

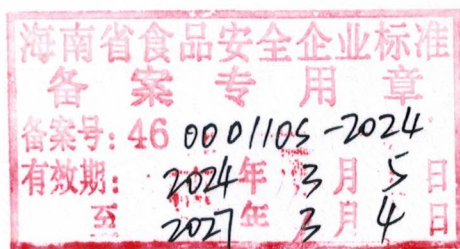
Q/YST

海南省食品安全企业标准

Q/YST 0087S—2024

代替 Q/YST 0087S-2023（第2版）

成长快乐®多种维生素锌咀嚼片（牛奶味）



2024 - 02 - 01 发布

2024 - 03 - 06 实施

养生堂药业有限公司

发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 技术要求	2
3.1 原辅料要求	2
3.2 感官要求	3
3.3 保健功能	3
3.4 功效成分指标	3
3.5 理化指标	3
3.6 微生物指标	4
4 试验方法	4
4.1 维生素 D 的测定	4
4.2 维生素 B ₁ 的测定	8
4.3 维生素 B ₂ 的测定	10
4.4 维生素 C 的测定	12
4.5 叶酸的测定	14
4.6 维生素 B ₁₂ 的测定	16
4.7 重量差异指标	18
5 生产加工过程中的卫生要求	18
6 检验规则	18
6.1 原料要求	18
6.2 组批	18
6.3 抽样方法和数量	18
6.4 出厂检验	18
6.5 型式检验	18
6.6 判定规则	18
7 标签、标志、包装、运输、贮存	18
7.1 标签、标志	18
7.2 包装	19
7.3 运输	19
7.4 贮存	19
8 保质期	19
附录 A (规范性附录) 原料要求	20
附录 B (规范性附录) 辅料要求	23

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 0087S—2023（第2版）《成长快乐®多种维生素锌咀嚼片（牛奶味）》

本标准与Q/YST 0087S—2023（第2版）相比，主要变化如下：

——功效成分指标：“维生素D₃（以胆化钙醇计）”的检测方法由“4.1维生素D的测定：GB 5009.82第四法”变更为“GB 5009.296-2023第二法（详细检测方法见4.1维生素D的测定）”或“GB 5009.296-2023第三法”；

——功效成分指标：“维生素B₆（以吡哆醇计）”的检测方法由“GB 5009.154第一法”变更为“GB 5009.154-2023第一法或第三法”；

——功效成分指标：“叶酸（以叶酸计）”的检测方法由“GB 5009.211”变更为“GB 5009.211”或“4.6叶酸的测定”；

——功效成分指标：“泛酸（以泛酸计）”的检测方法由“4.5泛酸的测定：GB 5009.210第二法”变更为“GB 5009.210-2023第一法或第二法”；

——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 0087S—2020、Q/YST 0087S—2023、Q/YST 0087S—2023（第2版）。

成长快乐®多种维生素锌咀嚼片（牛奶味）

1 范围

本标准规定了成长快乐®多种维生素锌咀嚼片（牛奶味）的技术要求、生产加工过程的卫生要求、试验方法、检验规则以及标签、标志、包装、运输、贮存和保质期的要求。

本标准适用于以葡萄糖酸锌、柠檬酸锌、醋酸视黄酯、维生素D₃、盐酸硫胺素、核黄素、盐酸吡哆醇、氰钴胺、叶酸、L-抗坏血酸钠、D-泛酸钙、d-α-醋酸生育酚、乳粉、山梨糖醇、木糖醇、聚葡萄糖、柠檬酸、羟丙基甲基纤维素、硬脂酸镁、包衣预混剂（聚乙烯醇、吐温 80、滑石粉、聚乙二醇）、牛奶香精为主要原料，通过制粒、混合、压片、包衣、包装等生产工艺制成的，具有补充多种维生素锌的保健功能的保健食品。

本标准适用于成长快乐®多种维生素锌咀嚼片（牛奶味）的生产控制、检验和贮运等环节。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 191 包装储运图示标志

GB 1886.44 食品安全国家标准 食品添加剂 抗坏血酸钠

GB 1886.91 食品安全国家标准 食品添加剂 硬脂酸镁

GB 1886.109 食品安全国家标准 食品添加剂 羟丙基甲基纤维素

GB 1886.187 食品安全国家标准 食品添加剂 山梨糖醇和山梨糖醇液

GB 1886.234 食品安全国家标准 食品添加剂 木糖醇

GB 1886.235 食品安全国家标准 食品添加剂 柠檬酸

GB 1903.49 食品安全国家标准 食品营养强化剂 柠檬酸锌

GB 1903.53 食品安全国家标准 食品营养强化剂 D-泛酸钙

GB 4789.1 食品安全国家标准 食品微生物学检验 总则

GB 4789.2 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定

GB 4789.3 食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠菌群计数

GB 4789.4 食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验

GB 4789.10 食品安全国家标准 食品微生物学检验 金黄色葡萄球菌检验

GB 4789.15 食品安全国家标准 食品微生物学检验 霉菌和酵母计数

GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB 5009.4 食品安全国家标准 食品中灰分的测定

GB 5009.5 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定

GB 5009.11 食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定

GB 5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定

GB 5009.14 食品安全国家标准 食品中锌的测定

GB 5009.17 食品安全国家标准 食品中总汞及有机汞的测定

GB 5009.82 食品安全国家标准 食品中维生素A、D、E的测定
 GB 5009.84 食品安全国家标准 食品中维生素B₁的测定
 GB 5009.85 食品安全国家标准 食品中维生素B₂的测定
 GB 5009.154 食品安全国家标准 食品中维生素B₆的测定
 GB 5009.210 食品安全国家标准 食品中泛酸的测定
 GB 5009.211 食品安全国家标准 食品中叶酸的测定
 GB 5009.285 食品安全国家标准 食品中维生素B₁₂的测定
 GB 5009.296 食品安全国家标准 食品中维生素D的测定
 GB/T 6543 运输包装用单瓦楞纸箱和双瓦楞纸箱
 GB 7718 食品安全国家标准 预包装食品标签通则
 GB 8820 食品安全国家标准 食品添加剂 葡萄糖酸锌
 GB 9683 复合食品包装袋卫生标准
 GB 14751 食品安全国家标准 食品添加剂 维生素B₁（盐酸硫胺）
 GB 14753 食品安全国家标准 食品添加剂 维生素B₆（盐酸吡哆醇）
 GB 15570 食品安全国家标准 食品添加剂 叶酸
 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 19644 食品安全国家标准 乳粉
 GB 25541 食品安全国家标准 食品添加剂 聚葡萄糖
 GB 23350 限制商品过度包装要求 食品和化妆品
 GB/T 28118 食品包装用塑料与铝箔复合膜、袋
 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》
 《保健食品功效成分检测方法》（2011年版）
 《中华人民共和国药典》

