

Q/YJK

玉溪健坤生物药业有限公司企业标准

Q/YJK 0006 S—2023

益興瑞牌钙维生素 D 维生素 K 软胶囊

云南省食品安全企业标准备案章
备案号: 5300030S-2023
备案日期: 2023年 8 月 23 日

云南省食品安
备案号: 530
备案日期:

2023 - 08 - 23 发布

2023 - 08 - 28 实施

玉溪健坤生物药业有限公司

发布

前 言

本公司生产的益興瑞®钙维生素 D 维生素 K 软胶囊是以碳酸钙、维生素 D₃、维生素 K₂（发酵法）为主要原料，以明胶、纯化水、大豆油、甘油、二氧化钛为辅料，经均质、混合、压丸、干燥、包装等工艺制作而成，具有补充钙、维生素 D、维生素 K 的保健功能(食健备 G201853001495)。根据相关法律法规，特制定本标准，作为本企业组织生产、检验、贸易、仲裁的依据。

本标准安全性指标根据 GB 16740-2014《食品安全国家标准 保健食品》的规定制定，其中铅指标严于食品安全国家标准，其余指标根据产品实际制定。

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由玉溪健坤生物药业有限公司提出、起草并解释。

本标准主要起草人：陈林先 赵士良

益興瑞牌钙维生素 D 维生素 K 软胶囊

1 范围

本标准规定了益興瑞®钙维生素 D 维生素 K 软胶囊的产品分类、技术要求、检验规则、标志、包装、运输及贮存。

本标准适用于以碳酸钙、维生素 D₃、维生素 K₂（发酵法）为主要原料，以明胶、纯化水、大豆油、甘油、二氧化钛为辅料，经均质、混合、压丸、干燥、包装等工艺制作而成的具有补充钙、维生素 D、维生素 K 保健功能的益興瑞®钙维生素 D 维生素 K 软胶囊。

2 规范性引用文件

本标准中所列的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。

3 技术要求

3.1 原辅料要求

- 3.1.1 碳酸钙：应符合 GB 1886.214 的规定。
- 3.1.2 维生素 D₃：应符合《中国药典》的规定。
- 3.1.3 维生素 K₂（发酵法）：应符合卫生计生委公告 2016 年第 8 号的规定。
- 3.1.4 明胶：应符合 GB 6783 的规定。
- 3.1.5 纯化水：应符合《中国药典》的规定。
- 3.1.6 大豆油：应符合 GB/T 1535 的规定。
- 3.1.7 甘油：应符合《中国药典》的规定。
- 3.1.8 二氧化钛：应符合 GB 1886.341 的规定。

3.2 感官要求

应符合表 1 的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标	检验方法
色泽	内容物为乳白色，均匀一致；囊皮为乳白色	取适量试样置于50ml烧杯或白色瓷盘中，在自然光观察色泽和状态。嗅其气味，用温开水漱口，品其滋味。
滋味、气味	内容物具有本品特有的滋味、气味，无异味	
状态	内容物为乳白色混悬油状物，无正常视力可见外来异物	

3.3 功效成分或标志性成分指标

应符合表2的规定。

表2 功效成分指标

项 目	指 标	检 验 方 法
每粒含 钙（以Ca计），mg	82.5~137.0	GB 5009.92
每粒含 维生素D ₃ （以胆钙化醇计），μg	1.76~3.75	GB 5009.82
每粒含 维生素K ₂ （以七烯甲萘醌计），μg	15.2~25.0	附录A

3.4 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
灰分, g/100g	≤ 80	GB 5009.4
铅（以Pb计），mg/kg	≤ 1.6	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
酸价, mgKOH/g（仅限内容物）	≤ 4.0	GB 5009.229
过氧化值, g/100g（仅限内容物）	≤ 0.25	GB 5009.227
黄曲霉毒素B ₁ , μg/kg	≤ 10.0	GB 5009.22
崩解时限, min	≤ 60	中国药典

3.5 微生物指标

应符合GB 16740的规定。

3.6 装量差异

规格为 0.5 g/粒，应符合《中国药典》中“制剂通则”项下胶囊剂的规定。

3.7 食品添加剂

食品添加剂的使用应符合 GB 2760 的规定。

3.8 生产加工过程的卫生要求

应符合 GB 17405 的规定。

4 检验规则

4.1 组批

以同一原料、同一次投料、同一工艺、同一班次生产的同一规格的产品为一批次。

4.2 抽样

以同班次、同规格的产品为抽样基数，每批产品按 3% 随机抽样，每批样品取样 2 份，每份样品应为全检所需样品的 3 倍量，一份检验，一份留样备查。

4.3 出厂检验

每批产品须经公司质量检验部门检验合格，并出具检验合格证后方可出厂。出厂检验项目按相关规定执行。

4.4 型式检验

型式检验每半年进行一次，型式检验项目为本标准技术要求规定的全部项目，有下列情况之一时，亦应进行型式检验：

- a) 当产品原料、生产工艺、生产设备发生较大改变时；
- b) 停产半年以上重新恢复生产时；
- c) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- d) 国家食品安全监管部门提出进行型式检验时。

