

Q/HYB

海南食品安全企业标准

Q/HYB 0002S—2024

维都盖[®]钙维生素D 维生素K 咀嚼片
(甜橙味)

海南省食品安全企业标准
备案专用章
备案号: 46 000200S-2024
有效期: 2024年5月14日
至 2027年5月13日

2024-04-18 发布

2024-05-18 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 为规范性附录。

本标准主要起草人：李君玲、胡俊斌、何彦博、羊诚德。

本标准为首次发布。

维都盖®钙维生素 D 维生素 K 咀嚼片（甜橙味）

1 范围

本标准规定了维都盖®钙维生素 D 维生素 K 咀嚼片（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。

本标准适用于以碳酸钙、维生素 D₃粉、维生素 K₂粉(发酵法)为原料，添加 D-甘露糖醇，食用葡萄糖，硬脂酸镁，聚维酮 K30，食用玉米淀粉，柠檬酸，甜橙香精，辛烯基琥珀酸淀粉钠，大豆油，白砂糖，三氯蔗糖，单，双甘油硬脂酸酯，抗坏血酸钠，辛，癸酸甘油酯，日落黄，二氧化硅，dl- α -生育酚为原料，经粉碎、过筛、混合、制粒、干燥、压片、包装等生产工艺制成的，其功效成分为钙、维生素 D₃、维生素 K₂，具有补充钙、维生素 D、维生素 K 的保健食品维都盖®钙维生素 D 维生素 K 咀嚼片（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 1886.44 食品安全国家标准 食品添加剂 抗坏血酸钠

GB 1886.65 食品安全国家标准 食品添加剂 单，双甘油脂肪酸酯

GB 1886.91 食品安全国家标准 食品添加剂 硬脂酸镁

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）

GB 1886.235 食品安全国家标准 食品添加剂 柠檬酸

GB 2716 食品安全国家标准 植物油

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 5009.35 食品安全国家标准 食品中合成着色剂的测定

GB 5009.92 食品安全国家标准 食品中钙的测定

GB 6227.1 食品安全国家标准 食品添加剂 日落黄

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 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/T 20880 食用葡萄糖
 GB 22255 食品安全国家标准 食品中三氯蔗糖（蔗糖素）的测定
 GB 23350 限制商品过度包装要求 食品和化妆品
 GB 25531 食品安全国家标准 食品添加剂 三氯蔗糖
 GB 25576 食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化硅
 GB 28302 食品安全国家标准 食品添加剂 辛,癸酸甘油酯
 GB 28303 食品安全国家标准 食品添加剂 辛烯基琥珀酸淀粉钠
 GB 29942 食品安全国家标准 食品添加剂 维生素 E(dl- α -生育酚)
 GB 30616 食品安全国家标准 食品用香精
 GB 31637 食品安全国家标准 食用淀粉
 YBB00122002 口服固体药用高密度聚乙烯瓶
 YBB00122005 固体药用纸袋装硅胶干燥剂
 YBB00152005 药用聚酯/铝/聚乙烯封口垫片
 国家卫生和计划生育委员会公告 2016 年第 8 号《关于海藻酸钙等食品添加剂新品种的公告》
 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 碳酸钙：应符合 GB 1886.214 的规定。
- 3.1.2 维生素 D₃粉：应符合附录 A 的规定。
- 3.1.3 维生素 K₂粉（发酵法）：应符合国家卫生和计划生育委员会公告 2016 年第 8 号的规定。
- 3.1.4 D-甘露糖醇、聚维酮 K30：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 3.1.5 食用葡萄糖：应符合 GB/T 20880 的规定。
- 3.1.6 硬脂酸镁：应符合 GB 1886.91 的规定。
- 3.1.7 柠檬酸：应符合 GB 1886.235 的规定。
- 3.1.8 甜橙香精：应符合 GB 30616 的规定。
- 3.1.9 辛烯基琥珀酸淀粉钠：应符合 GB 28303 的规定。
- 3.1.10 大豆油：应符合 GB 2716 的规定。
- 3.1.11 白砂糖：应符合 GB/T 317 的规定。
- 3.1.12 三氯蔗糖：应符合 GB 25531 的规定。
- 3.1.13 单,双甘油硬脂酸酯：应符合 GB 1886.65 的规定。
- 3.1.14 抗坏血酸钠：应符合 GB 1886.44 的规定。
- 3.1.15 辛,癸酸甘油酯：应符合 GB 28302 的规定。
- 3.1.16 日落黄：应符合 GB 6227.1 的规定。
- 3.1.17 二氧化硅：应符合 GB 25576 的规定。

