



## 进口保健食品备案凭证

|           |                                                |                                                                                                 |
|-----------|------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 产品名称      | 中文名                                            | 迪巧® 钙维生素D维生素K咀嚼片(菠萝味)                                                                           |
|           | 英文名                                            | D-Cal®Kids Calcium and Vitamin D3&K2 Nutritional Supplement Chewable Tablets (pineapple flavor) |
| 备案人       | 中文名                                            | 美国安士制药有限公司                                                                                      |
|           | 英文名                                            | A&Z Pharmaceutical, Inc.                                                                        |
| 备案人地址     | 中文地址                                           | 美国纽约州哈柏克市奥塞大道180号300#                                                                           |
|           | 英文地址                                           | 180 Oser Avenue Suite 300 Hauppauge, NY 11788, USA                                              |
| 生产企业      | 中文名                                            | 美国安士制药有限公司                                                                                      |
|           | 英文名                                            | A&Z Pharmaceutical, Inc.                                                                        |
| 产品生产国(地区) | 美国                                             |                                                                                                 |
| 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J201900000017                               |                                                                                                 |
| 附件        | 1 产品说明书；2 产品技术要求                               |                                                                                                 |



|     |  |
|-----|--|
| 备 注 |  |
|-----|--|

2019年09月12日



## 附件1

# 保健食品产品说明书

食健备J201900000017

### 迪巧® 钙维生素D维生素K咀嚼片(菠萝味)

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

【辅料】 山梨糖醇, 硬脂酸镁, 柠檬酸, 柠檬黄铝色淀, 麦芽糊精, 辛烯基琥珀酸淀粉钠, 玉米油, 白砂糖, 二丁基羟基甲苯(BHT), 菠萝香精

【功效成分及含量】 每片含: 钙 300.0mg 维生素D<sub>3</sub> 5.0μg 维生素K<sub>2</sub> 30.0μg

【适宜人群】 需要补充钙、维生素D<sub>3</sub>、维生素K<sub>2</sub> 的 4-17 岁人群及成人、孕妇、乳母

【不适宜人群】 3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 1 次, 每次 1 片, 食用方法: 口服, 咀嚼后咽下

【规格】 1.2 g/片

【贮藏方法】 密封, 避光, 置阴凉、干燥处

【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J201900000017

迪巧® 钙维生素D维生素K咀嚼片(菠萝味)

【原料】 碳酸钙, 维生素D3, 维生素K2（发酵法）

【辅料】 山梨糖醇, 硬脂酸镁, 柠檬酸, 柠檬黄铝色淀, 麦芽糊精, 辛烯基琥珀酸淀粉钠, 玉米油, 白砂糖, 二丁基羟基甲苯(BHT), 菠萝香精

【生产工艺】 本品经混合（混合I 140转，混合II 280转，总混70转）、压片（1.2g/片）、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】

本品包装采用口服固体药用高密度聚乙烯瓶，符合《口服固体药用高密度聚乙烯瓶》（YBB 00122002）的规定。瓶盖应符合《GB 4806.7食品安全国家标准 食品接触用塑料材料及制品》。

【感官要求】 应符合表1的规定。

表 1 感官要求

| 项 目   | 指 标               |
|-------|-------------------|
| 色 泽   | 黄色, 有少量斑点         |
| 滋味、气味 | 具有本品应有的滋味和气味, 无异味 |



|     |                  |
|-----|------------------|
| 状 态 | 大象片剂，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  | $\leq 2.0$ | 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 |
| 灰分，%            | $\leq 80$  | GB 5009.4  |
| 柠檬黄，g/kg        | $\leq 0.1$ | GB 5009.35 |

