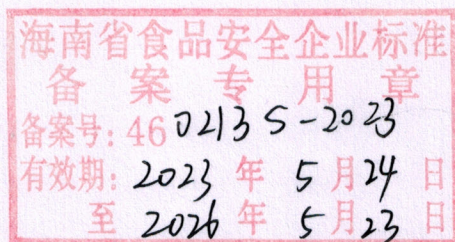


Q/HYB

海南食品安全企业标准

Q/HYB 0007S—2023

维都盖新牌多种维生素矿物质颗粒 (甜橙味)



2023-05-01 发布

2023-05-30 实施

海南葫芦娃医疗保健生物科技有限公司 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。

本标准由海南葫芦娃医疗保健生物科技有限公司提出。

本标准由海南葫芦娃医疗保健生物科技有限公司起草。

本标准附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 为规范性附录。

本标准主要编写人：刘景萍、胡俊斌、何彦博、羊诚德。

本标准首次发布。

维都盖新牌多种维生素矿物质颗粒（甜橙味）

1 范围

本标准规定了维都盖新牌多种维生素矿物质颗粒（甜橙味）的技术要求、生产加工过程中的卫生要求，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 L-乳酸钙、乳酸锌、富硒酵母、L-抗坏血酸、盐酸硫胺素、核黄素、盐酸吡哆醇为原料，添加白砂糖，柠檬酸，甜菊糖苷，三氯蔗糖，甜橙香精为辅料，经粉碎、过筛、混合、制粒、总混、分装及包装等生产工艺制成的，其功效成分为钙、锌、硒、维生素 B₁、维生素 B₂、维生素 B₆、维生素 C，具有补充多种维生素矿物质保健功能的保健食品维都盖新牌多种维生素矿物质颗粒（甜橙味）的生产控制、检验、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/T 317 白砂糖

GB 1886.235 食品安全国家标准 食品添加剂 柠檬酸

GB 1903.11 食品安全国家标准 食品营养强化剂 乳酸锌

GB 1903.21 食品安全国家标准 食品营养强化剂 富硒酵母

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 5009.11 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 5009.17 食品安全国家标准 食品中总汞及有机汞的测定

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 14751 食品安全国家标准 食品添加剂 维生素 B₁（盐酸硫胺）

GB 14752 食品安全国家标准 食品添加剂 维生素 B₂（核黄素）

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 14754 食品安全国家标准 食品添加剂 维生素 C（抗坏血酸）

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 25531 食品安全国家标准 食品添加剂 三氯蔗糖

GB 25555 食品安全国家标准 食品添加剂 L-乳酸钙

GB 30616 食品安全国家标准 食品用香精 YBB 00172002 聚酯/铝/聚乙烯药品包装用复合膜、袋

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》

卫生部《保健食品标识规定》(卫监发(1996)第 38 号)

《中华人民共和国药典》

3 技术要求

3.1 原辅料要求

3.1.1 L-乳酸钙：应符合 GB 25555 的规定。

3.1.2 乳酸锌：应符合 GB 1903.11 的规定。

3.1.3 富硒酵母：应符合 GB 1903.21 的规定。

3.1.4 维生素 B₁：应符合 GB 14751 的规定。

3.1.5 维生素 B₂：应符合 GB 14752 的规定。

3.1.6 维生素 B₆：应符合 GB 14753 的规定。

3.1.7 维生素 C：应符合 GB 14754 的规定。

3.1.8 白砂糖：应符合 GB/T 317 的规定。

3.1.9 柠檬酸：应符合 GB 1886.235 的规定。

3.1.10 甜菊糖苷：应符合 GB 1886.355 的规定。

3.1.11 三氯蔗糖：应符合 GB 25531 的规定。

3.1.12 甜橙香精：应符合 GB 30616 的规定。

3.2 功效成分指标

应符合表 1 的规定。

表1 功效成分指标

项 目	指 标	检验方法
每袋含 锌 (以 Zn 计)	1.50~2.50mg	GB 5009.14
每袋含 钙 (以 Ca 计)	150~250mg	GB 5009.92
每袋含 硒 (以 Se 计)	6.3~10.3 μg	GB 5009.93
每袋含 维生素 B ₁ (以硫胺素计)	0.24~0.54mg	附录 A
每袋含 维生素 B ₂ (以核黄素计)	0.24~0.54mg	附录 B
每袋含 维生素 B ₆ (以吡哆醇计)	0.16~0.36mg	附录 C
每袋含 维生素 C (以 L-抗坏血酸计)	16.0~36.0mg	附录 D

