



2024002877

国产保健食品备案凭证

产品名称	容茗轩牌维生素D维生素K软胶囊
备案人	桂之健（广西）健康产业有限公司
备案人地址	南宁市连畴路67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G202445000186
附件	1 产品说明书；2 产品技术要求
备注	

2024年01月18日





2024002377

附件1

保健食品产品说明书

食健备G202445000186

容茗轩牌维生素D维生素K软胶囊

- 【原料】维生素K₂（发酵法），维生素D₃
- 【辅料】橄榄油，明胶，纯化水，甘油
- 【功效成分及含量】每粒含：维生素D₃ 14μg、维生素K₂ 89μg
- 【适宜人群】需要补充维生素D、维生素K的11-17岁人群及成人、孕妇、乳母
- 【不适宜人群】10岁以下人群
- 【保健功能】补充维生素D、维生素K
- 【食用量及食用方法】每日 1 次， 每次 1 粒，食用方法：口服
- 【规格】250 mg/粒
- 【贮藏方法】密封，阴凉干燥处保存
- 【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。





2024002377

附件2

保健食品产品技术要求

食健备G202445000186

容茗轩牌维生素D维生素K软胶囊

【原料】维生素K₂（发酵法），维生素D₃

【辅料】橄榄油，明胶，纯化水，甘油

【生产工艺】本品经混合、过滤、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】

聚乙烯、聚氯乙烯、聚丙烯、聚酯、聚酰胺材质的瓶体、包装膜和复合塑料膜，符合GB 4806.7《食品安全国家标准 食品接触用塑料材料及制品》的规定；铝塑膜以及铝塑复合膜，符合GB/T 28118《食品包装用塑料与铝箔复合膜、袋》的规定；封口用复合塑料盖膜符合GB/T 41220《食品包装用复合塑料盖膜》的规定；玻璃瓶符合GB 4806.5《食品安全国家标准 玻璃制品》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	囊皮无色透明，内容物呈白色至淡黄色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
状 态	软胶囊，完整光洁，无破裂；内容物为油状物，无肉眼可见的外来杂质

【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





2024002377

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，%	≤8.0	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

【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（以整粒计），CFU/	≤30000	GB 4789.2
大肠菌群（以整粒计），MPN/	≤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 功效成分或标志性成分指标

项 目	指 标	检测方法
每粒含 维生素D ₃ （以胆钙化醇计）	11.2-15μg	GB 5009.82 第四法
每粒含 维生素K ₂ （以七烯甲萘醌计）	75-90μg	1. 维生素K ₂ 的测定

1. 维生素K₂的测定

1范围

本标准规定了食品中四烯甲萘醌、七烯甲萘醌、九烯甲萘醌含量的液相色谱测定方法。本标准适用于乳及乳制品、特殊膳食用食品、发酵豆制品和肉及肉制品中四烯甲萘醌、七烯甲萘醌、九烯甲萘醌三种维生素K₂分型的测定。

2原理

试样经脂肪酶、淀粉酶或蛋白酶酶解，采用正己烷提取四烯甲萘醌、七烯甲萘醌、九烯甲萘醌，提取液浓缩后经反相液相色谱分离，锌还原柱柱后衍生，荧光检测器检测，外标法定量。

3试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为GB/T6682规定的一级水。

3.1试剂

3.1.1甲醇(CH₃OH):色谱纯。





2024002377

3.1.2无水乙醇(C_2H_6O)。

3.1.3正己烷(C_6H_{14})。

3.1.4碳酸钾(K_2CO_3)。

3.1.5二氯甲烷(CH_2Cl_2):色谱纯。

3.1.6四氢呋喃(C_4H_8O):色谱纯。

3.1.7冰乙酸($C_2H_4O_2$)。

3.1.8氯化锌($ZnCl_2$)。

3.1.9无水乙酸钠($C_2H_3O_2Na$)。

3.1.10磷酸二氢钾(KH_2PO_4)。

3.1.11淀粉酶:(CAS号:9000-92-4)酶活力 $\geq 4000U/g$ 。

3.1.12脂肪酶:(CAS号:9001-62-1)酶活力 $\geq 40U/g$ 。

3.1.13蛋白酶:(CAS号:9001-73-4)酶活力 $\geq 6000U/mg$ 。

3.1.14氢氧化钾(KOH)。

3.2试剂配制

3.2.1400g/L氢氧化钾溶液:称取20.0g氢氧化钾于100mL烧杯中,用20mL水溶解,冷却后,转移至50mL容量瓶中,加水定容至刻度,混匀,储存于聚乙烯瓶中。