**【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  | $\leq 30000$ | GB 4789.2         |
| 大肠菌群，MPN/g  | $\leq 0.92$  | GB 4789.3 MPN 计数法 |
| 霉菌和酵母，CFU/g | $\leq 50$    | GB 4789.15        |
| 金黄色葡萄球菌     | $\leq 0/25g$ | GB 4789.10        |
| 沙门氏菌        | $\leq 0/25g$ | 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



| 项 目                             | 指 标        | 检测方法 |
|---------------------------------|------------|------|
| 每片含 钙（以Ca计）                     | 250-375 mg | 企业方法 |
| 每片含 维生素D <sub>3</sub> （以胆钙化醇计）  | 4-9 μg     | 企业方法 |
| 每片含 维生素K <sub>2</sub> （以七烯甲萘醌计） | 24-54 μg   | 企业方法 |

## 1 钙的测定

1.1 原理：在适当的pH范围内，钙与EDTA（乙二胺四乙酸二钠）形成金属络合物。以EDTA滴定，在达到当量点时，溶液呈现游离指示剂的颜色。根据EDTA用量计算钙的含量。

### 1.2 试剂

1.2.1 氢氧化钠（NaOH）：1 mol/L

1.2.2 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）：0.05 mol/L

1.2.3 盐酸（HCl）：3 mol/L

1.2.4 羟基萘酚蓝指示剂

1.2.5 去离子水

### 1.3 仪器

1.3.1 分析天平

1.3.2 马弗炉

### 1.4 样品处理（一式两份）：

取不少于20片本品，精密称定，计算每片平均重量，研细。精密称取相当于碳酸钙约200mg（大约325mg粉末），转移至适当的瓷坩埚，在800±25℃下灼烧2个小时。冷却，边搅拌边加10mL水，随后向坩埚中滴加2mL的盐酸溶液（3mol/L）使残渣溶解，加热坩埚，使残渣完全溶解。

### 1.5 样品测定：

用水将样品溶液移至250mL锥形瓶中，用水稀释至150mL，加15mL的氢氧化钠溶液（1mol/L），加羟基萘酚蓝指示剂少许，用EDTA溶液（0.05mol/L）滴定至溶液变为深蓝色。