3 技术要求

3.1 原辅料要求

- 3.1.1 葡萄糖酸锌：应符合 GB 8820 的规定。
- 3.1.2 醋酸视黄酯、维生素 D₃、核黄素、氰钴胺、d-α-醋酸生育酚：应符合附录 A 的规定。
- 3.1.3 盐酸硫胺素：应符合 GB 14751 的规定。
- 3.1.4 盐酸吡哆醇：应符合 GB 14753 的规定。
- 3.1.5 叶酸：应符合 GB 15570 的规定。
- 3.1.6 L-抗坏血酸钠：应符合 GB 1886.44 的规定。
- 3.1.7 柠檬酸锌：应符合《中华人民共和国药典》或 GB 1903.49 的规定。
- 3.1.8 D-泛酸钙：应符合《中华人民共和国药典》或 GB 1903.53 的规定。
- 3.1.9 乳粉：应符合 GB 19644 的规定。
- 3.1.10 山梨糖醇：应符合 GB 1886.187 的规定。
- 3.1.11 木糖醇：应符合 GB 1886.234 的规定。
- 3.1.12 聚葡萄糖：应符合 GB 25541 的规定。
- 3.1.13 柠檬酸：应符合 GB 1886.235 的规定。

- 3.1.14 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》或 GB 1886.91 的规定。
- 3.1.15 羟丙基甲基纤维素：应符合《中华人民共和国药典》或 GB 1886.109 的规定。
- 3.1.16 牛奶香精、包衣预混剂：应符合附录 B 的规定。

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，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	具奶香味，酸甜适中，无异味	
状 态	包衣片剂，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

补充多种维生素锌。

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 锌（以 Zn 计）	1.62~2.50mg	GB 5009.14-2017 第一法
每片含 维生素 A（以视黄醇计）	54.0~121.5μg	GB 5009.82-2016 第一法
每片含 维生素 D ₃ （以胆钙化醇计）	1.20~2.70μg	GB 5009.296-2023 第二法（详细检测方法见 4.1 维生素 D 的测定）或 GB 5009.296-2023 第三法
每片含 维生素 B ₁ （以硫胺素计）	0.216~0.486mg	GB 5009.84-2016 第一法（详细检测方法见 4.2 维生素 B ₁ 的测定）
每片含 维生素 B ₂ （以核黄素计）	0.24~0.53mg	GB 5009.85-2016 第一法（详细检测方法见 4.3 维生素 B ₂ 的测定）
每片含 维生素 B ₆ （以吡哆醇计）	0.200~0.444mg	GB 5009.154-2023 第一法或第三法
每片含 维生素 C（以 L-抗坏血酸计）	26.4~50.0mg	保健食品功效成分检测方法（2011 版）维生素 C 的高效液相色谱测定法（第 245 页）（详细检测方法见 4.4 维生素 C 的测定）
每片含 泛酸（以泛酸计）	0.552~1.242mg	GB 5009.210-2023 第一法或第二法
每片含 维生素 E（以 d-α-生育酚计）	1.024~2.304mg	GB 5009.82-2016 第一法
每片含 叶酸（以叶酸计）	28.0~63.0μg	GB 5009.211 或 4.5 叶酸的测定
每片含 维生素 B ₁₂ （以钴胺素计）	0.36~0.75μg	GB 5009.285-2022 第一法（详细检测方法见 4.6 维生素 B ₁₂ 的测定）或 GB 5009.285-2022 第三法

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
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
水分，g/100g	≤ 8.0	GB 5009.3
灰分，g/100g	≤ 15.0	GB 5009.4
蛋白质，g/100g	≥ 4.0	GB 5009.5

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 D 的测定

本方法修改采用 GB 5009.296-2023《食品安全国家标准 食品中维生素 D 的测定 第二法》的方法。本方法与 GB 5009.296-2023 第二法相比，主要差异为修改了试样皂化条件、提取净化步骤、色谱条件。

4.1.1 试剂和材料

除非另有规定，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 无水乙醇：色谱纯。
- 4.1.1.2 抗坏血酸(C₆H₈O₆)。
- 4.1.1.3 2, 6 二叔丁基对甲酚 (C₁₅H₂₄O)：简称 BHT
- 4.1.1.4 氢氧化钾。
- 4.1.1.5 正己烷 (C₆H₁₄)。
- 4.1.1.6 乙酸乙酯 (C₄H₈O₂)。
- 4.1.1.7 乙腈 (C₂H₅N)。
- 4.1.1.8 甲醇：色谱纯。
- 4.1.1.9 氢氧化钾溶液（50%，质量分数）：称取 50g 氢氧化钾，溶于 50g 水中，冷却后储存于聚乙烯瓶中。
- 4.1.1.10 BHT-乙醇溶液（0.2g/100ml）：称取 1.0gBHT，溶于 500ml 无水乙醇中，临用前配制。
- 4.1.1.11 乙醇-水溶液（2+3）：将乙醇和水按 2:3 的体积比混合均匀。
- 4.1.1.12 乙酸乙酯-正己烷溶液（3+2）：将乙酸乙酯和正己烷按 3:2 的体积比混合均匀。