3.3 保健功能

补充多种维生素矿物质。

3.4 感官要求

应符合表2的要求。

表2 感官要求

项 目	要 求	检验方法
色 泽	类白色至浅黄色	按 GB 16740 感官要求检验方法
滋味、气味	味甜，微酸，具有橙香气味	
状 态	颗粒，无正常视力可见的外来异物	

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
粒度（不能通过一号筛与能通过五号筛的总和），% ≤	15	《中华人民共和国药典》
溶化性	全部溶化或轻微浑浊	《中华人民共和国药典》
水分，g/100g ≤	6.0	GB 5009.3
灰分，g/100g ≤	15.0	GB 5009.4
铅（以 Pb 计），mg/kg ≤	0.2	GB 5009.12
总砷（以 As 计），mg/kg ≤	0.3	GB 5009.11
总汞（以 Hg 计），mg/kg ≤	0.02	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 ≤	25000	GB 4789.2
大肠菌群，MPN/g ≤	0.92	GB 4789.3 “MPN 计数法”
霉菌和酵母菌，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
注：样品的采样及处理按 GB 4789.1 执行。		

3.7 装量差异指标

应符合《中华人民共和国药典》中“制剂通则”项下颗粒剂的规定。

4 生产加工过程的卫生要求

应符合 GB 17405 的要求。

5 检验规则

5.1 原辅料检验

原辅料入库前应由厂质量监督检验部门按要求标准检验，合格后方可入库使用。

5.2 组批

以同一批投料、同一生产线生产、同一生产班次生产的包装完好的同一规格产品为一组批。

5.3 抽样

每批产品按包装盒件数的 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 500g，抽样数量的 1/2 用于感官、理化指标和功效成分指标检验，1/4 用于微生物指标检验，1/4 用于留样。

5.3 出厂检验

产品应由生产企业的质量检验部门检验合格并附合格证方可出厂，产品出厂检验项目为感官要求、水分、粒度、溶化性、功效成分指标、菌落总数、大肠菌群、霉菌和酵母菌及装量差异指标。

5.4 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) 主要原辅料来源有较大改变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) 食品安全监管部门提出进行型式检验的要求时。

5.5 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。

6 标签、标志、包装、运输和贮存

6.1 标签、标志

产品标签应符合 GB 7718 及《保健食品标识规定》的规定；产品运输包装标志应符合 GB/T 191 的要求。

6.2 包装

产品内包装材料符合 YBB 00172002 的规定；中包装用纸盒包装；运输包装为纸箱，纸箱上的包装储运图示标志应符合 GB/T 191 的规定。规格：5g/袋。包装规格：10 袋/盒、20 袋/盒，或根据市场需求包装。

6.3 运输

运输工具应保持清洁，不得与有毒、有害、有异味或影响产品质量的物品混装运输。运输时防止挤

压、碰撞、爆晒、雨淋，装卸时应轻搬、轻放。

6.4 贮存

产品应密封，置于常温干燥处保存，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。

7 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)
维生素 B₁ 的测定

A.1 维生素B₁的测定

A.1.1 原理

试样经稀酸介质溶解后,溶液用碱性铁氰化钾溶液衍生,正丁醇萃取后,经 C₁₈ 反相色谱柱分离,用高效液相色谱-荧光检测器检测,外标法定量。

A.2 试剂和材料

A.2.1 维生素B₁对照品:盐酸硫胺素(C₁₂H₁₇ClN₄OS·HCl, CAS:67-03-8),纯度≥98%,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

A.2.2 正丁醇(CH₃CH₂CH₂CH₂OH),分析纯。

A.2.3 铁氰化钾[K₃Fe(CN)₆],分析纯。

A.2.4 氢氧化钠(NaOH),分析纯。

A.2.5 盐酸(HCl),分析纯。

A.2.6 乙酸钠(CH₃COONa·3H₂O),分析纯。

A.2.7 冰乙酸(CH₃COOH),分析纯。

A.2.8 甲醇(CH₃O),色谱纯。

A.2.9 水,符合GB/T6682规定的一级水。

A.2.10 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。

A.2.11 氢氧化钠溶液(100g/L):称取25g氢氧化钠,用水溶解并定容至250ml。

A.2.12 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。

A.2.13 盐酸(0.1mol/L):吸取9ml浓盐酸,溶于1000ml水中。

A.2.14 盐酸(0.01mol/L):吸取0.1mol/L盐酸50ml,用水稀释并定容至500ml。

A.2.15 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4.5,定容至1000ml。经0.45 μm微孔滤膜过滤。

