



# 保健食品产品技术要求



## 华世牌钙锌口服液(柠檬味)

【原料】葡萄糖酸钙, L-乳酸钙, 葡萄糖酸锌

【辅料】纯化水, 木糖醇, 乳酸, 三氯蔗糖, 柠檬香精

【生产工艺】本品经溶解（处方量60%新煮沸的纯化水）、混合（加入3%的活性炭）、过滤、配制、过滤（溶液密闭静置12-16小时）、过滤、灌装、湿热灭菌灭菌（115℃，30min）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】

钠钙玻璃管制口服液体瓶应符合《钠钙玻璃管制口服液体瓶》（YBB00032004-2015）；口服液体瓶用铝塑组合盖应符合《输液瓶用铝塑组合盖》（YBB00402003-2015）。

【感官要求】应符合表1的规定。

表 1 感官要求

项 目	指 标
色 泽	透明液体
滋味、气味	具有本品固有定容滋味、气味，无异味
状 态	均匀液体，无悬浮物，无沉淀物、无正常视力可见外来异物

【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
-----	-----	------







铅（以 Pb计），mg/kg	≤0.02	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
PH 值	4.0~6.0	《中国药典》第四部PH检测法
可溶性固形物，%	≥8.9	GB/T 12143

## 1 Ph值的测定

1.1 仪器：酸度计（Ph计）。

### 1.2 试剂

1.2.1 无二氧化碳的水

1.2.2 标准品来源与纯度：Ph=4.0邻苯二甲酸氢钾缓冲剂；Ph=6.86混合磷酸盐缓冲剂（来源：上海雷磁·创益仪器仪表有限公司）

### 1.3 测定

1.3.1 Ph值标准溶液配制：分别将Ph=4.0邻苯二甲酸氢钾缓冲剂、Ph=6.86混合磷酸盐缓冲剂粉末倒入250ml容量瓶中，以少量无二氧化碳的纯水冲洗缓冲剂塑料袋内壁并入容量瓶中，然后稀释到刻度摇匀备用，得到2组Ph标准缓冲溶液。

1.3.2 校准酸度计：将温度补偿调整至标准液的温度（25℃）处，使用1.4.1的两组缓冲液作2点定位。

1.4测定：用水冲洗电极，再用待测试液洗涤电极，调节试液的温度（25±1）℃。将酸度计温度补偿调整至25℃。换上待测溶液进行测定，测定Ph值并记录。

## 2 饮料中可溶性固形物的测定方法（折光计法）

### 2.1 原理

在20℃条件下，用折光计测量待测样液的折光率，并用折光率与可溶性固形物含量的换算表查得结果或折光计直接读出可溶性固形物含量。

### 2.2 仪器

2.2.1 阿贝折光仪

### 2.3 样品处理

2.3.1 将试样充分混匀，直接测定。

2.3.2 测定前按照说明书校正仪器。

2.3.4 用末端熔圆之玻璃棒蘸取试液2滴~3滴，滴于折光仪棱镜面中央（注意勿使玻璃棒触及镜面）







2.3.5 迅速闭合棱镜，静置1min，使试液均匀无气泡，并充满视野。

2.3.6 对准光源，通过目镜观察接物镜。调节指示规，使视野分成明暗两部，再旋转微调螺旋，使明暗界限清晰，并使其分界线恰在接物镜的十字交叉点上，读取目镜视野中的百分数或折光率，并记录棱镜温度。

#### 2.4 结果计算

如目镜读数标尺刻度为百分数，即为可溶性固形物含量（%）；如目镜读数标尺为折光率，可按GB/T12143-2008《饮料通用分析方法》附录A换算为可溶性固形物含量（%）；将上述百分含量按GB/T12143-2008《饮料通用分析方法》附录B换算为20℃时可溶性固形物含量（%）；

#### 2.5 允许差

同一样品两次测定值之差，不应大于0.5%。取两次测定的算术平均值作为结果，精确到小数点后一位。

### 3 铅的测定

3.1原理：试样消解处理后，经石墨炉原子化，在283.3nm处测定吸光度。在一定浓度范围内铅的吸光度值与铅含量成正比，与标准系列比较定量。

3.2试剂和材料 除非另有说明，本方法所用试剂均为优级纯，水为GB/T6682规定的二级水。

#### 3.2.1试剂

3.2.1.1 硝酸(HNO<sub>3</sub>)。

3.2.1.2 高氯酸(HClO<sub>4</sub>)。

3.2.1.3 磷酸二氢铵(NH<sub>4</sub>H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)。

