核黄素质量要求

项 目	指 标
感官要求	橙黄色粉末，具有本品特有的滋、气味，无异味
维生素B ₂ ，g/100g	33.3~36.0
干燥失重，g/100g	≤ 1.5
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	≤ 1000
大肠菌群，MPN/g	≤ 0.36
霉菌和酵母，CFU/g	≤ 50
沙门氏菌	≤ 0/25g
金黄色葡萄球菌	≤ 0/25g

A.2 氰钴胺

A.2.1 定义

本品由氰钴胺、柠檬酸、柠檬酸钠、麦芽糊精预处理而成。质量要求应符合表A.2的规定。

表A.2 氰钴胺质量要求

项 目	指 标
感官要求	粉红色粉末，具有本品特有的滋、气味，无异味
维生素B ₁₂ ，g/100g	0.1~0.12
干燥失重，g/100g	≤ 5.0
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	≤ 0.36

表 A.2 氰钴胺质量要求 (续)

项 目	指 标
霉菌和酵母, CFU/g	≤ 50
沙门氏菌	≤ 0/25g
金黄色葡萄球菌	≤ 0/25g

A.3 D-生物素

A.3.1 定义

本品由D-生物素、抗坏血酸钠、麦芽糊精预处理而成。质量要求应符合表A.3的规定。

表A.3 D-生物素质量要求

项 目	指 标
感官要求	白色粉末, 具有本品特有的滋、气味, 无异味
生物素, g/100g	1.0~1.2
干燥失重, g/100g	≤ 8.0
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	≤ 0.36
霉菌和酵母, CFU/g	≤ 50
沙门氏菌	≤ 0/25g
金黄色葡萄球菌	≤ 0/25g

附 录 B
(规范性附录)
辅料要求

B.1 包衣预混剂

B.1.1 定义

由羟丙基甲基纤维素、滑石粉、甘油三乙酯混合制得。质量要求应符合表B.1的规定。

表 B.1 包衣预混剂质量要求

项 目	指 标
感官要求	本品为白色粉末
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	≤ 0.36
霉菌和酵母，CFU/g	≤ 50
沙门氏菌	≤ 0/25g
金黄色葡萄球菌	≤ 0/25g