- 4.1.1.13 乙腈-甲醇溶液(3+1): 将乙腈和甲醇按 3:1 的体积比混合均匀, 超声脱气。
- 4.1.1.14 甲醇-水溶液(9+1): 将甲醇和水按 9:1 的体积比混合均匀, 超声脱气。
- 4.1.1.15 乙腈-水溶液(19+1): 将乙腈和水按 19:1 的体积比混合均匀, 超声脱气。
- 4.1.1.16 维生素 C 的乙醇溶液(15g/L)。
- 4.1.1.17 维生素 D₃标准品: 胆钙化醇(C₂₇H₄₄O, CAS 号:67-97-0), 纯度≥98%, 或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。
- 4.1.1.18 维生素 D₃标准储备液(1mg/mL): 准确称取 25mg(精确至 0.1mg) 维生素 D₃标准品于 25mL 棕色容量瓶中, 用无水乙醇溶解并定容至刻度, 混匀。
- 4.1.1.19 维生素 D₃标准中间液(0.01mg/mL): 吸取储备液 1.00mL 置于 100mL 棕色容量瓶中, 用无水乙醇稀释定容至刻度, 混匀, 制成中间液。
- 4.1.1.20 维生素 D₃标准使用液(0.5ug/mL): 吸取中间液 5.00mL 置于 100mL 棕色容量瓶中, 用甲醇水(9+1) 稀释定容至刻度, 混匀, 制成标准使用液。

注: 维生素 D₃标准储备液转移至棕色试剂瓶中, -18℃密封避光保存, 保存期 6 个月。标准工作液临用前配制, 标准储备溶液用前需校正, 具体操作见校正方法。

4.1.2 仪器和设备

- 4.1.2.1 在线柱切换-液相系统, 带紫外检测器、二级管阵列检测器
- 4.1.2.2 紫外分光光度计, 带 1cm 石英比色皿
- 4.1.2.3 恒温磁力搅拌水浴锅: 20℃~80℃
- 4.1.2.4 多管振荡器
- 4.1.2.5 氮吹仪
- 4.1.2.6 天平: 感量为 0.01mg
- 4.1.2.7 离心机
- 4.1.2.8 超声波清洗器

4.1.3 试样处理

4.1.3.1 试样预处理

称取均质后的试样约 25g(m₁, 精确至 0.01g) 至 250mL 干燥玻璃瓶中, 加入约 200mL 温水(40℃~45℃), 记录加水后的溶液质量(m₂, 精确至 0.01g)。充分混匀溶解, 室温避光放置 15min, 每隔 5min 振摇 30s。称取制备后的浆液约 5g(m₃, 精确至 0.01g) 至 50mL 带螺旋盖的离心管中(加标: 于样液中加入适量维生素 D₃标准使用液)。按下式计算粉末样品质量(m)。

$$m = \frac{m_1 \times m_3}{m_2}$$

4.1.3.2 试样皂化

加入 0.4g 抗坏血酸, 6mL BHT-乙醇溶液(0.2g/100mL), 涡旋混匀 30s, 再加入 3mL 氢氧化钾(50%, 质量分数), 涡旋混匀后于可调温超声器中超声皂化, 温度 53±2℃, 时间 45min, 皂化后立即用冷水冷却至室温, 加入 5mL 乙醇-水溶液(2+3), 混匀, 待提取净化。

4.1.3.3 试样提取

于上述装有皂化液的离心管中加入 5mL 水，混匀，加入 20mL 乙酸乙酯-正己烷混合溶液（3+2），振荡提取 10min，5000r/min 离心 10min，将上层溶液转移至另一 50mL 的离心管中，于原离心管中再加入 10mL 乙酸乙酯-正己烷溶液（3+2），再次振荡提取 10min，5000r/min 离心 10min，合并上层有机相于同一离心管中，加水至 45mL，振荡 30s，5000r/min 离心 10min，将上层有机相转移至 50mL 棕色容量瓶中，用乙酸乙酯-正己烷溶液（3+2）定容至刻度，混匀。

4.1.3.4 稀释

4.1.3.4.1 稀释：吸取上述液 10.00mL 置 20mL 玻璃离心管中，40℃±2℃水浴中氮气吹干，精确加入 5mL 初始流动相甲醇水溶液（9+1）溶解残渣，混匀，经 0.45 μm 滤膜过滤后，供液相色谱测定。

4.1.3.5 同法处理样品加标（添加适量标准物质或标准溶液）及空白试验，空白应不含有干扰待测组分的物质。

4.1.3.6 色谱条件

一维色谱柱：ZORBAX Extend-C18 柱，50mm×4.6mm，1.8 μm，或相当者；
 二维色谱柱：ZORBAX Extend-C18 柱，50mm×4.6mm，1.8 μm，或相当者；
 柱温：35℃
 检测器波长：264nm；
 流动相流速：一维，1.0mL/min；二维：0.6mL/min；
 进样量：100 μL；
 根据维生素 D₃ 在一维色谱柱上的保留时间确定六通阀切换时间；
 富集柱：C₁₈ 柱，柱长 5mm，柱内径 4.6mm，粒径：4 μm，或相当者；
 一维流动相：A: 甲醇，B: 水；梯度洗脱，也可根据需要适当调整梯度洗脱程序。
 梯度洗脱程序

时间 (min)	0	6	10	10.1	14.0
A: 甲醇 (%)	90	100	100	90	90
B: 水 (%)	10	0	0	10	10

二维流动相：A: 乙腈水溶液（95+5，体积比）95%，B: 甲醇 5%，等度洗脱。

4.1.4 标准曲线的绘制

4.1.4.1 分别吸取维生素 D₃ 标准使用液 0.00mL、0.50mL、1.00mL、2.00mL、5.00mL、10.00mL 于 50mL 棕色容量瓶中，用初始流动相甲醇水（9+1）稀释至刻度，混匀，制成标准系列工作液。

4.1.4.2 分别将维生素 D₃ 标准系列工作液注入液相色谱仪中，以维生素 D₃ 的峰面积为纵坐标，以维生素 D₃ 标准工作液浓度为横坐标绘制标准曲线。

4.1.5 试样的测定

将试液注入液相色谱仪中，得到峰面积，根据标准曲线得到待测溶液中维生素 D₃ 浓度，计算得出结果。

4.1.6 结果计算

样品中维生素 D（以胆钙化醇计）的含量，按以下公式计算：

$$X = \frac{C \times V \times F}{m} \times 100$$

式中：

X—试样中维生素 D₃ 的含量，单位为微克每百克（μg/100g）；

C—从标准曲线得到的维生素 D₃ 待测液的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V—试样溶液的定容体积，单位为毫升（mL）；