3.2.1.4 硝酸钯[Pd(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]。

3.2.2 标准品：硝酸铅[Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]，CAS号：10099-74-8]：纯度>99.99%。或经国家认证并授予标准物质证书的一定浓度的铅标准溶液。

#### 3.3试剂配制

3.3.1硝酸溶液(5+95)：量取50mL硝酸，缓慢加入到950mL水中，混匀。

3.3.2硝酸溶液(1+9)：量取50mL硝酸，缓慢加入到450mL水中，混匀。

3.3.3磷酸二氢铵-硝酸钯溶液：称取0.02g硝酸钯，加少量硝酸溶液(1+9)溶解后，再加入2g磷酸二氢铵，溶解后用硝酸溶液(5+95)定容至100mL，混匀。

#### 3.4标准溶液配制

3.4.1铅标准储备液(1000mg/L)：准确称取1.5985g(精确至0.0001g)硝酸铅，用少量硝酸溶液(1+9)溶解，移入1000mL容量瓶，加水至刻度，混匀。

3.4.2铅标准中间液(1.00mg/L)：准确吸取铅标准储备液(1000mg/L) 1.00mL于1000mL容量瓶中，加硝酸溶液(5+95)至刻度，混匀。





3.4.3 铅标准系列溶液:分别吸取铅标准中间液(1.00mg /L) 0mL、0.500mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL和4.00mL于100mL容量瓶中,加硝酸溶液(5+95)至刻度,混匀。此铅标准系列溶液的质量浓度分别为0 μg/L 5.00 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L、30.0 μg/L和40.0 μg/L。

注:可根据仪器的灵敏度及样品中铅的实际含量确定标准系列溶液中铅的质量浓度。

### 3.5 仪器和设备

(注:所有玻璃器皿及聚四氟乙烯消解内罐均需硝酸溶液(1+5)浸泡过夜,用自来水反复冲洗,最后用水冲洗干净)

3.5.1 原子吸收光谱仪:配石墨炉原子化器,附铅空心阴极灯。

3.5.2 分析天平:感量0.1mg和1mg。

3.5.3 可调式电热炉。

3.5.4 可调式电热板。

3.5.5 微波消解系统:配聚四氟乙烯消解内罐。

3.5.6 恒温干燥箱。

3.5.7 压力消解罐:配聚四氟乙烯消解内罐。

### 3.6 分析步骤

3.6.1 试样制备:在采样和试样制备过程中,应避免试样污染。将样品摇匀。

#### 3.6.2 试样前处理

3.6.2.1 微波消解 称取固体试样0.2g~0.8g(精确至0.001g)或准确移取液体试样0.500mL~3.00mL于微波消解罐中,加入5mL硝酸,按照微波消解的操作步骤消解试样,消解条件参考附录A.1。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10mL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。

### 3.7 测定

3.7.1 仪器参考条件 根据各自仪器性能调至最佳状态。参考条件见附录B.1。

3.7.2 标准曲线的制作 按质量浓度由低到高的顺序分别将10 μL铅标准系列溶液和5 μL磷酸二氢铵-硝酸钡溶液(可根据所使用的仪器确定最佳进样量)同时注入石墨炉,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。

3.7.3 试样溶液的测定 在与测定标准溶液相同的实验条件下,将10 μL空白溶液或试样溶液与5 μL磷酸二氢铵-硝酸钡溶液(可根据所使用的仪器确定最佳进样量)同时注入石墨炉,原子化后测其吸光度值,与标准系列比较定量。

3.7.4 分析结果的表述 试样中铅的含量按式(1)计算:

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m \times 1000} \dots\dots\dots(1)$$







式中:

- X —— 试样中铅的含量, 单位为毫克每千克或毫克每升 (mg/kg 或 mg/L);  
 $\rho$  —— 试样溶液中铅的质量浓度, 单位为微克每升 ( $\mu\text{g/L}$ );  
 $\rho_0$  —— 空白溶液中铅的质量浓度, 单位为微克每升 ( $\mu\text{g/L}$ );  
V —— 试样消化液的定容体积, 单位为毫升 (mL);  
m —— 试样称样量或移取体积, 单位为克或毫升 (g 或 mL);  
1000 —— 换算系数。