3.2.2磷酸盐缓冲溶液(pH8.0):称取54.0g磷酸二氢钾于500mL烧杯中,用300mL水溶解,用400g/L氢氧化钾溶液(3.2.1)调节pH至 8.0 ± 0.2 ,转移至500mL容量瓶中,加水定容至刻度,混匀。

3.2.3流动相:称取1.5g氯化锌、0.5g无水乙酸钠于1000mL烧杯中,加入500mL甲醇、100mL二氯甲烷(或四氢呋喃)、0.3mL冰醋酸,转移至1000mL容量瓶中,超声溶解后,加甲醇定容至刻度,混匀,用0.22 μm 滤膜过滤。

注:增加二氯甲烷,可以缩短保留时间,最高不宜超过150mL/L。

3.2.4二氯甲烷甲醇溶液(体积比10+90):准确吸取二氯甲烷20mL于200mL容量瓶中,用甲醇稀释并定容至刻度,混匀。

3.3标准品

3.3.1四烯甲萘醌(MK-4)标准品($C_{31}H_{40}O_2$, CAS号:863-61-6):纯度 $\geq 98\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

3.3.2七烯甲萘醌(MK-7)标准品($C_{41}H_{54}O_2$, CAS号:2124-57-4):纯度 $\geq 98\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

3.3.3九烯甲萘醌(MK-9)标准品($C_{51}H_{68}O_2$, CAS号:523-39-7):纯度 $\geq 98\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

3.4标准溶液配制

3.4.1标准储备溶液

3.4.1.1MK-4标准储备溶液(1.0mg/mL):准确称取MK-4标准品25mg(精确至0.1mg),用二氯甲烷甲醇溶液(3.2.4)溶解并定容至25mL,混匀。将溶液储存于棕色玻璃容器中, $-20^\circ C \pm 2^\circ C$ 避光保存,保存期限为6个月。

3.4.1.2MK-7标准储备溶液(1.0mg/mL):准确称取MK-7标准品25mg(精确至0.1mg),用二氯甲烷甲醇溶液(3.2.4)溶解并定容至25mL,混匀。将溶液储存于棕色玻璃容器中, $-20^\circ C \pm 2^\circ C$ 避光保存,保存期限为6个月。

3.4.1.3MK-9标准储备溶液(0.5mg/mL):准确称取MK-9标准品25mg(精确至0.1mg),用二氯甲烷甲醇溶液(3.2.4)溶解并定容至50mL,混匀。将溶液储存于棕色玻璃容器中, $-20^\circ C \pm 2^\circ C$ 避光保存,保存期限为6个月。

3.4.2标准中间溶液

3.4.2.1MK-4和MK-7混合标准中间溶液(10 $\mu g/mL$):分别准确吸取MK-4、MK-7标准储备溶液0.50mL于50mL容量瓶中,用二氯甲烷甲醇溶液(3.2.4)稀释并定容至刻度,混匀。将溶液储存于棕色玻璃容器中, $-20^\circ C \pm 2^\circ C$ 避光保存,保存期限为6个月。

3.4.2.2MK-9标准中间溶液(50 $\mu g/mL$):准确吸取MK-9标准储备溶液5.00mL于50mL容量瓶中,用二氯甲烷甲醇溶液(3.2.4)稀释并定容至刻度,混匀。将溶液储存于棕色玻璃容器中, $-20^\circ C \pm 2^\circ C$ 避光保存,保存期限为6个月。

3.4.3标准工作溶液

分别准确吸取MK-4、MK-7混合标准中间溶液0.025mL、0.050mL、0.10mL、0.30mL、0.50mL、1.0mL于10mL容量瓶中,准确吸取MK-9标准中间溶液0.010mL、0.020mL、0.040mL、0.060mL、0.10mL、0.20mL