### 1.6 结果计算

$$X = \frac{V \times F \times 5.004 \times AWD \times 40.078}{M \times 100.09}$$

式中：

X—样品中钙的含量，mg/片；

V—EDTA消耗的体积，ml；

F—EDTA浓度校正因子；

5.004—EDTA滴定度，mg/mL，每毫升0.05mol/L EDTA溶液相当于5.004mg的碳酸钙；

AWD—单位剂量的平均重量，mg；

40.078—钙的相对原子质量；

M—取样量，mg；

100.09—碳酸钙的相对分子质量。



## 2 维生素D<sub>3</sub>的测定

2.1 原理：试样中的维生素D<sub>3</sub>，经正己烷提取，用高效液相色谱仪分析，采用外标法定量。

### 2.2 试剂

2.2.1 二甲基亚砜（DMSO）

2.2.2 二丁基羟基甲苯（BHT）

2.2.3 色谱纯正己烷

2.2.4 色谱纯异丙醇

2.2.5 去离子水

2.2.6 标准品来源纯度：维生素D<sub>3</sub>标准品，纯度>98%。

### 2.3 仪器

2.3.1 分析天平

2.3.2 高效液相色谱仪：带UV或PDA检测器

2.3.3 离心机

2.3.4 水浴锅

2.3.5 超声仪

### 2.4 试液配制

注意：由于维生素D<sub>3</sub>对光敏感，对照品溶液及供试品溶液制备过程中，需使用棕色玻璃器皿或者使用透明容器时用铝箔包裹。

2.4.1 DMSO溶液的制备：量取10份DMSO与2份水，混合均匀，冷却至室温。

2.4.2 溶剂溶液的制备：精密称取800mg BHT加入到4L DMSO溶液中，混匀溶解得到含0.02% BHT的DMSO溶液。

2.4.3 提取液的制备：精密称取BHT 800mg加入到4L正己烷溶解，混匀溶解得到含0.02% BHT的正己烷溶液。

2.4.4 流动相的制备：量取99份正己烷与1份异丙醇，混合均匀。

2.4.5 对照品溶液的制备（一式两份，一份为工作对照品溶液，一份为工作检测对照品溶液）：精密称取维生素D<sub>3</sub>对照品25.0mg于100mL棕色容量瓶中，加入75mL提取液，超声溶解15分钟，并时时振摇至完全溶解，保持超声水温不超过30℃。从超声仪取出，加入提取液稀释至刻度，摇匀，此为维生素D<sub>3</sub>对照品贮备液1，维生素D<sub>3</sub>浓度为250 μg/mL。用移液管精密吸取5.0mL维生素D<sub>3</sub>对照品贮备液1，置50mL棕色容量瓶中，用提取液稀释至刻度，此为对照品贮备液2，维生素D<sub>3</sub>浓度为25 μg/mL。再用移液管精密吸取2.0mL维生素D<sub>3</sub>对照贮备液2，置50mL棕色容量瓶中，加入提取液稀释至刻度，制成每1mL中含维生素D<sub>3</sub>约1 μg的对照品溶液。

2.4.6 系统适应性溶液的制备：

取浓度为1 μg/mL维生素D<sub>3</sub>工作对照品溶液10mL在60℃水浴中加热1小时后，放冷至室温，使维生素D<sub>3</sub>部分异构化成相应的前体。

### 2.5 样品处理（一式两份）

取本品25片，计算每片平均重量，研细，使用凹槽较深的药匙取样，取样时不要抖落样品，精密称取3871.0mg±10%（约相当于维生素D<sub>3</sub> 25μg），置于100mL棕色容量瓶中，加溶剂溶液50mL，超声震荡约15分钟，并时时振摇，保持超声水温不超过30℃，精密加入提取液25.0mL，振摇15分钟。在转子半径为10厘米和转速为4000转/分钟或等等的条件下（RCF≥1789）离心溶液5分钟，使溶液分层。取上清溶液，转移至另一个棕色容量瓶中，避光静置1小时后的澄清溶液作为供试品溶



液。

注：RCF(相对离心力)= $11.18 \times r \times (Q/1000)^2$ ,

其中 $r$  =转子半径 (cm) 和 $Q^{(1)}$  = 转/分钟。

$$Q = 1000 \times \sqrt{\frac{1789}{11.18 \times r}}$$

(1) 求解转子半径 ( $r$ ) 的最小转速,

## 2.6 样品测定

### 2.6.1 色谱条件:

流速: 1.5mL/min

波长: 265nm

HPLC色谱柱: Waters NH<sub>2</sub> 250mm×4.6mm 或相似色谱柱

柱温: 室温

进样量: 100 μl

### 2.6.2 系统适应性:

注射至少1针提取液, 确认提取液对维生素D<sub>3</sub>峰无影响。注射1针系统适应性溶液, 5针工作对照品溶液和3针工作检测对照品溶液。系统适应性要求如下 (包括工作对照品比较):

分离度: 不小于5

拖尾因子: 不大于2.0

标准品比较因子: 不小于0.98且不大于1.02

理论塔板数: 不小于5000

2.6.3 如果符合系统适应性要求, 注射供试品溶液各2针。每20针或更少或每不超过4小时样品运行注射工作对照品溶液, 所有的样品需要被工作对照品溶液包围。所有进样标准品的RSD%应不大于2%。

## 2.7 结果计算

$$X = \frac{Ru}{Rs} \times \frac{Std. Wt. \times P}{100 mL} \times \frac{5.0 mL}{50 mL} \times \frac{2.0 mL}{50 mL} \times \frac{25.0 mL}{Spl. Wt.} \times AWD \times 1.09 \times 1000$$

式中:

X—样品中维生素D<sub>3</sub>的含量, μg/片;

Ru—供试品溶液中维生素D<sub>3</sub>的平均峰面积;