当铅含量  $< 1.00\text{mg/kg}$  (或  $\text{mg/L}$ ) 时, 计算结果保留两位有效数字。

### 3.8 精密度

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 20%。

## 附录

表A.1 微波消解升温程序

步骤	设定温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	升温时间 (min)	恒温时间 (min)
1	120	5	5
2	160	5	10
3	180	5	10

表B.1 石墨炉原子吸收光谱法仪器参考条件

元素	波长 (nm)	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	干燥	灰化	原子化
铅	283.3	0.5	8~12	85 $^{\circ}\text{C}$ ~120 $^{\circ}\text{C}$ / 40s~50s	750 $^{\circ}\text{C}$ /20s~30s	2300 $^{\circ}\text{C}$ /4s~5s

## 4 总砷的测定

### 4.1 原理

食品试样经湿法消解处理后, 加入硫脲使五价砷预还原为三价砷, 再加入硼氢化钠或硼氢化钾使还原生成砷化氢, 由氩气载入石英原子化器中分解为原子态砷, 在高强度砷空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光, 其荧光强度在固定条件下与被测液中的砷浓度成正比, 与标准系列比较定量。

### 4.2 试剂和材料

注: 除非另有说明, 本方法所用试剂均为优级纯. 水为 GB/T6682 规定的一级水。

#### 4.2.1 试剂

4.2.1.1 氢氧化钠 (NaOH)。

4.2.1.2 氢氧化钾 (KOH)。







- 4.2.1.3 硼氢化钾( $\text{KBH}_4$ ):分析纯。
- 4.2.1.4 硫脲( $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}_2\text{S}$ ):分析纯。
- 4.2.1.5 盐酸( $\text{HCl}$ )。
- 4.2.1.6 硝酸( $\text{HNO}_3$ )。
- 4.2.1.7 硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )。
- 4.2.1.8 高氯酸( $\text{HClO}_4$ )。
- 4.2.1.9 硝酸镁 $[\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ :分析纯。
- 4.2.1.10 氧化镁( $\text{MgO}$ ):分析纯。
- 4.2.1.11 抗坏血酸( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ )。

#### 4.3 试剂配制

- 4.3.1 氢氧化钾溶液(5g/L):称取5.0g氢氧化钾,溶于水并稀释至1000ml。
- 4.3.2 硼氢化钾溶液(20g/L):称取硼氢化钾20.0g,溶于1000mL 5g/L氢氧化钾溶液中,混匀。
- 4.3.3 硫脲+抗坏血酸溶液:称取10.0g硫脲,加约80mL水,加热溶解,待冷却后加入10.0g抗坏血酸,稀释至100mL。现用现配。
- 4.3.4 氢氧化钠溶液(100g/L):称取10.0g氢氧化钠,溶于水并稀释至100mL。
- 4.3.5 硝酸镁溶液(150g/L):称取15.0g硝酸镁,溶于水并稀释至100mL。
- 4.3.6 盐酸溶液(1+1):量取100mL盐酸,缓缓倒入100mL水中,混匀。
- 4.3.7 硫酸溶液(1+9):量取硫酸100mL,缓缓倒入900mL水中,混匀。
- 4.3.8 硝酸溶液(2+98):量取硝酸20mL,缓缓倒入980mL水中,混匀。

#### 4.4 标准品

三氧化二砷( $\text{As}_2\text{O}_3$ )标准品:纯度 $\geq 99.5\%$ 。

#### 4.5 标准溶液配制

- 4.5.1 砷标准储备液(100mg/L,按As计):准确称取于100℃干燥2h的三氧化二砷0.0132g,加100g/L氢氧化钠溶液1mL和少量水溶解,转入100mL容量瓶中,加入适量盐酸调整其酸度近中性,加水稀释至刻度。4℃避光保存,保存期一年。或购买经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液物质。
- 4.5.2 砷标准使用液(1.00mg/L,按As计):准确吸取1.00mL砷标准储备液(100mg/L)于100mL容量瓶中,用硝酸溶液(2+98)稀释至刻度。现用现配。

