



## 国产保健食品备案凭证

|       |  |
|-------|--|
| 产品名称  | 以岭牌钙维生素D维生素K软胶囊                                |
| 备案人   | 石家庄以岭药业股份有限公司                                  |
| 备案人地址 | 石家庄市高新技术开发区天山大街238号                            |
| 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G202013001177                               |
| 附件    | 1 产品说明书；2 产品技术要求                               |
| 备注    |  |

2020年07月08日





附件1

## 保健食品产品说明书

食健备G202013001177

### 以岭牌钙维生素D维生素K软胶囊

【原料】 碳酸钙, 维生素D<sub>3</sub>, 维生素K<sub>2</sub> (发酵法)

【辅料】 大豆油, 明胶, 纯化水, 甘油, 二氧化钛, 蜂蜡, 辛, 癸酸甘油酯, d1- $\alpha$ -生育酚

【功效成分及含量】 每粒含: 钙 250mg 维生素D<sub>3</sub> 3.2 $\mu$ g 维生素K<sub>2</sub> 22 $\mu$ g

【适宜人群】 需要补充钙、维生素D<sub>3</sub>、维生素K<sub>2</sub> 的 7-17 岁人群及成人、孕妇、乳母

【不适宜人群】 6岁以下人群

【保健功能】 补充钙、维生素D、维生素K

【食用量及食用方法】 每日 2 次, 每次 1 粒, 食用方法: 口服

【规格】 1.1 g/粒

【贮藏方法】 密封, 避光保存

【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





附件2

## 保健食品产品技术要求

食健备G202013001177

### 以岭牌钙维生素D维生素K软胶囊

**【原料】** 碳酸钙, 维生素D3, 维生素K2 (发酵法)

**【辅料】** 大豆油, 明胶, 纯化水, 甘油, 二氧化钛, 蜂蜡, 辛, 癸酸甘油酯, d1- $\alpha$ -生育酚

**【生产工艺】** 本品经混合、压丸、干燥、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】**

口服固体药用高密度聚乙烯瓶应符合国家食品药品监督管理总局国家药品包装容器 (材料) 标准《口服固体药用高密度聚乙烯瓶》(YBB00122002-2015) 的规定。

**【感官要求】** 应符合表1的规定。

表 1 感官要求

| 项 目   | 指 标                       |
|-------|---------------------------|
| 色 泽   | 囊皮呈白色至淡黄色, 内容物呈白色至淡黄色     |
| 滋味、气味 | 具有本品特有的滋味、气味, 无异味         |
| 状 态   | 软胶囊, 内容物为混悬液, 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  | ≤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》 |
| 酸价， mgKOH/g      | ≤4.0  | GB 5009.229 |
| 过氧化值， g/100g     | ≤0.25 | GB 5009.227 |
| 黄曲霉毒素B1， μg/kg   | ≤10   | GB 5009.22  |

【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  | ≤3×10 <sup>4</sup> | 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 功效成分指标





2020009749

| 项 目                             | 指 标          | 检测方法                    |
|---------------------------------|--------------|-------------------------|
| 每粒含 钙 (以Ca计)                    | 188-312 mg   | 1 钙的测定                  |
| 每粒含 维生素D <sub>3</sub> (以胆钙化醇计)  | 2.56-5.76 μg | 2 维生素D <sub>3</sub> 的测定 |
| 每粒含 维生素K <sub>2</sub> (以七烯甲萘醌计) | 17.6-35 μg   | 3 维生素K <sub>2</sub> 的测定 |

### 1 钙的测定

参照GB 5009.92 《食品安全国家标准 食品中钙的测定》第二法 EDTA滴定法对样品中的钙进行检测，其中12.2试样消解按照5.2.2微波消解步骤进行操作。

其它步骤按GB 5009.92中的规定进行操作。

### 2 维生素D<sub>3</sub>的测定

参照GB 5009.82 《食品安全国家标准 食品中维生素A、D、E的测定》第四法 规定的方法对样品中的维生素D<sub>3</sub>进行检测，其中对方法中26.2试样制备操作步骤明确如下：

#### 26.2.1 试样处理

取本品20粒，倾出内容物，混合均匀，精密称取1.0g样品于150mL平底烧瓶中，加入20mL温水，加入0.25mL维生素D<sub>2</sub>标准中间使用液，再加入1.0g抗坏血酸和0.1g BHT，涡旋1min，混匀。加入30mL无水乙醇，涡旋30s，加入10~20mL氢氧化钾溶液，边加边振摇，涡旋30s，混匀后，于恒温振荡水浴锅中80℃振荡皂化30min，皂化后立即用冷水冷却至室温。

#### 26.2.5 浓缩

蒸发瓶氮吹至干后，用甲醇分次将蒸发瓶中残留物溶解并转移至5mL棕色容量瓶中，定容至刻度，摇匀，作为测定液，此溶液过0.22 μm有机系滤膜后供反相液相色谱直接测定。

