



中华人民共和国国家标准

GB XXXXX—XXXX

食品安全国家标准

食品营养强化剂 植物甲萘醌（维生素 K₁）

（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和计划生育委员会
国家食品药品监督管理总局 发布

食品安全国家标准

食品营养强化剂 植物甲萘醌（维生素 K₁）

1 范围

本标准适用于以甲萘醌和植物醇（包括天然植物醇和异植物醇）为原料，经化学合成而制得的食物营养强化剂植物甲萘醌（维生素 K₁）。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

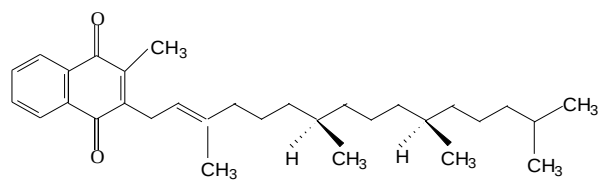
2.1 化学名称

2-甲基-3-（3,7,11,15-四甲基-2-十六碳烯基）-1,4-萘二酮的反式和顺式异构体的混合物。

2.2 分子式

C₃₁H₄₆O₂

2.3 结构式



2.4 相对分子质量

450.71（按2016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	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	

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
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 (A _{254nm} /A _{249nm})		0.70~0.75	附录 A.4
折光率, n _D ²⁰		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。			

附录A

检验方法

A.1 一般规定

本标准所用试剂和水，除特别说明，均指分析纯试剂和GB/T 6682中规定的三级水及以上试验用水。试验中所用标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时，均指水溶液。除另有规定外，吸收峰波长应在该品种项下规定的波长±2 nm以内，并以吸光度最大的波长作为测定波长。一般样品溶液的吸光度读数，以在0.3~0.7之间为宜。

A.2 鉴别试验

A.2.1 显色反应

A.2.1.1 试剂和材料

A.2.1.1.1 甲醇：分析纯。

A.2.1.1.2 氢氧化钾：分析纯。

A.2.1.1.3 5%氢氧化钾-甲醇溶液：称取5 g氢氧化钾，置于烧杯中，加100 mL甲醇使其溶解，密闭避光放置过夜，取上部澄清液使用。溶液变黄褐色应重新配置。

A.2.1.2 分析步骤

取试样1滴，加10 mL甲醇，加1 mL 5%氢氧化钾-甲醇溶液，振摇，溶液应显绿色。置热水浴中应显深紫色，随后变为红棕色。

A.2.2 红外吸收色谱

采用ATR法或者膜法，按照GB/T 6040进行试验，试样的红外光谱应与对照的图谱一致（对照图谱见附录B）。

A.2.3 紫外吸收峰

A.2.3.1 试剂和材料

A.2.3.1.1 异辛烷：分析纯。

A.2.3.2 仪器和设备

A.2.3.2.1 紫外分光光度计。

A.2.3.2.2 电子天平，精度0.0001 g。

A.2.3.3 试样溶液的制备

称取0.025 g（精确至0.0001 g）试样，用异辛烷溶解并定容至50 mL，摇匀。吸取溶液1 mL，用异辛烷溶解并定容至50 mL，摇匀，作为试样溶液备用。

A.2.3.4 分析步骤

将试样溶液（A.2.3.3）注入1 cm石英比色皿，以异辛烷为空白测定以下波长处的吸光度，在243 nm、249 nm、261 nm与270 nm的波长处有最大吸收，在228 nm、246 nm、254 nm与266 nm的波长处应有最小吸收。

A.3 植物甲萘醌及其顺式异构体含量的测定

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 正己烷：色谱纯。

A.3.1.2 正戊醇：分析纯。

A.3.1.3 苯甲酸胆甾酯：含量≥96 %。

A.3.1.4 植物甲萘醌（维生素K₁）(C₃₁H₄₆O₂,CAS号:84-80-0)：纯度≥99 %，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

A.3.2 仪器和设备

A.3.2.1 液相色谱仪：配有二极管阵列检测器或其他等效检测器。

A.3.2.2 色谱柱：25 cm×4.6 mm的含有5 μm-10 μm的多孔二氧化硅微粒填料的色谱柱，或其它等效色谱柱。

A.3.2.3 参考色谱条件

A.3.2.3.1 检测器波长：254 nm。

A.3.2.3.2 流动相：正己烷：正戊醇=2000：2.5。

A.3.2.3.3 流速：1.0 mL/min。

A.3.2.3.4 进样量：10 μL。

A.3.3 分析步骤

A.3.3.1 对照溶液的制备

内标溶液：称取1.2 g苯甲酸胆甾酯(精确至0.0001 g)，用流动相溶解,移入100 mL容量瓶中,定容至刻度，摇匀，备用。

对照品溶液：称取0.05 g（精确至0.0001g）植物甲萘醌（维生素K₁）对照品，用流动相溶解，移入25 mL容量瓶中，定容至刻度，摇匀，备用。准确吸取5 mL对照品滤液和1 mL内标溶液，移入10 mL容量瓶中，用流动相定容至刻度，摇匀，作为对照品溶液。色谱分析前用0.45 μm 微孔滤膜过滤，滤液备用。