- 3.1.18 dl- α -生育酚：应符合 GB 29942 的规定。
- 3.1.19 食用淀粉：应符合 GB 31637 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
钙（以 Ca 计），mg/片	250~375	GB 5009.92
维生素 D ₃ （以胆钙化醇计）， μ g/片	4.0~9.0	附录 B
维生素 K ₂ （以七烯甲萘醌计）， μ g/片	24.0~54.0	卫生计生委公告 2016 年第 8 号附录 3 “维生素 K ₂ （发酵法）”中规定的方法

3.3 保健功能

具有补充钙、维生素 D、维生素 K 保健功能。

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	淡粉色片	取适量试样置于白色瓷盘中，在自然光线下观察其色泽、状态，嗅其气味，用温开水漱口，品其滋味
滋味、气味	味甜，微酸，具有香橙气味	
状 态	片剂，完整光洁，无裂片，无正常视力可见的外来杂质	

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
水分，g/100g $\leq$	5.0	GB 5009.3
灰分，g/100g $\leq$	75.0	GB 5009.4
铅（以 Pb 计），mg/kg $\leq$	2.0	GB 5009.12
总砷（以 As 计），mg/kg $\leq$	1.0	GB 5009.11
总汞（以 Hg 计），mg/kg $\leq$	0.3	GB 5009.17
日落黄，g/kg $\leq$	0.1	GB 5009.35

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

3.7 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。

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、钙、维生素 D₃、维生素 K₂、菌落总数、大肠菌群、霉菌和酵母及重量差异指标。

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。

- 产品正式投入生产时;
- 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;
- 出厂检验与上一次型式检验结果有较大差异时;
- 长期停产 6 个月以上,恢复生产时;
- 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、GB 16740 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

产品包装用口服固体药用高密度聚乙烯瓶应符合 YBB00122002 的规定,封口垫片应符合 YBB00152005 的规定,干燥剂应符合 YBB00122005 的规定。产品规格为 1.2g/片,包装规格为 60 片/瓶,或按市场要求规格包装;产品销售包装应符合 GB 23350 的要求,外包装箱应符合 GB/T 6543 的规定。

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

产品应于避光、密封、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 D₃粉质量要求

A.1 范围

适用于以维生素D₃为原料，添加辛烯基琥珀酸淀粉钠、白砂糖、抗坏血酸钠、辛, 癸酸甘油酯、二氧化硅、dl-α-生育酚等辅料，通过包埋技术制成的维生素D₃粉。

A.2 质量要求

应符合表A.1的规定。

表A.1 维生素 D₃粉的质量要求

项 目	要 求
感官要求	色泽均匀的粉末或颗粒，具有本品特有的滋气味，无正常视力可见的外来异物
制法	本品经乳化、喷雾、干燥等主要工艺制成
含量, IU/g	90000~110000
来源	由维生素 D ₃ 、辛烯基琥珀酸淀粉钠、白砂糖、抗坏血酸钠、辛, 癸酸甘油酯、dl-α-生育酚、二氧化硅制成
水分, g/100g	≤ 5.0
灰分, g/100g	≤ 5.0
铅（以 Pb 计）, mg/kg	≤ 2.0
砷（以 As 计）, mg/kg	≤ 1.0
汞（以 Hg 计）, mg/kg	≤ 0.1
菌落总数, CFU/g	≤ 1000
大肠菌群, MPN/g	≤ 0.3
霉菌和酵母菌, CFU/g	≤ 50
金黄色葡萄球菌	≤ 0/25g
沙门氏菌	≤ 0/25g