F—试样稀释倍数；

m—试样的质量，单位为克（g）；

100—换算系数。

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 15%。

4.1.7 维生素 D₃ 标准储备液校正方法

吸取维生素 D₃ 标准储备液 1.00mL，置 100mL 棕色容量瓶中，用无水乙醇定容至刻度，混匀，用 1cm 石英比色皿，以无水乙醇为空白参比，根据给定波长于紫外-可见分光光度计测定维生素 D₃ 吸光度，并按下述色谱条件测定色谱纯度（面积归一化法）。

吸光值的测定条件

标准品	维生素 D ₃ 百分吸光系数 $E_{cm}^{1\%}$	波长 λ (nm)
胆钙化醇(维生素 D ₃)	480	264

维生素 D₃ 标准储备液浓度计算公式：

$$C = \frac{A \times 10^4}{E_{1cm}^{1\%}} \times P$$

式中：

C—维生素 D₃ 标准液的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

A—维生素 D₃ 标准液的平均紫外吸光度；

$E_{1cm}^{1\%}$ —维生素 D₃ 的百分吸光系数；

P—色谱纯度，主峰面积占扣除空白试剂峰后的所有峰面积之和的百分比。

4.1.8 维生素 D₃ 的色谱纯度 P 的测定

4.1.8.1 试样溶液制备

同4.1.7

4.1.8.2 色谱条件

色谱柱：PAH C_{18} 柱，柱长 150mm，柱内径 4.6mm，粒径 3 μ m，或相当者。

柱温：35℃。

流动相：甲醇-水(95+5)。

流速：0.4mL/min。

波长：264nm。

进样量：20 μ L。

4.1.8.3 计算方法

以无水乙醇为空白参比，用面积归一化法计算主峰面积占扣除空白试剂峰后的所有峰面积之和的百分比。

4.2 维生素 B_1 的测定

本方法修改采用 GB 5009.84-2016《食品安全国家标准 食品中维生素 B_1 的测定第一法》的方法。本方法与 GB 5009.84-2016 第一法相比，主要差异为省略了样液高压处理、酶解的步骤。

4.2.1 试剂和材料

本方法所用试剂除另有规定外均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 1) 正丁醇。
- 2) 铁氰化钾。
- 3) 氢氧化钠。
- 4) 浓盐酸。
- 5) 冰乙酸。
- 6) 甲醇：色谱纯。
- 7) 维生素 B_1 标准品：盐酸硫胺素($C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$)，CAS:67-03-8，纯度 $\geq 99.0\%$ 。
- 8) 铁氰化钾溶液(20g/L)：称取 2g 铁氰化钾，用水溶解并定容至 100ml。临用前配制。
- 9) 氢氧化钠溶液(100g/L)：称取 25g 氢氧化钠，用水溶解并定容至 250ml。
- 10) 碱性铁氰化钾溶液：将 5ml 铁氰化钾溶液与 200ml 氢氧化钠溶液混合。临用前配制。
- 11) 盐酸溶液(0.1mol/L)：吸取 8.5ml 浓盐酸，加水稀释至 1000ml，摇匀。
- 12) 盐酸溶液(0.01mol/L)：吸取 0.1mol/L 盐酸 50ml，用水稀释并定容至 500ml。
- 13) 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 之间，加水定容至 1000ml。经 0.45 μ m 微孔滤膜过滤。

14) 标准溶液

a. 维生素 B₁ 标准储备液 (500 μg/mL): 精密称取经五氧化二磷或者氧化钙干燥 24h 的盐酸硫胺素标准品 63.5mg (精确至 0.01mg), 用 0.01mol/L 盐酸溶解并定容于 100ml 容量瓶中。置于 0~4℃ 冰箱中, 保存期为 3 个月。

b. 维生素 B₁ 标准中间液: 准确吸取 2.00ml 标准储备液用水稀释并定容至 100ml, 临用前配制。

c. 维生素 B₁ 标准工作液: 分别吸取维生素 B₁ 标准中间液 0ml、0.50ml、1.00ml、2.00ml、5.00ml、10.00ml, 用水稀释并定容至 100ml, 制成标准系列工作液, 临用前配制。

4.2.2 仪器和设备

4.2.2.1 超声波振荡器

4.2.2.2 高效液相色谱仪, 带荧光检测器。

4.2.2.3 天平: 感量为 0.01mg

4.2.2.4 pH 计: 精度为 0.01

4.2.2.5 料理机

4.2.3 试样预处理

4.2.3.1 取样品适量, 磨成粉末, 精密称取样品约 1.0g (精确到 0.0001g) 于 200ml 棕色容量瓶中, 加 0.1mol/L 盐酸溶液超声 10min, 并稀释至刻度, 摇匀, 精密吸取上述液 10.00mL 置 50mL 棕色容量瓶中(或根据试样中维生素 B₁ 的含量适当稀释), 用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度, 置于 4000 转/分钟离心 10min, 滤过, 取滤液即得

4.2.3.2 样液衍生化

4.2.3.3 分别取维生素 B₁ 标准工作液、上述滤液各 10.00ml 于 50ml 具塞比色管中, 加入 5ml 碱性铁氰化钾, 充分混匀后, 加 10.00ml 正丁醇, 涡旋混匀约 3min, 静置或 4000 转/分钟离心 10min, 待充分分层后, 取上清液经 0.45 μm 有机微孔滤膜过滤, 供测试用。

4.2.3.4 同法处理样品加标(添加适量标准物质或标准溶液)及试剂空白。

4.2.4 色谱条件

色谱柱: C₁₈ 反相色谱柱(粒径 5 μm, 250mm×4.6mm)或相当者。

流动相: 0.05mol/L 乙酸钠溶液-甲醇=65+35。

流速: 0.70ml/min。

检测波长: 激发波长 375nm, 发射波长 435nm。

进样量: 10 μL。

4.2.5 标准曲线绘制

将维生素 B₁ 标准系列工作液衍生物依次按上述推荐色谱条件上机测定, 记录色谱峰面积。以峰面积为纵坐标, 浓度为横坐标, 绘制标准曲线。

4.2.6 样液测定

将样液衍生物按上述色谱条件进样测定, 根据标准曲线计算得到样液中维生素 B₁ 的浓度。

4.2.7 结果计算

试样中维生素 B₁（以硫胺素计）的含量计算：

$$X = \frac{C \times V \times f \times 100}{m \times 1000}$$

式中：

X ——试样中维生素 B₁ 的含量，单位为毫克每百克（mg/100g）；

C ——从标准曲线得到的维生素 B₁ 待测液的浓度，单位为微克每毫升（ug/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）。