A.3 仪器和设备

A.3.1 分析天平(感量0.0001g)

A.3.2 超声波振荡器

A.3.3 pH计:精度为0.01

A.3.4 离心机:转速≥4000r/min

A.3.5 高效液相色谱仪(配置荧光检测器)

A.4 分析步骤

A.4.1 对照品溶液制备

A.4.1.1 维生素B₁对照品储备液(250 μg/ml)

精密称取维生素B₁对照品28.0mg(精确至0.1mg),相当于25mg硫胺素,用0.01mol/L盐酸溶液溶解并定容至100ml。

A.4.1.2 维生素B₁标准中间液(10 μg/ml)

准确吸取2.00ml对照品储备液用水稀释并定容至50ml,临用前配制。

A.4.1.3 维生素B₁标准系列工作液

分别吸取维生素B₁标准中间液0.50ml、1.00ml、2.00ml、4.00ml、5.00ml,用水定容至50ml,制成标准系列工作液,临用前配制。

A.4.2 试液制备

A.4.2.1 试样预处理

取样品适量,磨成粉末,精密称取样品约1.0g于100ml棕色容量瓶中,加0.01mol/L盐酸溶液20ml,超声5min,并用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取滤液即得。

A.4.2.2 样液衍生化

分别取上述滤液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,强烈振荡约3min,静置10min充分分层,取上清液经有机微孔滤膜过滤,供测试用。

另取10.00ml标准系列工作液,与试液同步进行衍生化。

注1:室温条件下衍生产物在4h内稳定。

注2:A.4.2.1和A.4.2.2操作过程应在避免强光照射的环境下进行。

A.4.3 色谱条件

色谱柱:C₁₈反相色谱柱(粒径5 μm,250mm×4.6mm)色谱柱。

流动相:0.05mol/L乙酸钠溶液-甲醇(65:35)

流速:0.8ml/min。

检测波长:激发波长375nm,发射波长435nm。

进样体积:20 μl。

A.4.4 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。

A.4.5 样液测定

将样液衍生物按上述色谱条件进样测定,从标准曲线中得样液中维生素B₁的浓度。

A.4.6 结果计算

试样中维生素B₁(以硫胺素计)的含量计算:

$$X = \frac{\rho \times V \times M}{m \times 1000}$$

式中:

X—试样中维生素B₁的含量,单位为毫克每袋(mg/袋);

ρ—从标准曲线中得样液中维生素B₁的浓度,单位为微克每毫升(μg/ml);

V—试液(提取液)的定容体积,单位为毫升(ml);

M—平均装量,单位为克每袋(g/袋);

m—试样质量,单位为克(g)。

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%。

注:试样中测定的盐酸硫胺素含量乘以换算系数0.8919,即得硫胺素的含量。

附 录 B
(规范性附录)
维生素 B₂的测定

B.1 维生素B₂的测定

B.1.1 原理

试样经稀酸介质溶解后，定容过滤，滤液经反相色谱柱分离，高效液相色谱荧光检测器检测，外标法定量。

B.2 试剂和材料

B.2.1 维生素B₂对照品：核黄素(C₁₇H₂₀N₄O₆, CAS:83-88-5), 纯度≥98%, 或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

B.2.2 氢氧化钠(NaOH)，分析纯。

B.2.3 盐酸(HCl)，分析纯。

B.2.4 三水乙酸钠(CH₃COONa · 3H₂O)，分析纯。

B.2.5 冰乙酸(CH₃COOH)，分析纯。

B.2.6 甲醇(CH₃OH)，色谱纯。

B.2.7 水，符合GB/T6682规定的一级水。

B.2.8 盐酸溶液(0.01mol/L)：吸取0.9ml盐酸，用水稀释并定容至1000ml。

B.2.9 盐酸溶液(1+1)：量取100ml盐酸，缓慢倒入100ml水中，混匀。

B.2.10 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4.5，用水定容至1000ml。经0.45μm微孔滤膜过滤。

B.3 仪器和设备

B.3.1 分析天平(感量0.0001g)

B.3.2 超声波振荡器

B.3.3 pH计：精度为0.01

B.3.4 高效液相色谱仪(配置荧光检测器)

B.4 分析步骤

B.4.1 对照品溶液制备

B.4.1.1 维生素B₂对照品储备液(100 μg/ml)

精密称取维生素B₂对照品10.0mg(精确至0.1mg)，置于100ml棕色量瓶中，加入2ml盐酸溶液(1+1)，超声溶解后，用水定容至刻度。

B.4.1.2 维生素B₂对照品中间液(10 μg/ml)

