



中华人民共和国国家标准

GB 1903.81—2025

食品安全国家标准

食品营养强化剂 维生素 K₂ (合成法)

2025-09-02 发布

2026-03-02 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)

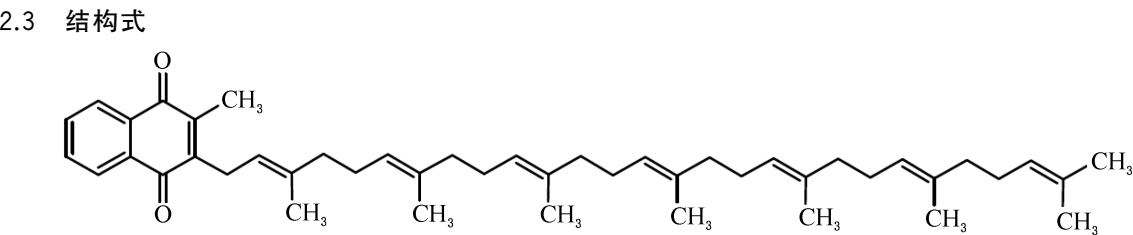
1 范围

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
C₄₆H₆₄O₂



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	

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 ~ 102.0	附录 A 中 A.4
维生素 K ₂ 顺式异构体相对含量, 相对面积/ $\%$	≤ 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 K ₂ (合成法)产品应以符合本标准的维生素 K ₂ (合成法)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, 其含量指标符合声称。		

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	不应检出	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌/25 g	不应检出	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 的规定制备。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,试验过程应注意避光。

A.3 鉴别试验

按维生素 K₂ 含量的测定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(精确至 0.1 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),溶解后,用无水乙醇(A.4.2.2)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(精确至 0.1 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 0.1 mg。

A.4.4 参考色谱条件

A.4.4.1 色谱柱: C₁₈ 色谱柱, 4.6 mm × 25 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 ℃。

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。

A.4.5.2 试样测定

系统适应性合格后, 分别取标准溶液(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。参考色谱图见附录 B 中图 B.1。

A.4.6 结果计算

维生素 K₂ 含量 W₁ 以 w/% 计, 按公式(A.1)计算:

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

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 的质量浓度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

C_u ——试样溶液中维生素 K₂ 的质量浓度, 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 2 次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 10%。

A.5 维生素 K₂ 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: C₄₆ H₆₄ O₂, 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 标准储备溶液:称取 40 mg(精确至 0.1 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 °C ~ 4 °C 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(精确至 0.1 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 0.1 mg。

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 °C。

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。

A.5.5.2 试样测定

系统适应性合格后, 取试样溶液(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。参考色谱图见附录 B 中图 B.2。

A.5.6 结果计算

维生素 K₂ 顺式异构体相对含量 *W₂* 以相对面积/%计, 按公式(A.2)计算:

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

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 K_2 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 2 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) 标准溶液含量测定液相色谱图如图 B.1 所示。

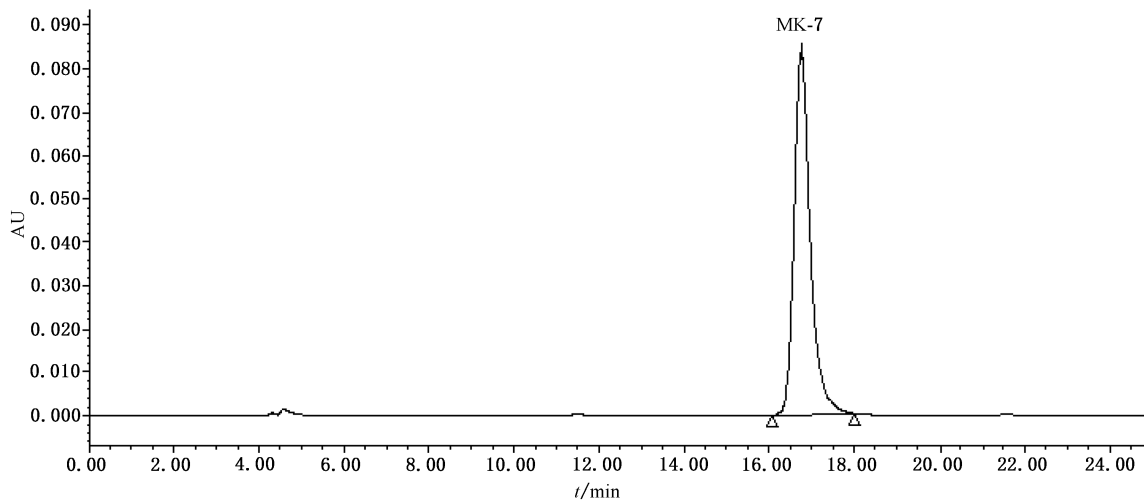


图 B.1 维生素 K₂ (MK-7) 标准溶液含量测定液相色谱图

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

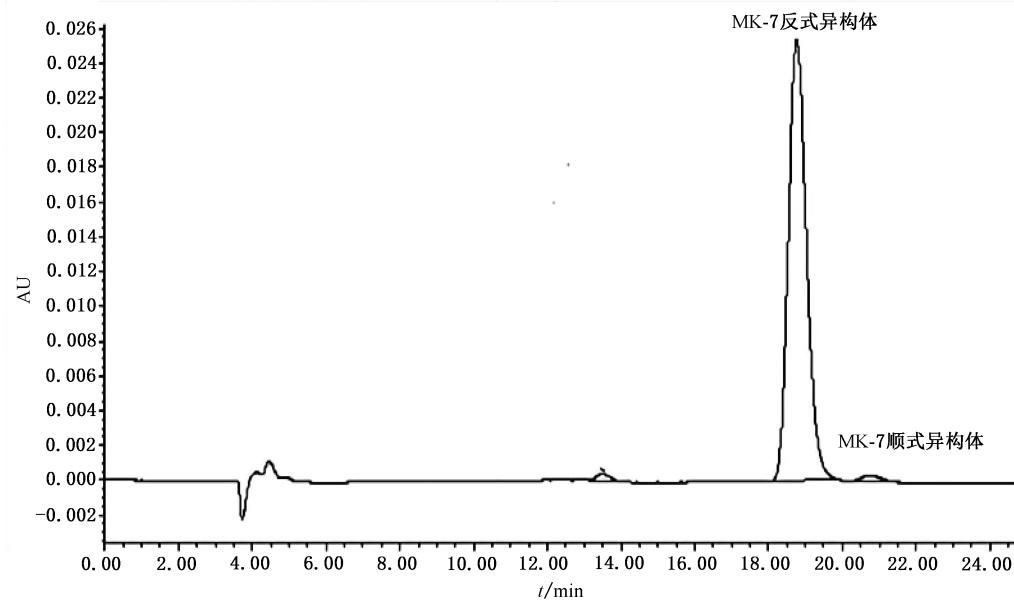


图 B.2 维生素 K₂ (MK-7) 试样顺式异构体含量测定液相色谱图