#### 4.6 仪器和设备

注:玻璃器皿及聚四氟乙烯消解内罐均需以硝酸溶液(1+4)浸泡24h,用水反复冲洗,最后用去离子水冲洗干净。

- 4.6.1 原子荧光光谱仪。
- 4.6.2 天平:感量为0.1mg和1mg。







- 4.6.3 组织匀浆器。
- 4.6.4 高速粉碎机。
- 4.6.5 控温电热板:50℃~200℃。
- 4.6.6 马弗炉。

#### 4.7分析步骤

##### 4.7.1 试样预处理

##### 4.7.2 试样消解

固体试样称取1.0g~2.5g、液体试样称取5.0g~10.0g(或mL)(精确至0.001g),置于50mL~100mL锥形瓶中,同时做两份试剂空白。加硝酸20mL,高氯酸4mL,硫酸1.25mL,放置过夜。次日置于电热板上加热消解。若消解液处理至1mL左右时仍有未分解物质或色泽变深,取下放冷,补加硝酸5mL~10mL,再消解至2mL左右,如此反复两三次,注意避免炭化。继续加热至消解完全后,再持续蒸发至高氯酸的白烟散尽,硫酸的白烟开始冒山。冷却,加水25mL,再蒸发至冒硫酸白烟。冷却,用水将内溶物转入25mL容量瓶或比色管中,加入硫脲+抗坏血酸溶液2mL,补加水至刻度,混匀,放置30min,待测。按同一操作方法作空白试验。

##### 4.7.3 仪器参考条件

负高压:260V; 砷空心阴极灯电流:50mA~80mA; 载气:氩气; 载气流速:500mL/min; 屏蔽气流速:800mL/min; 测量方式:荧光强度; 读数方式:峰面积。

##### 4.7.4 标准曲线制作

取25mL容量瓶或比色管6支,依次准确加入1.00 μg/mL砷标准使用液0.00mL、0.10mL、0.25mL、0.50mL、1.5mL和3.0mL(分别相当于砷浓度0.0ng/mL、4.0ng/mL、10ng/mL、20ng/mL、60ng/mL、120ng/mL),各加硫酸溶液(1+9)12.5mL,硫脲+抗坏血酸溶液2mL,补加水至刻度,混匀后放置30min后测定。

仪器预热稳定后,将试剂空白、标准系列溶液依次引入仪器进行原子荧光强度的测定。以原子荧光强度为纵坐标,砷浓度为横坐标绘制标准曲线,得到回归方程。

##### 4.7.5 试样溶液的测定

相同条件下,将样品溶液分别引入仪器进行测定。根据回归方程计算出样品中砷元素的浓度。

#### 4.8 分析结果的表述

试样中总砷含量按式(2)计算:

$$X = \frac{(c - c_0) \times V \times 1000}{m \times 1000 \times 1000} \dots\dots\dots (2)$$

式中:







X——试样中砷的含量,单位为毫克每千克(mg/kg)或毫克每升(mg/L);

c——试样被测液中砷的测定浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

c<sub>0</sub>——试样空白消化液中砷的测定浓度,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)或毫升(mL);

1000——换算系数。

计算结果保留两位有效数字。

#### 4.9 精密度

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20%。

#### 4.10 检出限

称样量为1g,定容体积为25mL时,方法检出限为0.010mg/kg,方法定量限为0.040mg/kg。



### 5 总汞的测定

#### 5.1 原理

试样经酸加热消解后,在酸性介质中,试样中汞被硼氢化钾或硼氢化钠还原成原子态汞,由载气(氙气)带人原子化器中,在汞空心阴极灯照射下,基态汞原子被激发至高能态,在由高能态回到基态时,发射出特征波长的荧光,其荧光强度与汞含量成正比,与标准系列溶液比较定量。