4.5 判定规则

检验结果中，微生物指标若有任一项不合格，则判该批产品为不合格；其余指标若有任意一项不合格时，允许用留样进行复检，以复检结果为准。

5 标志、包装、运输、贮存

5.1 标志

- 5.1.1 包装标签、标识应符合 GB 7718 和 GB 16740 的规定。
- 5.1.2 包装储运图示标志应符合 GB/T 191 规定。
- 5.1.3 保健功能：补充钙、维生素 D、维生素 K。
- 5.1.4 适宜人群：需要补充钙、维生素 D₃、维生素 K₂ 的 14-17 岁人群及成人、孕妇、乳母。
- 5.1.5 不适宜人群：13 岁以下人群。
- 5.1.6 食用量及食用方法：每日 2 次，每次 2 粒，食用方法：口服。

5.2 包装

包装材料及容器应符合食品安全标准及有关规定；封口严密，包装牢固。

5.3 运输

运输工具应保持清洁、干燥。运输过程中应避免日晒、雨淋。不得与有毒、有害、有异味或影响产品质量的物品混装运输。装卸时应轻搬、轻放，不得重压。

5.4 贮存

产品应贮存在清洁、卫生、干燥、通风、无异味的库房内。产品离地、离墙堆放，禁止与有毒、有害、有异味、有腐蚀性、易污染的货物混贮、混放。

附 录 A
(规范性附录)
功效成分的检验方法

A.1 益興瑞®钙维生素D维生素K软胶囊中维生素K₂的测定

原理：样品中维生素K₂用溶剂溶解，色谱分离，按正相高效液相色谱法进行检测，与对照品的保留时间比较定性，以峰面积外标法定量。

A.1.1 试剂

A.1.1.1 正己烷（色谱纯）；

A.1.1.2 乙酸乙酯（色谱纯）；

A.1.1.3 正己烷（分析纯）。

A.1.2 维生素K₂（MK-7）对照品

美国USP 维生素K₂（MK-7）对照品，纯度100.0%。

A.1.3 仪器

高效液相色谱仪

电子天平

A.1.4 色谱条件

硅胶色谱柱（250mm×4.6mm，5μm）

检测波长：270nm

柱温：25℃

流动相：正己烷：乙酸乙酯=99.5：0.5

流速：2ml/min

进样量：20μl

A.1.5 对照品溶液的制备

避光操作。精密称取维生素K₂对照品1mg（精确至0.01mg），置于10ml棕色容量瓶中，加入正己烷3ml，超声振荡1min，使其完全溶解后，加正己烷至刻度，摇匀。精密量取上述溶液1ml，置于10ml棕色容量瓶中，加正己烷至刻度，摇匀，用0.45μm有机微孔滤膜过滤，即得对照品溶液。

A.1.6 样品溶液的制备

避光操作。准确称取本品内容物2.1g（精确至0.001g），置于离心管中，加入正己烷1.5~2ml，超声振荡10min，然后在4000r/转的转速下离心3min，将上清液转移至10ml棕色容量瓶中，重复上述操作4次。正己烷定容至刻度，摇匀，用0.45μm有机微孔滤膜过滤，即得样品溶液。

A.1.7 测定

取对照品溶液和样品溶液各20 μ l，按上述色谱条件测定并记录。

A. 1. 8 结果计算

1) 样品中维生素 K₂ (以七烯甲萘醌计) 含量 w_1 (μ g/g)，按下式 (1) 计算：

$$w_1 = \frac{A_1 \times (m_2 / 10) \times w_2}{A_2 \times m_1} \times 1000 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_1 —样品溶液中维生素K₂的峰面积数值；

A_2 —对照品溶液中维生素K₂的峰面积数值；

m_1 —样品质量，单位为克 (g)；

m_2 —对照品溶液中的维生素K₂质量，单位为毫克 (mg)；

w_2 —对照品维生素K₂的质量分数。

2) 每粒样品中维生素 K₂ 质量 m_3 (μ g/粒)，按下式 (2) 计算：

$$m_3 = w_1 \times (0.5\text{g/粒规格的20粒平均装量}) \dots\dots\dots (2)$$

式中：

0.5g/粒规格的20粒平均量—按《中国药典》“制剂通则”软胶囊装量差异 \pm 7.5%限度检查。