Rs—5针维生素D<sub>3</sub>工作对照品溶液中维生素D<sub>3</sub>的平均峰面积;

P—维生素D<sub>3</sub>对照品纯度;

Std. Wt. —维生素D<sub>3</sub>对照品的重量, mg;

Spl. Wt. —样品重量, mg;

AWD—25片单位剂量的平均重量, mg;

1.09—维生素D<sub>3</sub>的校正因子。

## 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>, 经四氢呋喃与无水乙醇提取, 用高效液相色谱仪分析, 采用外标法定量。

### 3.2 试剂





3.2.1 色谱纯无水乙醇

3.2.2 色谱纯四氢呋喃

3.2.3 去离子水

3.2.4 标准品来源纯度：维生素K<sub>2</sub>（七烯甲萘醌）标准品，纯度>98%。

3.3 仪器

3.3.1 分析天平

3.3.2 高效液相色谱仪：带UV或PDA检测器

3.3.3 涡旋仪

3.4 试液配制

注意：由于维生素K<sub>2</sub>对光敏感，对照品溶液及供试品溶液制备过程中，需使用棕色玻璃器皿或者使用透明容器时用铝箔包裹。

3.4.1 流动相的制备：量取97份无水乙醇与3份去离子水，混合均匀，再通过0.45 μm膜过滤。

3.4.2 对照品溶液的制备（一式两份，一份为工作对照品溶液，一份为工作检测对照品溶液）：精密称取七烯甲萘醌对照品25.0mg于250mL低光化性容量瓶中。移入5.0mL四氢呋喃与约125mL无水乙醇。然后，涡旋样品1分钟以混匀对照品溶液。稀释至刻度，混匀，得到浓度为100 μg/mL的对照品储备液。移取2.0mL对照品储备液于100mL低光化性容量瓶中。用无水乙醇稀释至刻度，混匀，得到浓度为2.0 μg/mL的工作对照品溶液。通过0.45 μm注射器式滤器过滤。

3.5 样品处理（一式两份）

收集本品至少20片，准确称重，计算单位剂量平均重量。称取约3333.0mg±10%物料，置于100mL低光化性容量瓶中。移入8.0mL四氢呋喃，加入约50mL无水乙醇。通过涡旋混合样品1分钟。用无水乙醇稀释至刻度，混匀。通过0.45 μm注射器式滤器过滤。

3.6 样品测定

3.6.1 色谱条件：

流速：0.7mL/min

波长：268nm

HPLC色谱柱：Kinetex c18 4.6mm×100mm；2.6 μm粒度

柱温：室温

进样量：10 μL

3.6.2 系统适应性：注射2%四氢呋喃的无水乙醇溶液作为空白至少1针，确认对维生素K<sub>2</sub>峰无显著影响。注射5针工作对照品溶液和3针工作检测对照品溶液。

系统适应性要求如下（包括工作对照品比较）：

标准品比较因子：不小于0.97且不大于1.03

RSD%：不大于2.0%

3.6.3 如果符合系统适应性要求，注射供试品溶液各2针。每20针或更少或每不超过4小时样品运行注射工作对照品溶液，所有的样品需要被工作对照品溶液包围。所有进样标准品的RSD%应不大于2%。

3.7 结果计算

$$X = \frac{R_u}{R_s} \times \frac{Std.Wt. \times P}{250 mL} \times \frac{2.0 mL}{100 mL} \times \frac{100.0 mL}{Spl.Wt.} \times AWD \times \frac{1000 \mu g}{mg}$$

式中：

X—样品中维生素K



$x_2$ 的含量,  $\mu\text{g}/\text{片}$ ;

$R_u$ —供试品溶液中维生素 $K_2$ 的平均峰面积;

$R_s$ —5针工作对照品溶液中维生素 $K_2$ 的平均峰面积;

$P$ —维生素 $K_2$ 对照品纯度;

Std. Wt. —维生素 $K_2$ 对照品重量,  $\text{mg}$ ;