#### 5.2 试剂和材料

注:除非另有说明,本方法所用试剂均为优级纯,水为GB/T6682规定的一级水。

##### 5.2.1 试剂

5.2.1.1 硝酸(HNO<sub>3</sub>)。

5.2.1.2 过氧化氢(H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)。

5.2.1.3 硫酸(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)。

5.2.1.4 氢氧化钾(KOH)。

5.2.1.5 硼氢化钾(KBH<sub>4</sub>):分析纯。

##### 5.3 试剂 配制

5.3.1 硝酸溶液(1+9):量取50mL硝酸,缓缓加入450mL水中。

5.3.2 硝酸溶液(5+95):量取5mL硝酸,缓缓加入95mL水中。

5.3.3 氢氧化钾溶液(5g/L):称取5.0g氢氧化钾,纯水溶解并定容至1000mL,混匀。

5.3.4 硼氢化钾溶液(5g/L):称取5.0g硼氢化钾,用5g/L的氢氧化钾溶液溶解并定容至1000mL,混匀。现用现配。

5.3.5 重铬酸钾的硝酸溶液(0.5g/L):称取0.05g重铬酸钾溶于100mL硝酸溶液(5+95)中







5.3.6 硝酸-高氯酸混合溶液(5+1):量取500mL硝酸,100mL高氯酸,混匀。

#### 5.4 标准品

氯化汞( $\text{HgCl}_2$ ):纯度 $\geq 99\%$ 。

#### 5.5 标准溶液配制

5.5.1 汞标准储备液( $1.00\text{mg/mL}$ ):准确称取 $0.1354\text{g}$ 经干燥过的氯化汞,用重铬酸钾的硝酸溶液( $0.5\text{g/L}$ )溶解并转移至 $100\text{mL}$ 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。此溶液浓度为 $1.00\text{mg/mL}$ 。于 $4^\circ\text{C}$ 冰箱中避光保存,可保存2年。或购买经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液物质。

5.5.2 汞标准中间液( $10\mu\text{g/mL}$ ):吸取 $1.00\text{mL}$ 汞标准储备液( $1.00\text{mg/mL}$ )于 $100\text{mL}$ 容量瓶中,用重铬酸钾的硝酸溶液( $0.5\text{g/L}$ )稀释至刻度,混匀,此溶液浓度为 $10\mu\text{g/mL}$ 。于 $4^\circ\text{C}$ 冰箱中避光保存,可保存2年。

5.5.3 汞标准使用液( $50\text{ng/mL}$ ):吸取 $0.50\text{mL}$ 汞标准中间液( $10\mu\text{g/mL}$ )于 $100\text{mL}$ 容量瓶中,用 $0.5\text{g/L}$ 重铬酸钾的硝酸溶液稀释至刻度,混匀,此溶液浓度为 $50\text{ng/mL}$ ,现用现配。

#### 5.6 仪器和设备

注:玻璃器皿及聚四氟乙烯消解内罐均需以硝酸溶液(1+4)浸泡24h,用水反复冲洗,最后用去离子水冲洗干净。

5.6.1 原子荧光光谱仪。

5.6.2 天平:感量为 $0.1\text{mg}$ 和 $1\text{mg}$ 。

5.6.3 微波消解系统。

5.6.4 控温电热板( $50^\circ\text{C}\sim 200^\circ\text{C}$ )。

5.6.5 超声水浴箱。

#### 5.7 分析步骤

5.7.1 试样预处理:在采样和试样制备过程中,应避免试样污染。将样品摇匀。

##### 5.7.2 试样消解 微波消解法

称取固体试样 $0.2\text{g}\sim 0.5\text{g}$ (精确到 $0.001\text{g}$ )、新鲜样品 $0.2\text{g}\sim 0.8\text{g}$ 或液体试样 $1\text{mL}\sim 3\text{mL}$ 于消解罐中,加入 $5\text{mL}\sim 8\text{mL}$ 硝酸,加盖放置过夜,旋紧罐盖,按照微波消解仪的标准操作步骤进行消解(消解参考条件见附录A表A.2)。冷却后取出,缓慢打开罐盖排气,用少量水冲洗内盖,将消解罐放在控温电热板上或超声水浴箱中,于 $80^\circ\text{C}$ 加热或超声脱气 $2\text{min}\sim 5\text{min}$ ,赶走棕色气体,取出消解内罐,将消化液转移至 $25\text{mL}$ 塑料容量瓶中,用少量水分3次洗涤内罐,洗涤液合并于容量瓶中并定容至刻度,混匀备用;同时作空白试验。

##### 5.7.3 测定

###### 5.7.3.1 标准曲线制作

分别吸取 $50\text{ng/mL}$ 汞标准使用液 $0.00\text{mL}$ 、 $0.20\text{mL}$ 、 $0.50\text{mL}$ 、 $1.00\text{mL}$ 、 $1.50\text{mL}$ 、 $2.00\text{mL}$ 、 $2.50\text{mL}$ 于 $50\text{mL}$ 容量瓶中,用硝酸溶液(1+9)稀释至刻度,混匀。各自相当于汞浓度为 $0.00\text{ng/}$





mL、0.20ng/mL、0.50ng/mL、1.00ng/mL、1.50ng/mL、2.00ng/mL、2.50ng/mL。

### 5.7.3.2 试样溶液的测定

设定好仪器最佳条件,连续用硝酸溶液(1+9)进样,待读数稳定之后,转入标准系列测量,绘制标准曲线。转入试样测量,先用硝酸溶液(1+9)进样,使读数基本回零,再分别测定试样空白和试样消化液,每测不同的试样前都应清洗进样器。试样测定结果按式(3)计算。

