

中华人民共和国国家标准

GB ××××—××××

食品安全国家标准

食品营养强化剂 维生素 K₂（合成法）

（征求意见稿）

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国家市场监督管理总局 发布

食品安全国家标准

食品营养强化剂 维生素 K₂（合成法）

1 范围

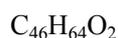
本标准适用于以维生素 K₃、七烯萜醇为原料，或者以维生素 K₃、法尼醇和香叶醇为原料，经化学合成制得的食品营养强化剂维生素 K₂。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

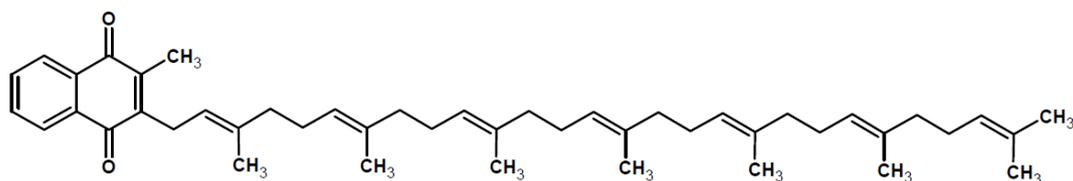
2.1 化学名称

（全-*E*）-2-（3,7,11,15,19,23,27-七甲基-2,6,10,14,18,22,26-二十八碳七烯基）-3-甲基-1,4-萘醌

2.2 分子式



2.3 结构式



2.4 相对分子质量

649.02（按 2022 年国际相对原子质量）

3 技术要求

3.1 感官要求

感官要求应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项 目	要 求	检 验 方 法
色泽	米黄色至黄色	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽、状态，嗅其气味。
状态	粉末	
气味	无异味	
杂质	无正常视力可见的杂质	

3.2 理化指标

理化指标应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项 目	指 标	检验方法
维生素K ₂ 的含量, w/%	98.0 ~ 102	附录A中A.4
顺式异构体相对含量, 面积/%	≤ 2.0	附录A中A.5
水分, w/%	≤ 0.5	GB 5009.3
灰分, w/%	≤ 0.1	GB 5009.4
铅 (Pb) / (mg/kg)	≤ 2.0	GB 5009.12或GB 5009.75
总砷 (以As计) / (mg/kg)	≤ 1.0	GB 5009.11或GB 5009.76
镉 (Cd) / (mg/kg)	≤ 0.5	GB 5009.15
总汞 (以Hg计) / (mg/kg)	≤ 0.1	GB 5009.17

注：商品化的维生素K₂（合成法）产品应以符合本标准的维生素K₂为原料，添加工艺所需的食品原料和/或食品添加剂作为辅料制成，其质量、范围和使用量应符合相应的食品安全国家标准。

3.3 微生物指标

微生物指标应符合表 3 的规定。

表 3 微生物指标

项 目	限 量	检验方法
菌落总数/ (CFU/g)	≤ 1000	GB 4789.2
霉菌和酵母计数/ (CFU/g)	≤ 50	GB 4789.15
大肠菌群/ (MPN/g)	≤ 0.92	GB 4789.3
沙门氏菌/ 25 g	不得检出	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌/25 g	不得检出	GB 4789.10

附录 A

检验方法

A.1 安全提示

本标准试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，使用时需小心谨慎并按照相关规定操作。若溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。在使用挥发性酸时，要在通风橱中进行。

A.2 一般规定

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的一级水。试验方法中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 之规定制备。所用溶液在未注明用何种溶剂配制时，均指水溶液。

维生素 K₂ 对光敏感，实验过程应注意避光。

A.3 鉴别试验

按维生素 K₂ 含量的测定项下方法进行高效液相色谱分析，试样与维生素 K₂ 标准品的保留时间进行对照。试样色谱图的主峰应与标准品主峰保留时间一致。

A.4 维生素K₂含量的测定

A.4.1 方法原理

试样用四氢呋喃溶解，按规定条件进行高效液相色谱分析，与维生素 K₂ 标准品的保留时间进行对照，峰面积外标法定量，测定试样中维生素 K₂ 的含量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 四氢呋喃：色谱纯。