准确吸取5.00ml标准储备液用水稀释并定容至50ml，此溶液中维生素B₂浓度为10 μg/ml。临用前配制。

B.4.1.3 维生素B₂标准系列工作液

分别准确吸取维生素B₂对照品中间液0.50ml、1.00ml、2.00ml、4.00ml、5.00ml，置50ml棕色量瓶中，加水定容至刻度，制成标准系列工作液，该标准系列工作液浓度分别为0.10 μg/ml、0.20 μg/ml、0.40 μg/ml、0.80 μg/ml、1.00 μg/ml。临用前配制。

B.4.2 试液制备

取试样适量，磨成粉末，精密称取样品约1.0g于200ml棕色容量瓶中，加0.01mol/L HCl溶液20ml，超声5min，加水稀释至刻度，摇匀，经0.45 μm微孔水相滤膜过滤即得。

B.4.3 色谱条件

色谱柱：C₁₈反相色谱柱（粒径5 μm，150mm×4.6mm）色谱柱或相当者。

流动相：0.05mol/L 乙酸钠溶液-甲醇（65：35）

流速：1.0ml/min。

检测波长：激发波长462nm，发射波长522nm。

进样体积：20 μl。

B.4.4 标准曲线绘制

将维生素B₂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，标准系列工作液浓度为横坐标，绘制标准曲线。

B.4.5 样液测定

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。

B.4.6 结果计算

试样中维生素B₂（以核黄素计）的含量计算：

$$X = \frac{\rho \times V \times M}{m \times 1000}$$

式中：

X—试样中维生素B₂的含量，单位为毫克每袋（mg/袋）；

ρ—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（μg/ml）；

V—试样稀释体积，单位为毫升（ml）；

M—平均装量，单位为克（g/袋）；

m—试样质量，单位为克（g）；

1000—将浓度单位μg/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%。

附 录 C
(规范性附录)
维生素 B₆的测定

C.1 维生素B₆的测定

C.1.1 原理

试样经提取等前处理后,经 C₁₈ 色谱柱分离,高效液相色谱-荧光检测器检测,外标法定量测定维生素 B₆ (吡哆醇) 的含量。

C.2 试剂和材料

C.2.1 维生素B₆对照品: 盐酸吡哆醇 (C₈H₁₁NO₃ · HCl, CAS: 58-56-0), 纯度>98%, 或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

C.2.2 盐酸(HCl), 分析纯

C.2.3 冰乙酸(CH₃COOH), 分析纯

C.2.4 辛烷磺酸钠(C₈H₁₇NaO₃S)

C.2.5 三乙胺 (C₆H₁₅N), 色谱纯

C.2.6 甲醇(CH₃O), 色谱纯

C.2.7 水, 符合GB/T6682规定的一级水

C.2.8 盐酸溶液(0.1mol/L): 吸取9mL盐酸, 用水稀释并定容至1000mL

C.3 仪器和设备

C.3.1 分析天平 (感量0.0001g)

C.3.2 超声波振荡器

C.3.3 pH计: 精度为0.01

C.3.4 高效液相色谱仪(配置荧光检测器)

C.4 分析步骤

C.4.1 对照品溶液制备

C.4.1.1 维生素B₆对照品储备液(1mg/ml)

精密称取维生素B₆对照品30.4mg, 置于25mL棕色量瓶中, 用0.1mol/L盐酸溶液溶解后定容至25mL, 摇匀, 即得。

C.4.1.2 维生素B₆对照品中间液 (20 μg/ml)

准确吸取2.00mL维生素B₆对照品储备液, 用水稀释并定容至100mL, 摇匀, 即得。临用前配制。

C.4.1.3 维生素B₆标准系列工作液

分别准确吸取维生素B₆对照品中间液0.50mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、5.00mL, 置于100mL棕色量瓶中, 加水定容至刻度, 制成标准系列工作液, 该标准系列工作液浓度分别为0.10 μg/mL、0.20 μg/mL、0.40 μg/mL、0.60 μg/mL、1.00 μg/mL。临用前配制。

C.4.2 试液制备

取试样适量,磨成粉末,精密称取样品约 1.0g 于 100ml 棕色容量瓶中,加 0.1mol/L HCl 溶液 20ml,超声 5min,加水稀释至刻度,摇匀,经 0.45 μm 微孔水相滤膜过滤即得。

