**《食品安全国家标准 营养强化剂 植物甲萘醌》**

**（征求意见稿）编制说明**

1. **工作简况**

**(一) 任务来源、起草单位、起草人**

根据国家卫生和计划生育委员会食品安全标准与监测评估司“食品安全国家标准制（修）订项目委托协议书（2016年）”（项目编号为spaq-2016-160），“食品安全国家标准食品营养强化剂植物甲萘醌”被列入2016年度食品安全国家标准项目计划（第二批）。项目承担单位为上海市质量监督检验技术研究院。

本标准起草单位：上海市质量监督检验技术研究院。

本标准起草人：彭亚锋，马跃龙，段文锋，杨保刚，李勤，褚佳玥，赵琴，戴彦韵，宋瑞，喻钱钱，刘洋，张亦南。

本标准起草单位负责标准技术资料查询、收集及对比，检测方法的验证比对，样品检测及数据整理，标准文本及编制说明的起草、撰写，行业内征求意见，组织标准的初审讨论会及标准报送等。

**（二）简要起草过程**

1.2016年12月，上海市质量监督检验技术研究院针对制定“食品安全国家标准营养强化剂植物甲萘醌”的具体工作进行了认真研究，确定了总体工作方案。

2.2017年1月~2月，标准起草工作组（以下简称起草组）首先查阅相关的国内外技术标准资料（国内：中国药典（2015版）；国外：FCC7、FCC10、USP39、韩国食品添加剂法典（2016））、欧盟药典8.0版）、日本药典，在研究参考这些标准资料的基础上，结合目前国内生产和市场产品的实际情况，初步确定了产品的质量技术指标和相应的试验方法。

3.2017年3月，起草组在与行业专家沟通基础上起草标准草案。

4.2017年3月30日，起草组召开了营养强化剂植物甲萘醌标准研制工作启动会。国内部分生产企业、大学、行业协会、检测机构等代表参加了会议。

5.2017年4月~5月，起草组与行业专家、生产企业沟通修制定标准验证方案。

6.2017年6月~8月，起草组深入企业进行调研，并组织营养强化剂植物甲萘醌样品检测和验证工作（由植物甲萘醌生产企业提供样品），并就检测数据和标准草案与专家和相关单位沟通。

7.2017年9月~10月，召开第二次专家研讨会，分析标准草案，并完善草案。

1. **与我国有关法律法规和其他标准的关系**

本标准根据国内外产品质量和检验实际情况进行制定，符合《食品安全法》、GB 14880-2012《食品安全国家标准营养强化剂使用标准》等我国有关法律法规的规定要求。

标准文本中引用的相关标准如下：

GB/T 614化学试剂折光率测定通用方法

GB 5009.12 食品安全国家标准食品中铅的测定

GB 5009.11食品安全国家标准食品中总砷及无机砷的测定

GB 5009.262 食品安全国家标准食品中溶剂残留量的测定

1. **国内外有关法律、法规和标准情况的说明**

目前，搜集到的植物甲萘醌国内外标准和资料有：中国药典（2015版）、FCC7、FCC10、美国药典（USP 39）、日本药典、韩国食品添加剂法典（2016））、欧盟药典8.0版。

本标准的制定主要参照上述资料，结合国内企业生产实际情况制定。

1. **标准的制（修）订与起草原则**

1）积极采用国外先进标准；

2）有利于促进技术进步，提高产品质量；

3）有利于合理利用资源，提高经济效益；

4）符合用户要求，保护消费者利益，促进对外贸易；

5）兼顾国内相关产品标准和试验方法等。

**五、确定各项技术内容（如技术指标、参数、公式、试验方法、检验规则等）的依据**（与国际食品法典委员会相关标准的对比情况，与国际标准不一致的，应当提供科学依据）

根据现有的植物甲萘醌国内外标准和资料，中国药典（2015版）、FCC7、FCC10、美国药典（USP 39）、日本药典、韩国食品添加剂法典（2016）、欧盟药典8.0版，各项指标设置和方法对比见附表1和附表2。制定的感官要求、理化指标见表1、表2。