A.4.2.2 无水乙醇：色谱纯。

A.4.2.3 维生素K₂标准品：七烯甲萘醌（MK-7，分子式：C₄₆H₆₄O₂，CAS号：2124-57-4），纯度≥98%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

A.4.2.4 维生素K₂标准储备溶液：称取25 mg维生素K₂标准品（A.4.2.3）于50 mL棕色容量瓶中，加入1 mL四氢呋喃（A.4.2.1），用无水乙醇（A.4.2.2）溶解并定容至刻度，混匀，过滤膜，作为储备溶液，于0~4℃避光保存，有效期1个月。

A.4.2.5 维生素K₂标准溶液：吸取5 mL维生素K₂标准储备溶液（A.4.2.4）至25 mL棕色容量瓶中，用无水乙醇（A.4.2.2）定容至刻度，混匀，过滤膜，现用现配。

A.4.2.6 试样溶液：称取25 mg试样于50 mL棕色容量瓶中，加入1 mL四氢呋喃（A.4.2.1），用无水乙醇（A.4.2.2）溶解并定容至刻度。吸取5 mL该溶液至25 mL棕色容量瓶中，用无水乙醇（A.4.2.2）定容至刻度，混匀，过滤膜。

A.4.2.7 微孔滤膜：0.45 μm，有机系。

A.4.3 仪器和设备

A.4.3.1 高效液相色谱仪：配有紫外检测器或二极管阵列检测器。

A.4.3.2 分析天平：感量为0.001 g。

A.4.4 参考色谱条件

A.4.4.1 色谱柱：C18色谱柱，4.6 mm × 10 cm，粒径2.6 μm，或等效色谱柱。

- A. 4. 4. 2 流动相：无水乙醇：水=97：3。
 A. 4. 4. 3 流速：0.7 mL/min。
 A. 4. 4. 4 柱温：25 °C。
 A. 4. 4. 5 进样量：10 μL。
 A. 4. 4. 6 检测波长：268 nm。
 A. 4. 4. 7 检测时间：至少1.5倍于维生素K₂峰的保留时间。

A. 4. 5 分析步骤

A. 4. 5. 1 系统适应性

取维生素 K₂ 标准工作溶液(A.4.2.5)注入液相色谱仪中，记录色谱图，连续进样 6 次，维生素 K₂ 峰面积响应值的相对标准偏差（RSD）应不大于 3.0 %，维生素 K₂ 主峰与它最近的杂质峰的分度 R 应不小于 1.5。参考色谱图见附录 B 中图 B.1。

A. 4. 5. 2 试样测定

系统适应性合格后，分别将标准溶液（A.4.2.5）和试样溶液（A.4.2.6）10 μL注入液相色谱仪中进行测定，以保留时间定性，峰面积外标法定量。

A. 4. 6 结果计算

维生素 K₂ 含量 W_1 以 w/%计，按式（A.1）计算：

$$W_1 = \frac{A_u}{A_s} \times \frac{C_s}{C_u} \times 100 \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

- A_u —— 试样中维生素 K₂ 对应峰面积；
 A_s —— 标准品中维生素 K₂ 对应峰面积；
 C_s —— 标准溶液中维生素 K₂ 的浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；
 C_u —— 试样溶液中维生素 K₂ 的浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；
 100 —— 换算系数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的10%。

A. 5 顺式异构体相对含量的测定

A. 5. 1 方法原理

试样用四氢呋喃、乙醇溶解，使用高效液相色谱分离，紫外检测器检测，根据相对保留时间定性，按顺式峰面积占顺式、反式峰面积总和的百分比测定试样中维生素 K₂ 顺式异构体的相对含量。