注：试样中测定的硫胺素含量乘以换算系数 1.271，即得盐酸硫胺素的含量。

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%。

4.3 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，使用二甲基亚砷溶解样品，并置于 85℃ 恒温水浴锅中振摇溶解。

4.3.1 试剂和材料

本方法所用试剂除另有规定外均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.3.1.1 三水乙酸钠。

4.3.1.2 冰乙酸。

4.3.1.3 浓盐酸。

4.3.1.4 甲醇：色谱纯。

4.3.1.5 二甲基亚砷。

4.3.1.6 维生素 B₂ 标准品（C₁₇H₂₀N₄O₆，CAS 号：83-88-5）：纯度：≥97.0%。

4.3.1.7 盐酸溶液（1+1）：量取 100ml 浓盐酸缓慢倒入 100ml 水中，摇匀。

4.3.1.8 盐酸溶液（0.12mol/L）：吸取 1ml 盐酸，用水稀释并定容至 100mL。

4.3.1.9 盐酸溶液（0.1mol/L）：吸取 9mL 盐酸，用水稀释并定容至 1000mL。

4.3.1.10 乙酸钠溶液（0.1mol/L）：准确称取 13.60g 三水乙酸钠，加 900mL 水溶解，用水定容至 1000mL。

4.3.1.11 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。

4.3.1.12 标准溶液

4.3.1.12.1 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 0.1mg) 的维生素 B₂ 标准品, 加入盐酸溶液 (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。

4.3.1.12.2 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 0.12mol/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。

4.3.1.12.3 维生素 B₂ 标准储备液的浓度计算

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

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, pH3.8) 的吸光度。

4.3.1.12.4 维生素 B₂ 标准中间液: 准确吸取 10.00mL 标准储备液用水稀释并定容至 100mL。

$$\text{维生素 B}_2 \text{ 标准中间液浓度计算: } C_1 = P \times \frac{10}{100}$$

4.3.1.12.5 维生素 B₂ 标准工作液: 分别吸取维生素 B₂ 标准中间液 0.00mL、0.50mL、1.00mL、2.00mL、5.00mL、10.00mL, 用水稀释并定容至 100mL。

4.3.2 仪器和设备

4.3.2.1 超声波振荡器。

4.3.2.2 高效液相色谱仪, 带荧光检测器。

4.3.2.3 天平: 感量为 0.01mg。

4.3.2.4 pH 计: 精度为 0.01。

4.3.2.5 料理机。

4.3.2.6 恒温水浴锅。

4.3.2.7 0.45um 微孔水相滤膜。

4.3.3 试样处理

4.3.3.1 取样品适量, 磨成粉末, 精密称取样品约 1.0g (精确到 0.0001g), 置于 100mL 棕色容量瓶中, 加 30mL 二甲基亚砜, 置于 85℃ 恒温水浴锅中振摇溶解后, 取出, 待冷却至室温后, 用水稀释至刻度, 摇匀, 精密吸取上述液 5.00mL 置 50mL 棕色容量瓶中 (或根据试样中维生素 B₂ 的含量适当稀释), 用水稀释至刻度, 取滤液再经 0.45um 微孔水相滤膜过滤即得。

4.3.3.2 同法处理样品加标 (添加适量标准物质或标准溶液) 及试剂空白。

4.3.4 色谱条件

4.3.4.1 色谱柱: C₁₈ 反相色谱柱 (粒径 5 μm, 250mm×4.6mm) 或相当者。

- 4.3.4.2 流动相：0.05mol/L 乙酸钠溶液-甲醇=65+35。
 4.3.4.3 流 速：0.70ml/min。
 4.3.4.4 检测波长：激发波长 462nm，发射波长 522nm。
 4.3.4.5 进样量：20 μ L。

4.3.5 标准曲线绘制

将维生素 B₂ 标准系列工作依次按上述色谱条件上机测定，记录色谱峰面积。以峰面积为纵坐标，标准系列工作浓度为横坐标，绘制标准曲线。

4.3.6 试液测定

将试液按上述色谱条件进样测定，根据标准曲线得到待测液中维生素 B₂ 的浓度。

4.3.7 结果计算

试样中维生素 B₂ (以核黄素计) 的含量计算：

$$X = \frac{C \times V \times f}{m \times 1000} \times 100$$

式中：

X —— 试样中维生素 B₂ 的含量，单位为毫克每百克 (mg/100g)；

C —— 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 (μ 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；

1000 —— 将浓度单位 μ g/mL 换算为 mg/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%。

4.4 维生素 C 的测定

4.4.1 原理

样品加半胱氨酸还原，使氧化型维生素 C 转化为还原型维生素 C，经 C₁₈ 色谱柱分离，用紫外检测器检测，以外标法定量计算总维生素 C 的含量。

4.4.2 试剂和材料

所用试剂除另有规定外均为分析纯，实验用水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.4.2.1 维生素 C 标准品：经认证并授予标准物质证书的标准物质。

- 4.4.2.2 0.1%草酸的溶液：称取约 1.0g 草酸，加水溶解并定容至 1000mL 的容量瓶中。
- 4.4.2.3 半胱氨酸溶液（还原溶液）：称取半胱氨酸还原剂约 400.0mg，置 100mL 容量瓶中，用水超声溶解并稀释至刻度，摇匀，即得。

4.4.3 仪器

- 4.4.3.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器或 DAD 检测器
- 4.4.3.2 超声波振荡器
- 4.4.3.3 天平：感量为 0.01mg
- 4.4.3.4 料理机。