表1 感官要求

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 项目 | 指标 | 检验方法 |
| 色泽 | 黄色至橙色 | 取适量试样均匀置于清洁、干燥的白瓷盘或透明烧杯内中，在自然光下，观察其色泽和状态，嗅其气味。 |
| 气味 | 无嗅或几乎无嗅 |
| 状态 | 粘稠液体，澄清 |

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 |
| 植物甲萘醌含量，w/% | 总植物甲萘醌 | | 97.0~103.0 | 附录A.3 |
| 顺式植物甲萘醌 ≤ | | 18.0 | 附录A.3 |
| 紫外吸光度比值（ A254nm/A249nm） | | | 0.70~0.75 | 附录A.4 |
| 折光率， | | | 1.525~1.528 | GB/T 614 |
| 甲萘醌，w/%≤ | | | 0.2 | 附录A.5 |
| 铅（以Pb计）/（mg/kg） | | ≤ | 2.0 | GB 5009.12 |
| 重金属（以Pb计）/(mg/kg) | | ≤ | 20 | GB 5009.74 |
| 砷（以As计）/（mg/kg） | | ≤ | 2.0 | GB 5009.11 |
| 溶剂残留（正己烷）/（mg/kg） | | ≤ | 50 | GB 5009.262 |
| 注：商品化的植物甲萘醌产品应以符合本标准的植物甲萘醌为原料，添加工艺所必需的食品原料和/或食品添加剂作为辅料，其质量、范围和使用量应符合相应的食品安全国家标准。 | | | | |

5.1 用途

按照GB 14880-2012《食品安全国家标准营养强化剂使用标准》规定，植物甲萘醌为营养强化剂。

5.2 感官

中国药典（2015版）中感官指标设置为：黄色至橙色，澄清，粘稠液体。

本标准制定将感官规定为：黄色至橙色，澄清，粘稠液体。

5.3 指标项目的确定

本次标准参考中国药典（2015版）、FCC7、FCC10、USP 39、韩国食品添加剂法典（2016）、欧盟药典8.0版、日本药典制定（见附表1）。

5.4 指标参数确定

5.4.1总植物甲萘醌含量w/%

中国药典（2015版）中总植物甲萘醌含量指标设置为：97.0%-103.0%；FCC10中指标设置为：97.0%-103.0%；USP 39中指标设置为：97.0%-103.0%；韩国食品添加剂法典（2016）中指标设置为：97.0%-102.0%；欧盟药典8.0版中指标设置为：97.0%-103.0%；日本药典中指标设置为：97.0%-102.0%。

本标准中总植物甲萘醌含量指标设置为：97.0%-103.0%。

5.4.2顺式植物甲萘醌含量w/%

中国药典（2015版）中顺式植物甲萘醌含量指标设置为：≤21.0%；FCC10中指标设置为：≤21.0%；USP 39中指标设置为：≤21.0%；日本药典中指标设置为：5%~18%。

本标准中顺式植物甲萘醌含量指标设置为：≤18.0%。

5.4.3紫外吸光度比值

中国药典（2015版）中外吸光度比值指标设置为：A254nm/A249nm=0.70~0.75。

本标准中紫外吸光度比值指标设置为：A254nm/A249nm=0.70~0.75。

5.4.4折射率

中国药典（2015版）中折射率指标设置为：1.525~1.528()； FCC10中指标设置为：1.523~1.526()；USP 39中指标设置为：1.523~1.526()；韩国食品添加剂法典（2016）中指标设置为：1.525~1.529()；欧盟药典8.0版中指标设置为：约1.526()；日本药典中指标设置为：1.525~1.529()。

本标准中含量指标设置为：1.525~1.528()。

5.4.5甲萘醌%

中国药典（2015版）中甲萘醌指标设置为：颜色不得深于对照液（≤0.2%）。

本标准中甲萘醌指标设置为：≤0.2%。

5.4.6 铅（以Pb计）

FCC10中指标设置为：≤2mg/kg；韩国食品添加剂法典（2016）中指标设置为：≤2.0mg/kg。中国药典（2015版）、USP 39、欧盟药典8.0版、日本药典未对铅项目做出规定。