A. 5. 2 试剂和溶液

- A. 5. 2. 1 无水乙醇：色谱纯。
 A. 5. 2. 2 甲醇：色谱纯。
 A. 5. 2. 3 四氢呋喃：色谱纯。
 A. 5. 2. 4 维生素K₂标准品：七烯甲萘醌（MK-7，分子式：C₄₆H₆₄O₂，CAS号：2124-57-4），纯度≥98%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

A.5.2.5 维生素K₂储备溶液：称取40 mg维生素K₂标准品（A.5.2.4）于100 mL棕色容量瓶中，加入2 mL四氢呋喃（A.5.2.3）摇动溶解，用无水乙醇（A.5.2.1）定容至刻度，混匀，过滤膜，作为储备溶液，于0～4℃避光保存，建议保存期不超过1个月。

A.5.2.6 维生素K₂标准溶液：吸取1.0 mL维生素K₂储备溶液（A.5.2.5）至10 mL棕色容量瓶中，用无水乙醇（A.5.2.1）定容至刻度，混匀，过滤膜。（注意避光，在配好之后立即进样）。

A.5.2.7 试样溶液：称取40 mg试样于100 mL棕色容量瓶中，加入2 mL四氢呋喃（A.5.2.3）摇动溶解，用无水乙醇（A.5.2.1）定容至刻度。吸取1.0 mL该溶液至10 mL棕色容量瓶中，用无水乙醇（A.5.2.1）定容至刻度，混匀，过滤膜。（注意避光，配好之后立即进样）。

A.5.2.8 微孔滤膜：0.45 μm，有机系。

A.5.3 仪器和设备

A.5.3.1 高效液相色谱仪：配有紫外检测器或二极管阵列检测器。

A.5.3.2 分析天平：感量为0.001 g。

A.5.4 参考色谱条件

A.5.4.1 色谱柱：C30色谱柱，4.6 mm × 25 cm，粒径5 μm，或等效色谱柱。

A.5.4.2 流动相：水：无水乙醇：甲醇：四氢呋喃=1：15：80：10。

A.5.4.3 流速：0.8 mL/min。

A.5.4.4 柱温：25℃。

A.5.4.5 进样量：20 μL。

A.5.4.6 检测波长：268 nm。

A.5.4.7 检测时间：至少1.5倍于维生素K₂反式异构体峰的保留时间。

A.5.5 分析步骤

A.5.5.1 系统适应性

取维生素K₂标准工作溶液(A.5.2.6)注入液相色谱仪中，记录色谱图，连续进样6次，维生素K₂峰面积响应值的相对标准偏差（RSD）应不大于3.0%。维生素K₂反式异构体和维生素K₂顺式异构体之间的分离度R应不小于1.5。参考色谱图见附录B中图B.2。

A.5.5.2 试样测定

系统适应性合格后，将试样溶液（A.5.2.7）20 μL注入液相色谱仪中进行测定，以保留时间定性，按顺式峰面积占顺式、反式峰面积总和的百分比测定试样中维生素K₂顺式异构体的相对含量。

A.5.6 结果计算

维生素K₂顺式异构体相对含量 w_2 以面积/%计，按式（A.2）计算：

$$W_2 = \frac{A_C}{A_T + A_C} \times 100 \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