4.4.4 标准曲线的制备

- 4.4.4.1 维生素 C 标准储备液：精密称取维生素 C 对照品约 12mg（精确到 0.01mg）于 10ml 棕色容量瓶中，加 0.1%草酸溶液适量，超声溶解，并以 0.1%草酸溶液稀释至刻度，摇匀，备用。
- 4.4.4.2 维生素 C 标准工作液：分别吸取标准储备液 0.00ml、0.10ml、0.20ml、0.40ml、0.60ml、0.80ml，置 25ml 棕色容量瓶中，用 0.1%草酸溶液稀释至刻度，制成维生素 C 标准系列溶液，经 0.45um 微孔滤膜过滤后，待测定。

4.4.5 试样预处理

供试品溶液的制备：取适量样品磨成粉末，精密称取样品约 1.0g（精确到 0.0001g），置 100ml 棕色容量瓶中，加 25ml 半胱氨酸溶液还原，超声溶解 5min，取出，置暗处静置反应 5min，用 0.1%草酸溶液稀释定容至刻度，摇匀；吸取上述液 5ml 至 50ml 棕色容量瓶中，用 0.1%草酸溶液稀释至刻度（或根据试样中维生素 C 的含量适当稀释），混匀，经 0.45um 微孔滤膜过滤后，待测定。

同时处理样品加标（于样品中加入适量维生素 C 标准储备液）及试剂空白。

4.4.6 测定

4.4.6.1 色谱条件

- 4.4.6.1.1 色谱柱：C₁₈ 色谱柱（250mm×4.6mm）色谱柱或具有同等性能的色谱柱。
- 4.4.6.1.2 流动相：0.1%草酸溶液
- 4.4.6.1.3 流速：0.5mL/min
- 4.4.6.1.4 柱温：25℃
- 4.4.6.1.5 检测波长：243nm
- 4.4.6.1.6 进样量：20 μL

4.4.6.2 标准曲线绘制

将维生素 C 标准系列工作液依次按上述色谱条件上机测定，记录色谱峰面积。以峰面积为纵坐标，以维生素 C 标准工作液浓度为横坐标，绘制维生素 C 标准曲线。

4.4.6.3 样品测定

样液经高效液相色谱仪分析，测得峰面积，采用外标法通过上述标准曲线计算其浓度。

同法测定样品加标及试剂空白。

4.4.7 分析结果的表述

样品中维生素C(以L-抗坏血酸计)的含量计算:

$$X = \frac{C \times F \times V}{M \times 1000} \times 100$$

式中:

X ——样品中维生素C的含量, 单位为毫克每百克 (mg/100g);

C ——样品进样溶液的浓度, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/ml}$);

F ——稀释倍数;

V ——试样定容体积, 单位为毫升 (ml);

M ——样品质量, 单位为克 (g);

100——换算系数;

1000——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。

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对值不得超过算术平均值的10%。

4.5 叶酸的测定

本公司除采用国家标准规定的微生物法测定叶酸含量外, 也可采用与该方法效果相当的已商品化的叶酸酶联免疫检测试剂盒对产品中的叶酸含量进行测试。本试剂盒采用间接竞争 ELISA 方法, 在酶标板微孔条上预包被偶联抗原, 样本中含有的叶酸和酶标板微孔条上预包被的偶联抗原竞争抗叶酸的抗体, 加入酶标二抗后, 用 TMB 底物显色, 样本吸光度值与其所含叶酸的含量成负相关, 与标准曲线比较, 再乘以其对应的稀释倍数, 即可得出样本中叶酸的含量。

酶联免疫试剂盒检测法

4.5.1 设备

4.5.1.1 微孔板酶标仪 450/630nm。

4.5.1.2 涡旋仪。

4.5.1.3 离心机。

4.5.1.4 天平: 感量 0.01g。

4.5.1.5 微量移液器。

4.5.2 材料和试剂

4.5.2.1 叶酸酶联免疫检测试剂盒

4.5.2.2 氯化钠

4.5.2 溶液的配制

4.5.3.1 叶酸标准储备液($20\mu\text{g/mL}$): 精密称取 10mg 标准品, 加氢氧化钠乙醇溶液溶解并定容至 500mL 棕色容量瓶, 置于 $2^{\circ}\text{C} \sim 8^{\circ}\text{C}$ 冰箱可保存 3 个月。

叶酸标准储备液浓度标定: 准确吸取 1.0mL 叶酸标准储备液至 5mL 容量瓶中, 用氢氧化钠溶液定容至刻度。用紫外-可见分光光度计, 于比色杯厚度 1cm, 波长 256nm 条件下, 以氢氧化钠乙醇溶液调零点, 测定 3 次标准溶液吸光度值, 取平均值按下式计算标准储备液浓度。

$$C1 = \frac{\bar{A}}{E} \times M \times 5 \times 1000$$

C1—标准储备液中叶酸浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

$\bar{A}$ —平均吸光度值；

E—摩尔消光系数，数值为24500；

M—叶酸相对分子质量，数值为441.42；

5—稀释倍数；

1000—由克每升换算为微克每毫升的换算系数；

4.5.4 样本前处理步骤

4.5.4.1 样本处理前须知

4.5.4.1.1 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。

4.5.4.1.2 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。

4.5.4.1.3 未处理的样本需 $2^{\circ}\text{C} \sim 8^{\circ}\text{C}$ 环境保存。

4.5.4.1.4 处理好的样本不可保存，应立即用于点样。

4.5.4.2 样本前处理

称取均质后的样本 0.5g 至离心管中，加入 5ml 2%氯化钠溶液，超声溶解，静置 5min，吸取 100 μL 上清液至离心管中，加入 900 μL 复溶工作液，用涡旋仪涡动 30s，使样本充分混匀，吸取 100 μL 上述样液至另一离心管中，加入 900 μL 复溶工作液，用涡旋仪涡动 30s，充分混匀。取 50 μL 用于分析。同法测定样品加标（添加适量标准物质）及试剂空白。

注：可依据叶酸的含量适当调整稀释倍数。

4.5.5 检测步骤

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。

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。

4.5.6 定量分析：样本吸光度值与其所含叶酸的含量成负相关。

4.5.6.1 百分吸光率的计算：标准品或样本的百分吸光率等于标准品或样本的平均吸光度值（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—标准品或样本溶液的平均吸光度值