Sp1. Wt. —样品重量,  $\text{mg}$ ;

AWD—收集的片子的单位剂量的平均重量,  $\text{mg}$ 。

### 【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。

### 【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D3：应符合《中华人民共和国药典》中维生素D3的规定
- 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
- 4、山梨糖醇：应符合GB 1886.187 《食品安全国家标准 食品添加剂 山梨糖醇和山梨糖醇液》的规定
- 5、硬脂酸镁：应符合GB 1886.91 《食品安全国家标准 食品添加剂 硬脂酸镁》的规定
- 6、柠檬酸：应符合GB 1886.235 《食品安全国家标准 食品添加剂 柠檬酸》的规定
- 7、柠檬黄铝色淀：应符合GB 4481.2 《食品安全国家标准 食品添加剂 柠檬黄铝色淀》的规定
- 8、菠萝香精：应符合《食品用香精》（GB 30616-2014）的规定
- 9、麦芽糊精：应符合GB/T 20884 《麦芽糊精》的规定
- 10、辛烯基琥珀酸淀粉钠：应符合GB 28303 《食品安全国家标准 食品添加剂 辛烯基琥珀酸淀粉钠》的规定
- 11、玉米油：应符合GB/T 19111 《玉米油》的规定
- 12、白砂糖：应符合GB 13104 《食品安全国家标准 食糖》的规定
- 13、二丁基羟基甲苯(BHT)：应符合GB 1900 《食品安全国家标准 食品添加剂 二丁基羟基甲苯(BHT)》的规定



【预混料】

表1.1、预混（碳酸钙、麦芽糊精）

| 项 目            | 指标            |
|----------------|---------------|
| 感官要求           | 白色或类白色，自由流动颗粒 |
| 制法             | 经混合制粒工艺制得     |
| 含量             | $\geq 92.4\%$ |
| 钙，%            | $\geq 37.0$   |
| 干燥失重，%         | $\leq 2.0$    |
| 镁及碱盐，%         | $\leq 1.0$    |
| 酸不溶物，%         | $\leq 0.2$    |
| 氟，mg/kg        | $\leq 50$     |
| 钡，mg/kg        | $\leq 300$    |
| 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 | $\leq 0.3$    |
| 镉(以Cd计)，mg/kg  | $\leq 0.5$    |
| 菌落总数，CFU/g     | $\leq 30000$  |
| 大肠菌群，MPN/g     | $\leq 0.92$   |
| 霉菌和酵母菌，CFU/g   | $\leq 50$     |
| 金黄色葡萄球菌        | $\leq 0/25g$  |
| 沙门氏菌           | $\leq 0/25g$  |

【包埋、微囊化】



表2.1、包埋（维生素D3、麦芽糊精、辛烯基琥珀酸淀粉钠、玉米油、白砂糖、二丁基羟基甲苯（BHT））

| 项 目            | 指标                                           |
|----------------|----------------------------------------------|
| 感官要求           | 白色或类白色颗粒均匀的粉状，无粘连，无结块，无杂质，无异味                |
| 制法             | 本品经配制，乳化（50-62℃）、喷雾干燥（165-200℃）、过筛、拌和、包装工艺制得 |
| 含量             | 90000IU~110000IU                             |
| 水分散性           | 易分散于15℃冷水中，形成均一稳定的乳状液                        |
| 干燥失重，%         | ≤5.0                                         |
| 铅(以Pb计)，mg/kg  | ≤2.0                                         |
| 总砷(以As计)，mg/kg | ≤1.0                                         |
| 总汞(以Hg计)，mg/kg | ≤0.3                                         |
| 菌落总数，CFU/g     | ≤30000                                       |
| 大肠菌群，MPN/g     | ≤0.92                                        |
| 霉菌和酵母菌，CFU/g   | ≤50                                          |
| 金黄色葡萄球菌        | ≤0/25g                                       |
| 沙门氏菌           | ≤0/25g                                       |