2024002377

于上述10mL容量瓶中，用流动相(3.2.3)定容至刻度，混匀。得到MK-4、MK-7标准工作溶液质量浓度分别为0.025 $\mu\text{g/mL}$ 、0.050 $\mu\text{g/mL}$ 、0.10 $\mu\text{g/mL}$ 、0.30 $\mu\text{g/mL}$ 、0.50 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ ，MK-9标准工作溶液质量浓度分别为0.050 $\mu\text{g/mL}$ 、0.10 $\mu\text{g/mL}$ 、0.20 $\mu\text{g/mL}$ 、0.30 $\mu\text{g/mL}$ 、0.50 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 。临用现配。

注：MK-7、MK-9低温高浓度时易过饱和，出现浑浊，可提高溶解温度至 $40^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 超声，至完全溶解，恢复室温使用；所称取的标准品质量是折合纯标准品的质量。

3.5材料

一次性微孔滤膜：0.22 μm ，有机相。

4仪器和设备

4.1液相色谱仪：配有荧光检测器。

4.2电子天平：感量分别为0.1g、1mg和0.01mg。

4.3水平振荡器。

4.4涡旋混合器。

4.5高速离心机(转速 $\geq 6000\text{r/min}$)。

4.6恒温水浴锅。

4.7旋转蒸发器。

4.8氮气浓缩装置。

4.9pH计：精确至0.1。

4.10组织粉碎机。

4.11均浆器。

4.12超声波清洗器。

5分析步骤

5.1试样制备

质地均匀的粉末类样品测定前充分混匀；肉与肉制品取可食部分粉碎均质；其他固体、半固体样品粉碎均质。液态样品测定前混匀。

注：处理过程尽可能避光操作，制备成均匀试样后，避光尽快检测。

5.2试样处理

警示：处理过程应避免紫外光直接照射，尽可能避光操作。

5.2.1酶解

5.2.1.1乳及乳制品和特殊膳食用食品

称取混匀后的粉末试样50g(精确至0.1g)(m_1)至250mL烧杯中，加入100mL水，记录加水后的溶液质量(m_2)，充分混匀溶解；准确称取制备后的溶液6g(精确至0.001g)(m_3)于50mL离心管中，加入水11mL，再加入磷酸盐缓冲液(3.2.2)5mL，混匀，于 $50^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 水浴超声15min，冷却至室温后，加入脂肪酶0.5g，再加淀粉酶0.2g，加盖，涡旋2min~3min，混匀后，置于 $37^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 恒温水浴锅中酶解2h以上(每30min涡旋1min)，使其充分酶解。

液体样品，称取混匀样品1g~10g(精确至0.001g)(m_1)于50mL离心管中，加水至15mL；提取液加入磷酸盐缓冲液(3.2.2)5mL，混匀，于 $50^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 水浴超声15min，冷却至室温后，加入脂肪酶0.5g，再加淀粉酶0.2g，加盖，涡旋2min~3min，混匀后，置于 $37^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 恒温水浴锅中酶解2h以上(每30min涡旋1min)，使其充分酶解。

5.2.1.2发酵豆制品

称取均质后的试样50g(精确至0.1g)(m_1)至250mL烧杯中，加入100mL水，记录加水后的溶液质量(m_2)，匀浆器匀浆后，立即准确称取匀浆试样3g(精确至0.001g)(m_3)于50mL离心管中，加入水13mL，加入磷酸盐缓冲液(3.2.2)5mL，混匀，于 $50^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 水浴超声15min，冷却至室温后，加入脂肪酶0.2g，加入蛋白酶0.1g，加盖，涡旋2min~3min，混匀后，置于 $37^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 恒温水浴锅中酶解4h以上(每30min涡旋1min)，使其充分酶解。

5.2.1.3肉及肉制品

称取均质后的试样50g(精确至0.1g)(m_1)至250mL烧杯中，加入100mL水，记录加水后的溶液质量(m_2)，匀浆器匀浆后，立即准确称取匀浆试样15g(精确至0.001g)(m_3)于50mL离心管中，加入水5mL，加入磷酸盐缓冲液(3.2.2)5mL，混匀，于 $50^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 水浴超声15min，冷却至室温后，加入脂肪酶0.2g，加入蛋白酶0.1g，加盖，涡旋2min~3min，混匀后，置于 $37^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 恒温水浴锅中酶解4h以上(每30min涡旋1min)，使其充分酶解。

5.2.2提取





2024002377

取出酶解好的试样，分别加入10mL无水乙醇及1.0g碳酸钾，混匀后加入10mL正己烷，3000r/min涡旋2min~3min或 ≥ 250 r/min振荡提取10min，以6000r/min离心5min，转移上清液至100mL旋蒸瓶中。