本标准中铅指标设置为：≤2.0mg/kg。

5.4.7 重金属（以Pb计）/(mg/kg)

中国药典（2015版）、FCC10、USP 39、韩国食品添加剂法典（2016）、欧盟药典8.0未设置重金属项目。日本药典将重金属指标设置为≤2.0 mg/kg。

本标准中重金属指标设置为≤2.0 mg/kg。

5.4.8砷（以AS计），w%

中国药典（2015版）、FCC10、USP 39、韩国食品添加剂法典（2016）、欧盟药典8.0版、日本药典未对砷含量做出规定。我国部分生产企业内控标准为：≤2.0 mg/kg；GB 14755-2010《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素D2（麦角钙化醇）》、《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素B6（盐酸吡哆醇）》、GB 14752-2010《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素B2（核黄素）》砷、GB 14750-2010《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素A》砷项目均≤2 mg/kg；GB 1903.6-2015《食品安全国家标准 食品营养强化剂 维生素E琥珀酸钙》砷项≤2.0 mg/kg。

本标准中砷含量指标设置为：≤2.0mg/kg。

5.4.9 溶剂残留（正己烷），mg/kg

中国药典（2015版）规定了药品中常见的残留溶剂限值，正己烷限值为0. 029 %；我国植物甲萘醌部分生产企业内部控制标准为：≤50 mg/kg，GB2716-2005《食用植物油卫生标准》食用植物油浸出油溶剂残留≤50 mg/kg；GB 1886.34-2015《食品安全国家标准 食品添加剂 辣椒红》总有机溶剂残留量≤50 mg/kg。

本标准中溶剂残留（正己烷）含量指标设置为：≤50 mg/kg。

5.5 分析方法的确定

5.5.1 鉴别试验

中国药典（2015版）中植物甲萘醌鉴别试验方法为：显色反应；红外光谱图：红外分光光度法；紫外分光光度法。

本标准的鉴别方法：显色反应；红外光谱图（红外分光光度法）、紫外分光光度法。

5.5.2总植物甲萘醌含量的测定

中国药典（2015版）、FCC10、USP 39、欧盟药典8.0、日本药典中总植物甲萘醌含量测定方法为：液相色谱法。韩国食品添加剂法典（2016）采用测定方法为分光光度法。

本标准中总植物甲萘醌含量检测方法为：液相色谱法。

5.5.3顺式植物甲萘醌含量的测定

中国药典（2015版）、FCC10、USP 39、日本药典中顺式植物甲萘醌含量测定方法为：液相色谱法。

本标准规定顺式植物甲萘醌含量测定方法为液相色谱法。

5.5.4紫外吸光度比值的测定

本标准中吸光度比值测定方法为：分光光度法。

5.5.5折射率的测定

本标准中折射率的测定方法采用折光法。

5.5.6甲萘醌的测定

本标准采用的检测方法为目视比色法。

5.5.7铅的测定

本标准采用GB 5009.12。

5.5.8重金属

本标准中重金属检测方法为GB 5009.74。

5.5.9砷的测定

本标准采用GB 5009.11。

5.5.10 溶剂残留（正己烷），mg/kg

本标准中溶剂残留含量（正己烷）采用：GB 5009.262。

5.6强制性技术内容应说明强制理由

食品安全关系到国家和社会的稳定发展，关系到公民的生命健康权利。营养强化剂植物甲萘醌在使用上直接关系到人民群众的健康和安全，是一个不容忽视的问题。本标准的制定可以对国内的生产和使用情况起到一定的指导作用，达到统一和规范市场的效果，从而引导企业提高产品质量，保障人民生命财产安全。所以《食品安全国家标准 食品营养强化剂 植物甲萘醌》标准为强制性标准。