### 5.7.3.3 仪器参考条件

光电倍增管负高压:240V;汞空心阴极灯电流:30mA;原子化器温度:300℃;载气流速:500 mL/min;屏蔽气流速:1000mL/min。

### 5.8 分析结果的表述

试样中汞含量按式(3)计算:

$$X = \frac{(c - c_0) \times V \times 1000}{m \times 1000 \times 1000} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

X——试样中汞的含量,单位为毫克每千克或毫克每升(mg/kg或mg/L);

c——测定样液中汞含量,单位为纳克每毫升(ng/mL);

c<sub>0</sub>——空白液中汞含量,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);

1000——换算系数;

m——试样质量,单位为克或毫升(g或mL)。

计算结果保留两位有效数字。

### 5.9 精密度

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20%。

### 5.10 其他

当样品称样量为0.5g,定容体积为25mL时,方法检出限0.003mg/kg,方法定量限0.010mg/kg。

## 附录

表A.2

步骤	功率(1600W) 变化/%	温度/℃	升温时间/min	保温时间/min
1	50	80	30	5
2	80	120	30	7
3	100	160	30	5







【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/ml	$\leq 1000$	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/ml	$\leq 0.43$	GB 4789.3 MPN 计数法
霉菌和酵母, CFU/ml	$\leq 50$	GB 4789.15
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25\text{ml}$	GB 4789.10
沙门氏菌	$\leq 0/25\text{ml}$	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 功效成分指标

项 目	指 标	检测方法
每支含 钙 (以Ca计)	100.8-151.2 mg	GB 5009.92-2016
每支含 锌 (以Zn计)	1.6-2.4 mg	GB 5009.14-2017

## 1 钙的测定

### 1.1原理:

试样经消解处理后,加入铜溶液作为释放剂,经原子吸收火焰原子化,在422.7nm处测定的吸光度值在一定浓度范围内与钙含量成正比,与标准系列比较定量。

### 1.2 试剂

1.2.1 硝酸 ( $\text{HNO}_3$ )。

1.2.2 高氯酸 ( $\text{HClO}_4$ )。

1.2.3 盐酸 ( $\text{HCl}$ )。

1.2.4 氧化镧 ( $\text{La}_2\text{O}_3$ )。

### 1.3 试剂配制







1.3.1 硝酸溶液（5+95）：量取50ml硝酸，加入950ml水，混匀。

1.3.2 硝酸溶液（1+1）：量取500ml硝酸，与500ml水混合均匀。

1.3.3 盐酸溶液（1+1）：量取500ml盐酸，与500ml水混合均匀。

1.3.4 镧溶液（20g/L）：称取23.45g氧化镧，先用少量水湿润后再加入75ml盐酸溶液（1+1）溶解，转入1000ml容量瓶中，加水定容至刻度，混匀。

#### 1.4 标准品

碳酸钙（ $\text{CaCO}_3$ ，CAS号471-34-1）：纯度>99.99%，或经国家认证并授予标准物质证书的一定浓度的钙标准溶液。

#### 1.5 仪器

1.5.1 原子吸收光谱仪：配火焰原子化器，钙空心阴极灯。

1.5.2 分析天平：感量为1mg和0.1mg。

1.5.3 可调式电热板。

#### 1.6 标准溶液的配制

1.6.1 钙标准储备液（1000mg/L）：准确称取2.4963g（精确至0.0001g）碳酸钙，加盐酸溶液（1+1）溶剂，移入1000mL容量瓶中，加水定容至刻度，混匀。

1.6.2 钙标准中间液（100mg/L）：准确吸取钙标准储备液（1000mg/L）10mL于100mL容量瓶中，加硝酸溶液（5+95）至刻度，混匀。

1.6.3 钙标准系列溶液：分别吸取钙标准中间液（100mg/L）0mL，0.500mL，1.00mL，2.00mL，4.00mL，6.00mL于100mL容量瓶中，另在各容量瓶中加入5 mL镧溶液（20g/L），最后加硝酸溶液（5+95）定容至刻度，混匀。此钙标准系列溶液中钙的质量浓度分别为0 mg/L，0.500 mg/L，1.00 mg/L，2.00 mg/L，4.00 mg/L，6.00mg/L。