注：为保证提取完全，必要时可向下层溶液中再加入10mL正己烷，重复操作1次，合并上清液至上述旋蒸瓶中。

5.2.3 浓缩

将上述正己烷提取液于 $40^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 水浴旋蒸至干(如有残液，可用氮气轻吹至干)，用5.0mL流动相(3.2.3)充分溶解浓缩物，将此溶解液用0.22 μm 滤膜过滤，此滤液为制备的试样溶液。

注：浓缩氮吹后，如果样品浓缩物常温不易溶解，可提高溶解温度至 $40^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ，至完全溶解。纳豆等MK-7含量高的样品，可适当加大(5.2.3)定容体积，使制备的试样溶液浓度在标准曲线范围内。

5.3 仪器参考条件

5.3.1 色谱柱：Cs(5 μm ，4.6mm $\times$ 150mm)或具有同等性能的色谱柱。

5.3.2 锌还原柱：4.6mm $\times$ 50mm(填料：锌粉，锌粉平均粒径70 μm 。锌粉还原柱可直接购买商品柱，此锌粉还原柱连接于色谱柱后)。

5.3.3 荧光检测器：激发波长为326nm，发射波长为410nm。

5.3.4 流动相：等度洗脱(按3.2.3配制)。

5.3.5 流速：0.8mL/min。

5.3.6 进样量：20 μL 。

5.3.7 标准溶液的色谱图见附录A中图A.1。

5.4 标准曲线的制作

分别将MK-4、MK-7、MK-9标准系列溶液按照浓度由低到高的顺序注入液相色谱仪中，以测得的峰面积为纵坐标，以MK-4、MK-7、MK-9各组分含量($\mu\text{g/mL}$)为横坐标，制作标准曲线。

5.5 试样溶液的测定

将制备的试样溶液注入液相色谱仪中，得到峰面积，根据标准曲线得到制备的试样溶液中MK-4、MK-7、MK-9各组分的含量($\mu\text{g/mL}$)。

6 分析结果的表述

$$ms = m1 \cdot m3 / m2 \quad (1)$$

式中：

ms——试样的质量，单位为克(g)；

m1——均质样品的质量，单位为克(g)；

m3——称取的匀浆混合样品的质量，单位为克(g)；

m2——均质加水后的溶液的质量，单位为克(g)。

试样中维生素K₂各组分的含量X(MK-4、MK-7、MK-9)按公式(2)计算。

$$Xi = (c \cdot V \cdot f) / ms \cdot 1000 \quad (2)$$

式中：

Xi——试样中维生素K₂各组分的含量(分别是XM₄、XM₇、XM₉)，单位为微克每千克($\mu\text{g/kg}$)；

c——试样溶液中维生素K₂各组分的浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)

V——试样溶液的体积，单位为毫升(mL)；

f——试样的稀释倍数；

ms——试样的质量，单位为克(g)；

1000——换算系数。

计算结果以重复性条件下获得的2次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留3位有效数字。

7 精密度

在重复性条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的20%。

8 其他

当试样的质量(ms)为2g时，四烯甲萘醌(MK-4)方法检出限为70.0 $\mu\text{g/kg}$ ，定量限为200 $\mu\text{g/kg}$ ；七烯甲萘醌(MK-7)方法检出限为70.0 $\mu\text{g/kg}$ ，定量限为200 $\mu\text{g/kg}$ ；九烯甲萘醌(MK-9)方法检出限为160 $\mu\text{g/kg}$ ，定量限为510 $\mu\text{g/kg}$ 。

【装量差异指标】

胶囊剂的装量差异应符合现行《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】





2024002377

- 1、维生素D3：应符合GB 1903.50《食品安全国家标准 食品营养强化剂 胆钙化醇（维生素D3）》的规定
- 2、维生素K2（发酵法）：应符合卫计委公告2016年第8号的规定
- 3、橄榄油：应符合GB/T 23347《橄榄油、油橄榄果渣油》的规定
- 4、明胶：应符合GB 6783《食品安全国家标准 食品添加剂 明胶》的规定
- 5、甘油：应符合GB 29950《食品安全国家标准 食品添加剂 甘油》的规定
- 6、纯化水：应符合现行《中华人民共和国药典》的规定