### 27 分析结果的表述

试样中维生素D<sub>3</sub>的含量按下式计算：

$$X = \frac{C \times V \times M}{W}$$

式中：

X—试样中维生素D<sub>3</sub>的含量，μg/粒；

C—由标准曲线算得被测液中维生素D<sub>3</sub>的浓度，μg/mL；

V—试样定容体积，mL；

M—平均装量，g/粒；

W—试样的称样量，g；

计算结果保留三位有效数字。

其它步骤按GB 5009.82中的规定进行操作。

### 3 维生素K<sub>2</sub>的测定

3.1 原理：试样中的维生素K<sub>2</sub>经异丙醇超声提取后，C<sub>18</sub>反相液相色谱柱分离，紫外检测器检测，外标法定量。

#### 3.2 试剂和标准品：





2020009749

3.2.1 维生素K<sub>2</sub>标准品（七烯甲萘醌，MK-7）：CAS号2124-57-4，供含量检测用。

3.2.2 甲醇：色谱纯。

3.2.3 异丙醇（流动相用）：色谱纯。

3.2.4 异丙醇：分析纯。

3.2.5 冰醋酸：分析纯。

3.2.6 水：超纯水。

3.2.7 0.1%冰醋酸溶液：取冰醋酸1 mL，加水定容至1000 mL，摇匀，即得。

### 3.3 仪器和设备

3.3.1 分析天平：感量为0.01 mg。

3.3.2 超声波清洗器。

3.3.3 高效液相色谱仪：带紫外检测器。

### 3.4 分析方法

#### 3.4.1 标准品溶液制备

(1) 维生素K<sub>2</sub>标准溶液：取维生素K<sub>2</sub>标准品适量，精密称定，用异丙醇将其配制成浓度为10 μg/mL的维生素K<sub>2</sub>标准溶液。将溶液密封后，在4℃以下避光保存。

(2) 维生素K<sub>2</sub>标准系列工作溶液：准确吸取维生素K<sub>2</sub>标准溶液2.5mL，5mL，10mL，20mL，30mL于100mL棕色容量瓶中，用异丙醇定容至刻度，该标准系列中维生素K<sub>2</sub>浓度为0.25 μg/mL，0.5 μg/mL，1 μg/mL，2 μg/mL，3 μg/mL。将溶液密封后，在4℃以下避光保存。

#### 3.4.2 供试品溶液制备

取本品20粒，倾出内容物，混合均匀，精密称取1.0g（精确至0.001 g）试样于25mL棕色容量瓶中，加入20mL异丙醇，超声提取20min，取出，冷却至室温，用异丙醇定容至刻度，摇匀，经0.45 μm有机系滤膜滤过，取续滤液供高效液相色谱测定。

#### 3.4.3 色谱参考条件

色谱柱：C<sub>18</sub>柱（柱长250 mm，内径4.6 mm，粒径5 μm）

柱温：50℃

流动相：流动相A：流动相B =50:50

流动相A：甲醇：0.1%冰醋酸溶液=95:5

流动相B：异丙醇

流速：1.0 mL/min

检测波长：270 nm

进样量：50 μL

#### 3.4.4 标准曲线的制作

将维生素K<sub>2</sub>标准系列工作溶液分别注入高效液相色谱仪中，测定相应的峰面积，以峰面积为纵坐标，以标准测定液浓度为横坐标绘制标准曲线，计算直线回归方程。

#### 3.4.5 样品测定

试样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。

### 3.5 分析结果的表述

试样中维生素K<sub>2</sub>的含量按下式计算：

$$X = \frac{C \times V \times M}{W}$$

式中：





X—试样中维生素K<sub>2</sub>的含量， μg/粒；  
 C—由标准曲线算得被测液中维生素K<sub>2</sub>的浓度， μg/mL；  
 V—试样定容体积， mL；  
 M—平均装量， g/粒；  
 W—试样的称样量， g；  
 计算结果保留三位有效数字。

**【装量差异指标】**

应符合《中华人民共和国药典》中“制剂通则”项下胶囊剂的规定。

**【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、维生素D<sub>3</sub>：应符合《中华人民共和国药典》中维生素D<sub>3</sub>的规定
- 3、维生素K<sub>2</sub>（发酵法）：应符合卫生计生委公告2016年第8号的规定
- 4、大豆油：应符合GB/T 1535 《大豆油》的规定
- 5、明胶：应符合现行《中华人民共和国药典》胶囊用明胶的规定
- 6、甘油：应符合现行《中华人民共和国药典》甘油的规定
- 7、二氧化钛：应符合GB 25577 《食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化钛》的规定
- 8、蜂蜡：应符合现行《中华人民共和国药典》蜂蜡的规定
- 9、辛，癸酸甘油酯：应符合GB28302 食品安全国家标准 食品添加剂 辛，癸酸甘油酯的规定
- 10、dl-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（dl-α-生育酚）》的规定
- 11、纯化水：应符合现行《中华人民共和国药典》的规定

**【包埋、微囊化】**

表2.1、包埋（维生素D<sub>3</sub>（油））

| 项 目  | 指 标                                 |
|------|-------------------------------------|
| 感官要求 | 浅黄色至黄色油状液体；具有本品特有的滋味和气味；无正常视力可见外来异物 |





2020009749

|                |                                 |
|----------------|---------------------------------|
| 制法             | 经配料、混合等工艺制成                     |
| 含量             | 2.50~2.75%                      |
| 来源             | 维生素D3、辛，癸酸甘油酯、dl- $\alpha$ -生育酚 |
| 铅（以Pb计），mg/kg  | $\leq 2.0$                      |
| 总砷（以As计），mg/kg | $\leq 1.0$                      |
| 总汞（以Hg计），mg/kg | $\leq 0.3$                      |
| 菌落总数，CFU/g     | $\leq 3 \times 10^4$            |
| 大肠菌群，MPN/g     | $\leq 0.92$                     |
| 霉菌和酵母，CFU/g    | $\leq 50$                       |
| 金黄色葡萄球菌        | $\leq 0/25g$                    |
| 沙门氏菌           | $\leq 0/25g$                    |