#### 1.7 标准曲线的制备

将钙标准系列溶液按浓度由低到高的顺序分别导入火焰原子化器，测定吸光度值，以标准系列溶液中钙的质量浓度为横坐标，相应的吸光度值为纵坐标，制作标准曲线。

#### 1.8 样品的测定

##### 1.8.1 样品制备

采用五点取样法，在同一批次生产出的产品中取出五组无污染样品摇匀待用。

##### 1.8.2 试样消解







2020016208

### 1.8.2.1 湿法消解

准确移取液体试样 0.500mL~5.00mL 于带刻度消化管中,加入 10mL 硝酸、0.5mL 高氯酸,在可调式电热炉上消解(参考条件: 120℃/0.5h~120℃/1h、升至180℃/2h~180℃/4h、升至200℃~220℃)。若消化液呈棕褐色,再加硝酸,消解至冒白烟,消化液呈无色透明或略带黄色。取出消化管,冷却后用水定容至 25mL,再根据实际测定需要稀释,并在稀释液中加入一定体积的铜溶液(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。亦可采用锥形瓶,于可调式电热板上,按上述操作方法进行湿法消解。

### 1.8.2.2 微波消解

准确移取液体试样0.500mL~3.00mL于微波消解罐中,加入5mL硝酸,按照微波消解的操作步骤消解试样,消解条件参考附录A.冷却后取出消解罐,在电热板上于140℃~160℃赶酸至1 mL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。根据实际测定需要稀释,并在稀释液中加入一定体积铜溶液(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。

### 1.8.3 样品测定

在与测定标准溶液相同的实验条件下,将空白溶液和试样待测液分别导入原子化器,在422.7nm处测定相应的吸光度值,与标准系列比较定量。

### 1.9 结果计算

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times f \times v}{m}$$

式中:

X—试样中钙的含量,单位为毫克每千克或毫克每升(mg/kg 或mg/L);

$\rho$ —试样待测液中钙的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$\rho_0$ —空白溶液中钙的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);







f—试样消化液的稀释倍数；  
V—试样消化液的定容体积，单位为毫升mL；  
m—试样质量或移取体积，单位为克或毫升（g或mL）；  
当钙含量 $\geq 10.0\text{mg/kg}$ 或 $10.0\text{mg/L}$ 时，计算结果保留三位有效数字，当钙含量 $< 10.0\text{mg/kg}$ 或 $10.0\text{mg/L}$ 时，计算结果保留两位有效数字。



附录 A  
微波消解升温程序参考条件  
微波消解升温程序参考条件见表A. 1

表 A. 1 微波消解升温程序参考条件

步骤	设定温度 ℃	升温时间 min	恒温时间 min
1	120	5	5
2	160	5	10
3	180	5	10

附录 B  
火焰原子吸收光谱法参考条件  
火焰原子吸收光谱法参考条件见表B. 1  
表B. 1 火焰原子吸收光谱法参考条件

元素	波长 nm	狭缝 nm	灯电流 mA	燃烧头高度 mm	空气流量 L/min	乙炔流量 L/min
钙	422.7	1.3	5-15	3	9	2

2 锌的测定







## 2.1 原理:

试样经消解后,经火焰原子化,在213.9nm处测定吸光度,在一定浓度范围内锌的吸光度值与锌含量成正比,与标准系列比较定量。

## 2.2 试剂:

2.2.1 除非另有说明,本方法所用试剂均为优级纯,水为GB/T6682规定的二级水。

2.2.2 硝酸( $\text{HNO}_3$ )。

2.2.3 高氯酸( $\text{HClO}_4$ )。

2.2.4 硝酸溶液(5+95):取量50ml硝酸,缓慢加入到950ml水中,混匀。

2.2.5 硝酸溶液(1+1):取量250ml硝酸,缓慢加入到250ml水中,混匀。

## 2.3 仪器

2.3.1 原子吸收光谱仪:配火焰原子化器,锌空心阴极灯。

2.3.2 分析天平:感量为1mg和0.1mg。

2.3.3 可调式电热板。

## 2.4 标准溶液配制

2.4.1 锌标准储备液(1000mg/L):准确称取1.2117g(精确至0.0001g)氧化锌,加少量硝酸溶液(1+1),加热溶解,冷却后移入1000ml容量瓶,加水至刻度,混匀。