A_C —— 试样中维生素K₂顺式异构体对应的峰面积；

A_T —— 试样中维生素K₂反式异构体对应的峰面积；

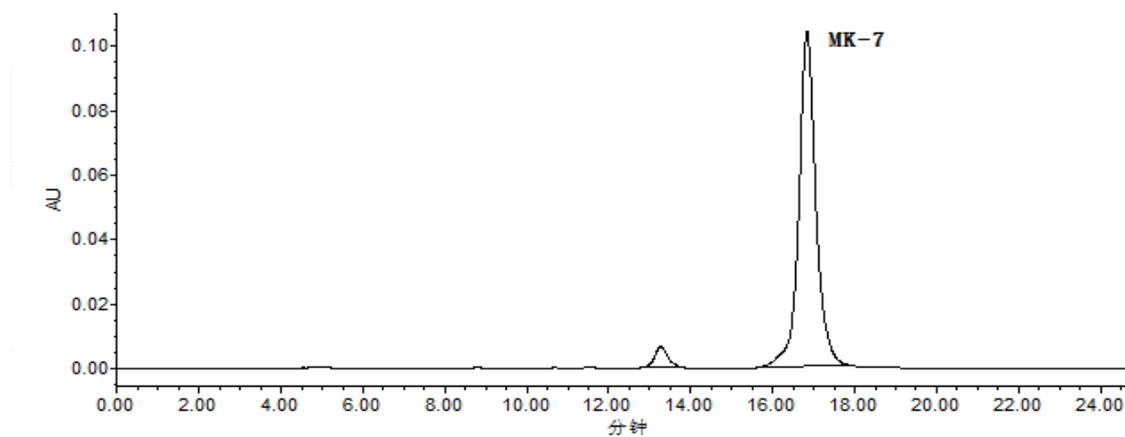
100 —— 换算系数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的10%。

附录 B

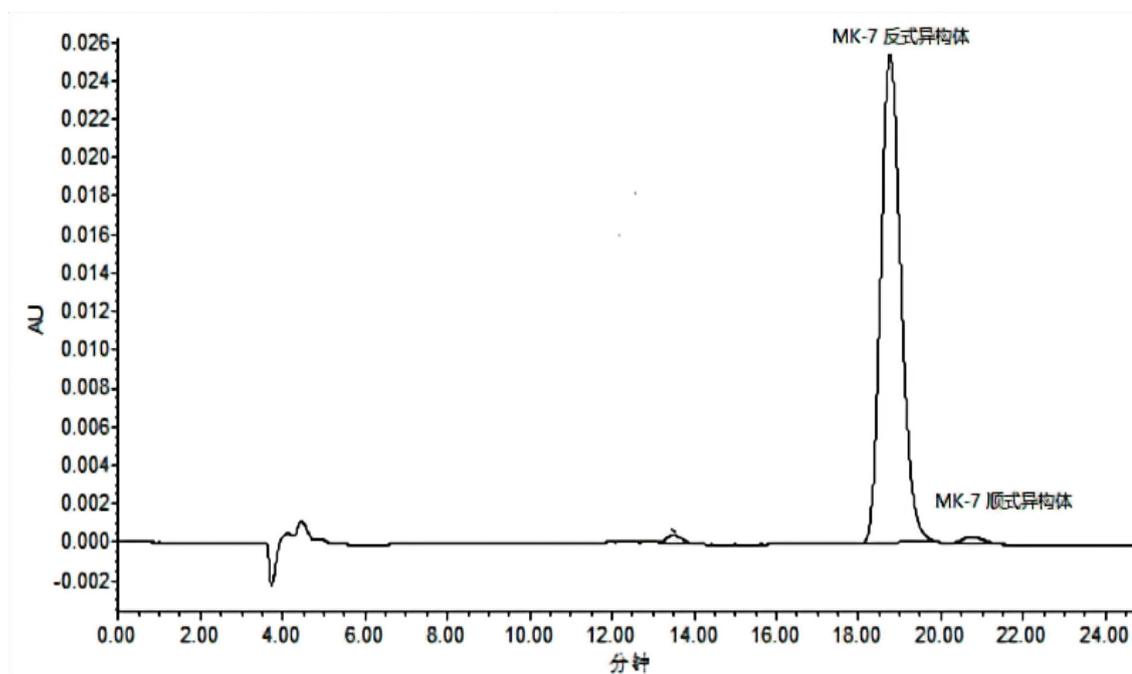
维生素K₂ (MK-7) 液相色谱图

维生素K₂ (MK-7) 标准品含量测定液相色谱图如图B.1所示。



图B.1 维生素K₂ (MK-7) 标准品含量测定液相色谱图

维生素K₂ (MK-7) 标准品顺式异构体含量测定液相色谱图如图B.2所示。



图B.2 维生素K₂ (MK-7) 标准品顺式异构体含量测定液相色谱图