附 录 B
(规范性附录)
功效成分含量测定方法

B.1 维生素D₃的测定

B.1.1 原理

试样中的维生素 D₃经溶液[二甲基亚砷-水(10:2)混合溶液制成每 1ml 中含 2,6-二叔丁基对甲酚 0.2mg 的溶液]超声振荡,0.02%的 2,6-二叔丁基对甲酚的正己烷溶液提取,离心,用高效液相色谱氨基键合硅胶柱分离,紫外或二极管阵列检测器检测,采用外标法定量。

B.2 试剂和材料

B.2.1 维生素D₃标准品:胆钙化醇(C₂₇H₄₄O, CAS号:511-28-4),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 正己烷:色谱纯

B.2.3 异丙醇:色谱纯

B.2.4 二甲基亚砷:分析纯

B.2.5 2,6-二叔丁基对甲酚(C₁₅H₂₄O):简称BHT

B.3 仪器和设备

B.3.1 电子天平:感量为0.1mg

B.3.2 高效液相色谱仪(带紫外检测器或二极管阵列检测器)

B.3.3 超声波振荡器

B.3.4 离心机

B.4 分析步骤(避光操作)

B.4.1 色谱条件与系统适用性试验

用氨基键合硅胶为填充剂;以正己烷-异丙醇(99:1)为流动相;流速为1.5ml/min;柱温:25℃;检测波长为265nm。取对照品溶液在60℃水浴中加热1小时,放冷,量取20μl注入液相色谱仪,记录色谱图,维生素D₃峰和相邻组分峰的分度应不小于5,理论板数以维生素D₃峰计不低于5000,拖尾因子应不大于1.5。

B.4.2 对照品溶液的制备

B.4.2.1 维生素D₃对照品储备液

准确称取维生素D₃标准品20.0mg,置于100ml棕色容量瓶中,用0.02%的2,6-二叔丁基对甲酚的正己烷溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。

B.4.2.2 维生素D₃对照品溶液

准确量取对照品储备溶液1ml,置100ml棕色容量瓶中,加0.02%的2,6-二叔丁基对甲酚的正己烷溶液稀释至刻度,摇匀,即得。

B.4.3 试液制备

取本品 20 片，精密称定，计算每片平均重量，研细，精密称取细粉 12g（约相当于维生素 D₃ 50 μg），置 250ml 具塞三角瓶中，加溶液[二甲基亚砒-水（10:2）混合溶液制成每 1ml 中含 2,6-二叔丁基对甲酚 0.2mg 的溶液]50ml，超声振荡 15 分钟，并时时振摇，保持超声水浴温度不超过 30℃，精密加入 0.02% 的 2,6-二叔丁基对甲酚的正己烷溶液 25ml，振摇 15min，以每分钟 4000 转离心 5min，取上层溶液，避光静置 1 小时后的澄清溶液作为供试品溶液，即得。

B.4.4 样液测定

分别精密量取对照品溶液与供试品溶液各 100 μl 注入高效液相色谱仪中，记录色谱图。按外标法以峰面积计算含量。

B.4.5 分析结果的描述

试样中维生素 D₃ 的含量按下式计算：

$$f = \frac{A_s}{C_s} \quad (\text{式中：} A_s \text{—对照品溶液峰面积；} C_s \text{—对照品溶液浓度，} (\mu\text{g/ml})$$

$$X = \frac{A_u \times V \times M}{W \times F}$$

式中：

X：供试品中维生素 D₃（以胆钙化醇计）的含量，单位为微克每片（μg /片）；

A_u：供试品溶液中维生素 D₃ 的峰面积；

W：供试品称样量（g）；

F：两份对照品 f 值的均值；

V：供试品溶液制备中加入 0.02% 的 2,6-二叔丁基对甲酚的正己烷溶液的体积（ml）；

M：平均重量（g/片）。

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%。