B_0 —0 $\mu\text{g}/100\text{g}$ 标准溶液的平均吸光度值

4.5.6.2 标准曲线的绘制：以标准品百分吸光率为纵坐标，以叶酸标准品浓度 (ng/g) 的对数为横坐标，绘制标准曲线图。

4.5.6.3 样液中叶酸的浓度 $C(\text{ng/g, ppb})$ ：将样本百分吸光率代入标准曲线中，从标准曲线读出样本所对应的浓度，乘以其对应的稀释倍数。

4.5.6.4 试样中叶酸的含量计算：将样品的叶酸实际浓度减去试剂空白浓度，再除以样品称样量。见下式：

$$\textcircled{1} X = \frac{(C_{\text{样品}} - C_{\text{试剂空白}})}{m_{\text{样品的称样量}} \times 1000} \times 100 \quad \textcircled{2} X = \frac{(C_{\text{样品}} - C_{\text{试剂空白}})}{m_{\text{样品的称样量}} \times 1000} \times \text{片重}$$

式中：

X——试样中叶酸的含量，单位为微克每百克($\mu\text{g}/100\text{g}$)或微克每片($\mu\text{g}/\text{片}$)；

C——样液中叶酸的浓度，单位为纳克每克(ng/g , ppb)；

m——试样的质量，单位为克(g)；

片重——样品的标示片重或平均片重。

注：当含量以每片计时，用公式②计算。

4.5.7 检测方法灵敏度、准确度、精密度、回收率

4.5.7.1 试剂盒灵敏度： $0.1\mu\text{g}/100\text{g}$

4.5.7.2 样本最低检测限：

4.5.7.2.1 保健品..... $100\mu\text{g}/100\text{g}$

4.5.7.3 准确度：成品奶、奶粉、谷物、保健品..... $90\%\pm 15\%$

4.5.7.4 精密度：试剂盒的板内、板间变异系数均小于10%。

注：不同试剂盒在试剂配制、操作方法等方面有差异，以试剂盒说明书为准。

4.6 维生素 B₁₂ 的测定

本方法修改采用 GB 5009.285-2022《食品安全国家标准 食品中维生素 B₁₂ 的测定 第一法》的方法。本方法与 GB 5009.285-2022 第一法相比，主要差异为省略了样液酶解步骤，直接以水为提取液，在色谱条件方面洗脱方式由梯度洗脱改为等度洗脱。

4.6.1 试剂和材料

除非另有说明，在分析中所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.6.1.1 乙腈：色谱纯。

4.6.1.2 甲醇：优级纯。

4.6.1.3 乙醇。

4.6.1.4 三氟乙酸。

4.6.1.5 维生素 B₁₂（氰钴胺素）标准品（CAS：68-19-9）：纯度 $\geq 99\%$ ，或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

4.6.1.6 维生素 B₁₂ 免疫亲和柱（1000ng，3ml）

4.6.1.7 标准溶液

4.6.1.7.1 维生素 B₁₂ 标准储备液（ $1000\mu\text{g}/\text{ml}$ ）：精密称取维生素 B₁₂ 标准品约 10mg（精确至 0.01mg），至 10ml 棕色容量瓶中，加 5%乙醇超声溶解并定容至刻度，冷藏保存。

4.6.1.7.2 维生素 B₁₂ 标准中间液（ $10\mu\text{g}/\text{ml}$ ）：准确吸取维生素 B₁₂ 标准储备 1ml 至 100ml 棕色容量瓶中，用水稀释至刻度得到维生素 B₁₂ 的标准中间液，冷藏保存。

4.6.1.7.3 维生素 B₁₂ 标准系列工作液：分别吸取 0 μl 、30 μl 、60 μl 、150 μl 、200 μl 、400 μl 的标准中间液于 10ml 棕色容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，制成标准系列溶液。

4.6.2 仪器和设备

4.6.2.1 超声波清洗器

4.6.2.2 高效液相色谱仪，带紫外检测器或二极管阵列检测器。

4.6.2.3 天平：感量为 0.01mg。

4.6.2.4 超声清洗器。

4.6.2.5 料理机。

4.6.2.6 离心机。

4.6.3 试样溶液的制备

4.6.3.1 取适量样品磨成粉末,精密称取均质后样品约 2.0g(精确到 0.0001g)于 50ml 棕色容量瓶中,加水混匀,置于超声清洗器中超声提取约 30min,取出,用水定容至刻度,摇匀。将上述液转移至 50ml 离心管中,样液经 4000r/min 离心 15min 后取出,取 10ml 上清液过免疫亲和柱,以约 2-3mL/min (1-2 滴/秒)流速缓慢通过免疫亲和柱,直至液面下降到亲和柱管体(未完全流干),用 10.0mL 水以 2-3mL/min (1-2 滴/秒)流速淋洗亲和柱,弃去全部流出液,抽干;用 3ml 色谱甲醇分 3 次洗脱,流速为 1-2 mL/min (1 滴/秒),收集全部洗脱液于玻璃试管中,于 60℃下氮气浓缩吹干后,用流动相定容至 1ml,涡旋 30s 溶解残留物。取上述样液经 0.22um 滤膜过滤后上机测定。

4.6.3.2 同时同法处理样品加标(添加适量的标准物质或者标准溶液)及试剂空白。

4.6.4 测定

4.6.4.1 色谱参考条件

4.6.4.1.1 色谱柱: C₁₈ (150mm×4.6mm) 色谱柱或其他等效色谱柱。

4.6.4.1.2 流动相: 0.025%三氟乙酸: 乙腈 (87:13)

4.6.4.1.3 流速: 0.8ml/min。

4.6.4.1.4 检测波长: 361nm。

4.6.4.1.5 柱温: 40℃

4.6.4.1.6 进样量: 100uL 或根据仪器情况选择合适进样量。

4.6.4.2 标准曲线绘制

将维生素B₁₂标准系列工作液依次按上述色谱条件上机测定,记录色谱峰面积。以峰面积为纵坐标,工作液浓度为横坐标,绘制标准曲线。

4.6.4.3 试液测定

将试剂空白、试样溶液和加标样品溶液按上述色谱条件进样测定,根据标准曲线得到试液中维生素B₁₂的浓度。

4.6.5 分析结果的表述

试样中维生素B₁₂的含量计算:

$$X = \frac{C \times V \times f}{m \times 1000} \times 100$$

式中: X——试样中维生素B₁₂的含量,单位微克每百克(ug/100g);