A.3.3.2 试样溶液的制备

称取0.05 g(精确至0.0001 g)试样，用流动相溶解，移入25 mL容量瓶中，定容至刻度，摇匀，作为储备液。准确吸取5 mL储备液和1 mL内标溶液，置于10 mL容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为试液。色谱分析前用0.45 μm 微孔滤膜过滤,滤液备用。

A.3.3.3 测定

在A.3.2.3参考色谱条件下，吸取试样溶液和对照品溶液分别注入色谱仪，记录所得的试样溶液中植物甲萘醌的峰面积和对照溶液中内标物质峰面积、植物甲萘醌的峰面积。

A.3.4 含量计算

A.3.4.1 试样中总植物甲萘醌含量计算

试样中总植物甲萘醌的质量分数C_x，数值以%表示，按公式（A.1）计算：

$$C_x = \frac{A_s / C_s}{A_R / C_R} \times \frac{A_x}{A'_s / C'_s} \times \frac{V}{m} \times \frac{100}{1000} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

A_x——试样溶液中的总植物甲萘醌峰面积；

A_s——对照品溶液中内标物质峰面积；

A'_s——试样溶液中内标物质峰面积；

A_R——对照品溶液中总植物甲萘醌峰面积；

c_s——对照品溶液中内标物质浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

c_s ——试样溶液中总植物总甲萘醌浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

c_R ——对照品溶液中总植物甲萘醌的含量，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V ——试样的定容体积，单位为毫升(mL)；

m ——试样质量，单位为克 (g)。

100——系数，将结果转换为%

1000——换算系数，将毫克转换为克。

A.3.4.2 试样中顺式植物甲萘醌含量计算

试样中顺式植物甲萘醌的质量分数 C_Z ，数值以%表示，按公式 (A.2) 计算：

$$C_Z = \frac{A_Z}{A_Z + A_E} \times 100 \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

A_Z ——试样中顺式植物甲萘醌峰面积；

A_E ——试样中反式植物甲萘醌峰面积；

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2.0 %。

A.4 紫外吸光度比值

A. 4. 1 分析步骤

将试样溶液 (A.2.3.3) 注入1 cm石英比色皿，以异辛烷为空白，分别测定在波长254 nm、249 nm处的吸光度。

A. 4. 2 结果计算

紫外吸光度比值 X 按式 (A.3) 计算：

$$X = \frac{A_{254}}{A_{249}} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

A_{254} ——试样溶液在 254 nm 处测得的吸光度；

A_{249} ——试样溶液在 249 nm 处测得的吸光度；

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1 %。

A.5 甲萘醌含量的测定

A. 5. 1 试剂和材料

A.5.1.1 氰基乙酸乙酯：分析纯。

A.5.1.2 异辛烷：分析纯。

A.5.1.3 甲萘醌对照溶液（20 μ g/mL）：称取0.20 g甲萘醌，用异辛烷定容至100 mL，吸取1 mL，用异辛烷定容至100 mL，作为对照品。

A.5.1.4 氨试液：吸取40 mL氨水，加水定容至100 mL。

A. 5. 2 实验步骤

精确称取0.02 g(精确至0.01 g)试样，加异辛烷2 mL使溶解。取2 mL甲萘醌对照溶液，作为对照。依次加入1 mL氨试液-乙醇（1:1）及2滴氰基乙酸乙酯，缓缓振摇。放置。

A. 5. 3 结果判定

试样溶液如下层显蓝色，其蓝色不得深于对照品溶液。

附 录 B

植物甲萘醌红外吸收图谱

植物甲萘醌红外吸收图谱见图 B.1

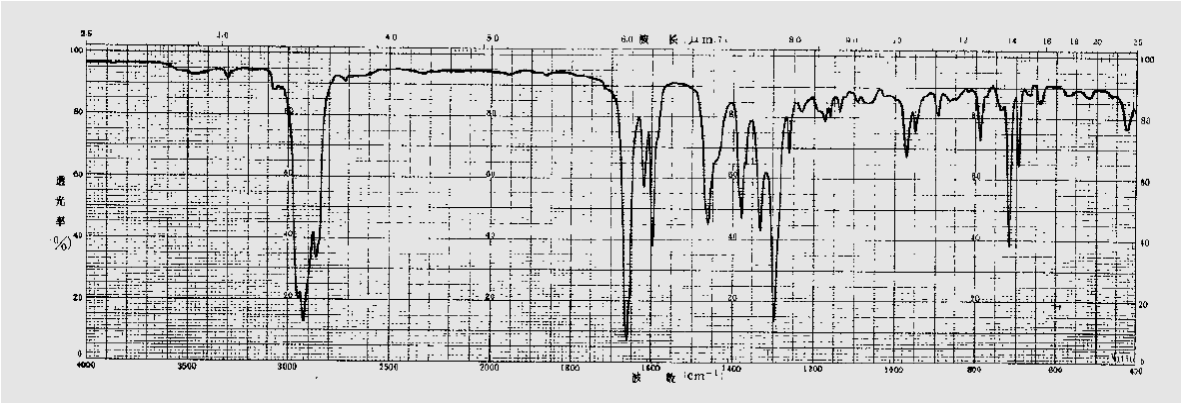


图 B.1 植物甲萘醌红外吸收图谱

注：引自《药品红外光谱集》第一卷（一九九五）