2.4.2 锌标准中间液(10.0mg/L):准确吸取锌标准储备液(1000mg/L)1.00ml于100ml容量瓶中,加硝酸溶液(5+95)至刻度,混匀。

2.4.3 锌标准系列溶液:分别准确吸取锌标准中间液0ml、1.00ml、2.00ml、4.00ml、8.00ml和10.00ml于100ml容量瓶中,加硝酸溶液(5+95)至刻度,混匀。此锌标准系列溶液的质量浓度分别为0mg/L、0.100mg/L、0.200mg/L、0.400mg/L、0.800mg/L、1.00mg/L。

## 2.5 标准曲线的绘制

将锌标准系列溶液按浓度由低到高的顺序分别导入火焰原子化器,原子化后测定吸光度值,以质量浓度为横坐标,吸光度值为纵坐标,制作标准曲线。

## 2.6 样品测定

### 2.6.1 样品制备

采用五点取样法,在同一批次生产出的产品中取出五组无污染样品摇匀待用。

### 2.6.2 样品消解







### 2.6.2.1 湿法消解

准确移取液体试样0.500mL~5.00mL于带刻度消化管中,加入10mL 硝酸、0.5mL 高氯酸,在可调式电热炉上消解(参考条件:120℃/0.5h~120℃/1h、升至180℃/2h~180℃/4h、升至200℃~220℃)。若消化液呈棕褐色,再加硝酸,消解至冒白烟,消化液呈无色透明或略带黄色。取出消化管,冷却后用水定容至25mL或50mL,混匀备用。同时做试剂空白试验。亦可采用锥形瓶,于可调式电热板上,按上述操作方式进行湿法消解。

### 2.6.2.2 微波消解

准确移取液体试样0.500mL~3.00mL于微波消解罐中,加入5mL硝酸,按照微波消解的操作步骤消解试样,消解条件参考附录A.冷却后取出消解罐,在电热板上于140℃~160℃赶酸至1 mL左右。消解罐放冷后,将消化液转移至25 mL或50mL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,用水定容至刻度,混匀备用。同时做试剂空白试验。

### 2.6.3 样品测定

在与测定标准溶液相同的实验条件下,将空白溶液和试样待测液分别导入原子化器,原子化后测定其吸光度值,与标准系列比较定量。

### 2.7 结果计算

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m}$$

式中:

X——试样中锌的含量,单位为毫克每千克或毫克每升(mg/kg或mg/L);

$\rho$ ——试样溶液中锌的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$\rho_0$







$\rho$ ——空白溶液中锌的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）

$V$ ——试样消化液的定容体积，单位为毫升（ml）；

$m$ ——试样移取的体积，单位为毫升（ml）；

当锌含量 $\geq 10.0\text{mg/kg}$ （或 $\text{mg/L}$ ）时计算结果保留三位有效数字；当锌含量 $< 10.0\text{mg/kg}$ （或 $\text{mg/L}$ ）时计算结果保留两位有效数字。



#### 附录 A

微波消解升温程序参考条件

微波消解升温程序参考条件见表A. 1

表 A. 1 微波消解升温程序参考条件

步骤	设定温度 ℃	升温时间 min	恒温时间 min
1	120	5	5
2	160	5	10
3	180	5	10

#### 附录 B

火焰原子吸收光谱法仪器参考条件

火焰原子吸收光谱法仪器参考条件见表B. 1

表B. 1 火焰原子吸收光谱法仪器参考条件

元素	波长 nm	狭缝 nm	灯电流 mA	燃烧头高度 mm	空气流量 L/min	乙炔流量 L/min
锌	213.9	0.2	3-5	3	9	2

#### 【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“口服溶液剂 口服混悬剂 口服乳剂”的规定。







**【原辅料质量要求】**

- 1、葡萄糖酸钙：应符合GB 15571 《食品安全国家标准 食品添加剂 葡萄糖酸钙》的规定
- 2、L-乳酸钙：应符合GB 25555 《食品安全国家标准 食品添加剂 L-乳酸钙》的规定
- 3、葡萄糖酸锌：应符合GB 8820 《食品安全国家标准 食品添加剂 葡萄糖酸锌》的规定
- 4、木糖醇：应符合GB 1886.234 《食品安全国家标准 食品添加剂 木糖醇》的规定
- 5、乳酸：应符合GB 1886.173 《食品安全国家标准 食品添加剂 乳酸》的规定
- 6、三氯蔗糖：应符合GB 25531 《食品安全国家标准 食品添加剂 三氯蔗糖》的规定
- 7、柠檬香精：应符合《食品用香精》（GB 30616-2014）的规定
- 8、纯化水：应符合现行《中华人民共和国药典》的规定