C——样品制备液中维生素 B₁₂ 的浓度,单位为纳克每毫升 (ng/ml);

V——试样定容体积,单位为毫升 (ml);

f——试样稀释倍数;

m——试样的质量,单位为克 (g);

1000 ——换算系数

100——换算系数。

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,结果保留两位有效数字。
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15%。

4.7 重量差异指标

应符合《中华人民共和国药典》中“制剂通则”项下片剂的规定。

5 生产加工过程中的卫生要求

应符合GB 17405的要求。

6 检验规则

6.1 原料要求

原料入库前应由厂质量监督检验部门按原料要求标准检验，合格后方可入库使用。

6.2 组批

以同一批投料、同一生产日期、连续生产的包装完好的产品为一组批。

6.3 抽样方法和数量

在生产线或仓库内按每批产品包装件数（指基本包装箱）的1‰随机抽样，不足1千件者按1千件计。每批产品抽样数量不少于350g或至少8个独立包装，分别用于感官检验、重量差异和理化指标检验、微生物指标检验及留样。

6.4 出厂检验

产品出厂须经工厂检验部门逐批检验，合格证后方可出厂。出厂检验项目包括感官要求、重量差异、水分、灰分、蛋白质、维生素E、维生素C、维生素B₁、锌、菌落总数、大肠菌群。

6.5 型式检验

型式检验是对产品质量进行的全面考核，正常生产时每年进行一次，检验项目包括本标准技术要求中的全部项目。有下列情况之一时亦应进行型式检验。

- a) 产品正式投入生产时；
- b) 正式生产后，如主要原辅料来源有较大变化或更换主要生产设备，可能影响产品质量时；
- c) 出厂检验与上一次型式检验结果有较大差异时；
- d) 长期停产6个月以上，恢复生产时；
- e) 食品安全监督部门提出进行型式检验的要求时。

6.6 判定规则

所检项目检验结果全部符合本标准规定时，判该批产品为合格品。微生物指标不符合本标准要求时，判该批产品为不合格品，不得复检。除微生物指标外，其它项目检验结果不符合本标准要求时，可以在原批次产品中双倍抽样复检一次，判定以复检结果为准。复检后仍有一项或一项以上不符合标准，则判该批产品为不合格品。

7 标签、标志、包装、运输、贮存

7.1 标签、标志

产品标签应符合GB 7718、GB 16740的规定。产品外包装应符合GB/T 191的规定。

7.2 包装

产品采用塑料瓶或复合膜包装，每瓶 80 片或每包 1 片，每片重 1.5g。包装材料塑料瓶应符合 YBB00122002、封口膜应符合 GB 9683、复合膜应符合 GB/T 28118 的规定。产品过度包装应符合 GB 23350 的要求。运输用纸箱应符合 GB/T 6543 的要求。产品的包装形式、包装规格也可按市场需求约定。

7.3 运输

运输工具必须清洁、干燥、无异味、无污染；运输时应防雨、防潮、防暴晒；装卸时轻放轻卸，不得与有毒、有害、有异味或其他可能影响产品品质的物品混装、混运。

7.4 贮存

产品应储存于干燥、通风的仓库内；仓库周围应无气污染；不得与有毒、有害、有异味、易挥发、易腐蚀或其他可能影响产品品质的物品同库储存。包装箱离墙应有20cm以上的距离，底部应有10cm以上的垫板。

8 保质期

在符合本标准规定的条件下，产品保质期为24个月。

附录 A
(规范性附录)
原料要求

A.1 醋酸视黄酯

A.1.1 定义

本品由明胶、玉米淀粉、醋酸视黄酯、白砂糖、二丁基羟基甲苯预处理而成。质量要求应符合表A.1的规定。

表A.1 醋酸视黄酯质量要求

项 目	指 标
感官要求	淡黄色粉末，具有本品特有的滋、气味，无异味
维生素A, IU/g	≥ 500000
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
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、麦芽糊精、柠檬酸钠、柠檬酸预处理而成。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
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（续表）

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 维生素D₃

A.3.1 定义

本品由维生素D₃、辛烯基琥珀酸淀粉钠、蔗糖、抗坏血酸钠、辛，癸酸甘油酯、二氧化硅、dl-α-生育酚预处理而成。质量要求应符合表A.3的规定。

表A.3 维生素 D₃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
维生素D ₃ ，IU/g	≥ 100000
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
霉菌和酵母，CFU/g	≤ 50
沙门氏菌	≤ 0/25g
金黄色葡萄球菌	≤ 0/25g

A.4 d-α-醋酸生育酚

A.4.1 定义

本品由d-α-醋酸生育酚、二氧化硅预处理而成。质量要求应符合表A.4的规定。

表A.4 d-α-醋酸生育酚质量要求

项 目	指 标
感官要求	类白色、白色或浅黄色粉末，具有本品特有的滋、气味，无异味
维生素E，g/100g	≥ 47.0
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

表 A.4 d-α-醋酸生育酚质量要求（续表）

项 目	指 标
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.5 核黄素

A.5.1 定义

本品由核黄素、玉米淀粉、单，双甘油脂肪酸酯预处理而成。质量要求应符合表A.5的规定。

表A.5 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
水分，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

附 录 B
(规范性附录)
辅料要求

B.1 牛奶香精

由麦芽糊精、天然香味复合物（源自乳制品）、辛烯基琥珀酸淀粉钠、六偏磷酸钠、香兰素、乙基麦芽酚、 γ -壬内酯、丁酸乙酯等预处理而成。质量要求应符合表B.1的规定。

表 B.1 牛奶香精质量要求

项 目	指 标
感官要求	本品为类白色至淡黄色粉末
水分, g/100g	20.0
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

B.2 包衣预混剂

由聚乙烯醇、吐温80、滑石粉、聚乙二醇预处理而成。质量要求应符合表B.2的规定。

表 B.2 包衣预混剂质量要求

项 目	指 标
感官要求	本品为类白色粉末
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