注:操作过程应避免强光照射。

C.4.3 色谱条件

色谱柱: C₁₈ 反相色谱柱 (粒径 5 μm, 150mm×4.6mm) 色谱柱或相当者。

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 μm 微孔滤膜过滤;

流速: 1.0ml/min;

柱温: 30℃;

检测波长: 激发波长 293nm, 发射波长 395nm;

进样体积: 10 μl。

C.4.4 标准曲线绘制

将维生素B₆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, 标准系列工作液浓度为横坐标, 绘制标准曲线。

C.4.5 样液测定

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B₆的浓度。

C.4.6 结果计算

试样中维生素 B₆ (以吡哆醇计) 的含量计算:

$$X = \frac{\rho \times V \times M}{m \times 1000}$$

式中:

X—试样中维生素 B₆ 的含量, 单位为毫克每袋 (mg/袋);

ρ—由标准曲线计算得到的试样中维生素 B₆ 的浓度, 单位为微克每毫升 (μg/ml);

V—试样稀释体积, 单位为毫升 (ml);

M—平均装量, 单位为克每袋 (g/袋);

m—试样质量, 单位为克 (g);

1000—将浓度单位 μg/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15%。

注: 试样中测定的盐酸吡哆醇含量乘以换算系数0.8227, 即得吡哆醇的含量。

附 录 D
(规范性附录)
维生素 C 的测定

D.1 维生素C的测定

D.1.1 原理

试样中的抗坏血酸用 0.1%草酸溶液提取后,以 0.1%草酸溶液为流动相,经反相色谱柱分离,其中 L(+)-抗坏血酸,直接用配有紫外检测器的液相色谱仪(波长 254nm)测定;以色谱峰的保留时间定性,外标法定量。

D.2 试剂和材料

D.2.1 维生素C对照品: L-抗坏血酸($C_6H_8O_6$, CAS:50-81-7),纯度 $\geq 98\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

D.2.2 草酸($H_2C_2O_4$),分析纯。

D.2.3 水,符合GB/T6682规定的一级水。

D.3 仪器和设备

D.3.1 分析天平(感量0.0001g)

D.3.2 超声波振荡器

D.3.3 高效液相色谱仪(配置紫外检测器或二级管阵列检测器)

D.4 分析步骤

D.4.1 对照品溶液制备

D.4.1.1 维生素C对照品储备液(700 $\mu\text{g/ml}$)

精密称取维生素C对照品35.0mg,置于50ml棕色量瓶中,加0.1%草酸溶液适量,超声5min使溶解,加0.1%草酸溶液稀释至刻度,摇匀,备用。

D.4.1.2 维生素C标准系列工作液

分别准确吸取维生素C对照品储备液0.2ml、0.5ml、1.0ml、1.5ml、2.0ml,置20ml棕色容量瓶中,用0.1%草酸溶液定容至刻度,制成标准系列工作液,该标准系列工作液浓度分别为7.0 $\mu\text{g/ml}$ 、17.5 $\mu\text{g/ml}$ 、35.0 $\mu\text{g/ml}$ 、52.5 $\mu\text{g/ml}$ 、70.0 $\mu\text{g/ml}$ 。

D.4.2 试液制备

取试样适量,磨成粉末,精密称取样品约 1.0g 于 100ml 棕色容量瓶中,加 0.1%草酸溶液适量,超声溶解 5min,取出,用 0.1%草酸溶液定容至刻度,摇匀,经 0.45 μm 微孔滤膜过滤后,即得。

D.4.3 色谱条件

色谱柱: C_{18} 反相色谱柱(粒径 5 μm , 250mm $\times$ 4.6mm)色谱柱或相当者。

流动相: 0.1%草酸溶液

流速: 0.7ml/min;

柱温: 25 $^{\circ}\text{C}$;

检测波长: 254nm;

进样体积：10 μl。

D.4.4 标准曲线绘制

将维生素C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，标准系列工作液浓度为横坐标，绘制标准曲线。

D.4.5 样液测定

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C的浓度。

D.4.6 结果计算

试样中维生素C（以L-抗坏血酸计）的含量计算：

$$X = \frac{\rho \times V \times M}{m \times 1000}$$

式中：

X—试样中维生素C的含量，单位为毫克每袋（mg/袋）；

ρ—由标准曲线计算得到的试样中维生素C的浓度，单位为微克每毫升（μg/ml）；

V—试样稀释体积，单位为毫升（ml）；

M—平均装量，单位为克每袋（g/袋）；

m—试样质量，单位为克（g）；

1000—将浓度单位 μg/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%。