**六、征求意见的采纳情况（附《征求意见汇总处理表》、重大意见分歧的处理结果和依据）**

**七、标准实施日期和实施建议**

无

**八、其他需要说明的事项**

**九、分委员会及主任会议审查意见及处理情况**

待审查。

**附表1 国内外同类产品标准技术要求一览表**

| **项目** | | **中国药典2015版** | **FCC 7th** | **FCC 10th** | **USP 39** | **Korea Food Additives Code（2016）** | **European Pharmacopoeia 8.0** | **JP XVI** | **本标准** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 感官要求 | 色泽 | 黄色至橙色，澄清 | 澄清，黄色至琥珀色 | 黄色至橙色，澄清 | — | 黄色至橙黄色，透明 | 深黄色，澄清 | 黄色至橙色，澄清 | 黄色至橙色，澄清 |
| 气味 | 无臭或几乎无臭 | — | 无臭或几乎无臭 | — | — | — | — | 无臭或几乎无臭 |
| 组织状态 | 粘稠液体 | 非常粘稠液体 | 非常粘稠液体 | — | 粘稠液体 | 粘稠，油状液体 | 粘稠液体 | 粘稠液体 |
| 植物甲萘醌含量,w/% | | 97.0-103.0 | 97.0-103.0 | 97.0-103.0 | 97.0-103.0 | 97.0-102.0 | 97.0%-103.0 | 97.0-102.0 | 97.0-103.0 |
| 植物甲萘醌顺式异构体含量,w/% | | ≤21.0 | ≤21.0 | ≤21.0 | ≤21.0 | — | — | 5~18 | ≤18.0 |
| 折射率() | | 1.525-1.528 | 1.523-1.526() | 1.523-1.526() | 1.523-1.526() | 1.525-1.529() | 约1.526 | 1.525-1.529 | 1.525-1.528 |
| 相对密度 | | — | 约为0.976 | 约为0.967 | — | — | — | 约为0.967 | — |
| 酸值/pH | | — | — | — | pH：石蕊呈中性 | — | 酸值：≤2.0 mgKOH/g | — | — |
| 鉴别紫外吸收峰 | 红外吸收色谱图 | 与对照图谱一致 | 在相同波长下样品光谱的最大值与标准物质的一样 | 在相同波长下样品光谱的最大值与标准物质的一样 | — | — | — | 与对照图谱相同 | 与对照图谱一致 |
| 紫外吸收 | 在243nm、249nm、261nm与270nm的波长处有最大吸收，在228nm、246nm、254nm与266nm的波长处有最小吸收 | 在相同波长下样品溶液光谱的最大值和最小值与标准溶液的一样，并在248nm处两者的吸光度相差不超过3.0% | 在相同波长下样品溶液光谱的最大值和最小值与标准溶液的一样，并在248nm处两者的吸光度相差不超过3.0% | 符合要求，在248nm处吸光度相差不超过3.0% | 在1:100000异辛烷溶液中，样品溶液的吸光度与标准品溶液的吸光度相同 | 在327nm 、243nm、249nm、261nm和270nm处有最大吸收峰，在285nm处有最小吸收峰，在327nm处吸收系数为67-73() | 在1:100000异辛烷溶液中，样品溶液的吸光度与标准品溶液的吸光度相同 | 在243nm、249nm、261nm与270nm的波长处有最大吸收，在228nm、246nm、254nm与266nm的波长处有最小吸收 |
| 液相色谱图主峰保留时间 | 与对照品一致 | — | — | — | — | 与对照品一致 | — | — |
| 显色反应 | 显色 | — | — | — | 显色 | 显色 | — | 显色 |
| 硫酸灰分,% | | — | — | — | — | — | ≤0.1 | — | — |
| 紫外吸光度比值 | | A254nm/A249nm=0.70-0.75 | — | — | — | A253.5nm/A248.5nm=0.69-0.73  A253.5nm/A269.5nm=0.74-0.78  A284.5nm/A326.0nm=0.28-0.34 | — | A253.5nm/A248.5nm=0.69-0.73  A253.5nm/A269.5nm=0.74-0.78  A284.5nm/A326.0nm=0.28-0.34 | A254nm/A249nm=0.70-0.75 |
| 甲萘醌 | | 颜色不得深于对照液（≤0.2%） | 无紫色或蓝色出现 | 无紫色或蓝色出现 | 无紫色或蓝色产生 | 不得出现蓝紫色 | 样品甲萘醌斑点的强度不得强于甲萘醌标准品斑点（≤0.2%） | 无蓝紫色出现 | ≤0.2% |
| 铅（以铅计）,mg/kg | | — | ≤2 | ≤2 | — | ≤2.0 | — | — | ≤2.0 |
| 重金属（以铅计）,mg/kg | | — | — | — | — | — | — | ≤20 | ≤20 |
| 砷（以As计）,mg/kg | | （企业为≤2.0） | — | — | — | — | — | — | ≤2.0 |
| 溶剂残留（正己烷）/（mg/kg） | | 中国药典（2015版）规定了药品中常见的残留溶剂及限度，正己烷限度为0.029%；企业内控≤50；GB2716-2005食用植物油指标为≤50mg/kg；食品安全国家标准 食品添加剂 辣椒红 指标为 ≤50mg/kg。 | — | — | — | — | — | — | ≤50 |

**附表2 国内外同类产品检测方法一览表**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 项目 | | **中国药典2015版** | **FCC7th** | **FCC 10th** | **美国药典** | **Korea Food Additives Code** | **欧洲药典2014** | **日本药典** | **本标准制定** |
| 感官要求 | 色泽 | — | — | — | — | — | — | — | — |
| 气味 | — | — | — | — | — | — | — | — |
| 组织状态 | — | — | — | — | — | — | — | — |
| 植物甲萘醌含量,w/% | | 高效液相色谱法 | 高效液相色谱法 | 高效液相色谱法 | 高效液相色谱法 | 分光光度法 | 高效液相色谱法 | 高效液相色谱法 | 高效液相色谱法 |
| 植物甲萘醌顺式异构体含量,w/% | | 高效液相色谱法 | 高效液相色谱法 | 高效液相色谱法 | 高效液相色谱法 | — | — | 高效液相色谱法 | 高效液相色谱法 |
| 酸值/pH | | — | — | — | 石蕊试纸 | — | 酸值：酸碱指示剂滴定法 | — | — |
| 鉴别 | 红外吸收色谱图 | 红外分光光度法 | 红外分光光度法 | 红外分光光度法 | 红外分光光度法 | — | — | 红外分光光度法 | 红外分光光度法 |
| 红外吸收峰 | 紫外分光光度法 | 紫外分光光度法 | 紫外分光光度法 | 紫外分光光度法 | 紫外分光光度法 | 紫外分光光度法 | 紫外分光光度法 | 紫外分光光度法 |
| 液相色谱主峰保留时间 | 高效液相色谱法 | — | — | — | — | 高效液相色谱法 | — | — |
| 显色反应 | 显色反应 | — | — | — | 显色反应 | 显色反应 | — | 显色反应 |
| 硫酸灰分,% | | — | — | — | — | — | 高温灰化法 | — | — |
| 紫外吸光度比值 | | 紫外分光光度法 | — | — | — | 紫外分光光度法 | — | 紫外分光光度法 | 紫外分光光度法 |
| 折射率  () | | 折光法 | 折光法 | 折光法 | 折光法 | 折光法 | 折光法 | 折光法 | 折光法 |
| 甲萘醌 | | 目视比色 | 显色反应 | 显色反应 | 显色反应 | 显色反应 | 薄层色谱法 | 显色反应 | 目视比色 |
| 铅（以铅计）,mg/kg | | — | 火焰原子吸收光谱法 | 火焰原子吸收光谱法 | — | 原子吸收分光光度法/电感耦合等离子体发射光谱 | — | — | GB 5009.12 |
| 重金属（以铅计）,mg/kg | | — | — | — | — | — | — | 灰化目视比色法 | GB 5009.74 |
| 砷（以As计）,mg/kg | | — | — | — | — | — | — | — | GB 5009.11 |
| 溶剂残留（正己烷）/（mg/kg） | | 气相色谱法 | — | — | — | — | — | — | GB 5009.262 |