# 《食品安全国家标准 食品中维生素 $K_2$ 的测定》（征求意见稿）编制说明

## 一、标准起草基本情况

本标准于 2018 年立项（项目编号 spaq-2018-043），项目承担单位为青岛海关技术中心（原山东出入境检验检疫局检验检疫技术中心），中国疾病预防控制中心营养与健康所、北京市营养源研究所、中国保健协会。2018 年 10 月 16 日正式启动，在广泛调查研究和验证的基础上，起草了本标准，并邀请 5 家专业技术机构进行方法标准实验室间验证工作，2020 年 12 月 28 日形成草案，2021 年 7 月至 8 月进行行业内征求意见，期间未收到重大分歧意见。2021 年 9 月 10 日形成《食品安全国家标准 食品中维生素 $K_2$ 的测定》草稿。2021 年 12 月 1 日，第 2 届食品安全国家标准审评委员会理化检验方法与规程专业委员会第 9 次会议审查本标准，审查结论为审查通过。

## 二、标准的主要技术内容

标准适用于乳及乳制品、特殊膳食用食品、发酵豆制品和肉与肉制品中四烯甲萘醌、七烯甲萘醌、九烯甲萘醌三种维生素 $K_2$ 分型的测定。维生素 $K_2$ 是由侧链上包含不同数量异戊二烯基团而分为不同亚型的甲萘醌，是一组脂溶性维生素，同时也可溶于甲醇、乙醚等有机溶剂，耐热耐酸，对紫外线和碱敏感。主要来自于动物性食物和微生物发酵产生。比较常见的有四烯甲萘醌（menaquinone-4,MK-4）、七烯甲萘醌（menaquinone-7,MK-7）、九烯甲萘醌（menaquinone-9,MK-9）。样品经均质、匀浆处理后，使用脂肪酶、淀粉酶或蛋白酶酶解，采用正己烷提取四烯甲萘醌、七烯甲萘醌、九烯甲萘醌，提取液浓缩后经反相液相色谱分离，锌还原柱柱后衍生，荧光检测器检测，根据保留时间定性，外标法定量。

当取样量为2.000g ，浓缩体积为5.00mL时，本方法中MK-4的检出限为70.0 μg/kg，定量限为200 μg/kg。MK-4的浓度在0.025μg/mL～1.0μg/mL范围内时，线性关系良好。实验平均加标回收率为70.5%～115%，相对标准偏差为0.29%～9.79%；当取样量为2.000g ，浓缩体积为5.00mL时，本方法中MK-7的检出限为70.0 μg/kg，定量限为200 μg/kg。MK-7的浓度在0.025μg/mL～1.0μg/mL范围内时，线性关系良好。实验平均加标回收率为70.3%～112.4%，相对标准偏差为0.70%～12.0%；当取样量为2.000g，浓缩体积为5.00mL时，本方法中MK-9的检出限为300 μg/kg，定量限为1000 μg/kg。MK-9的浓度在0.050μg/mL～1.0μg/mL范围内时，线性关系良好。实验平均加标回收率为75.1%～108.8%，相对标准偏差为0.56%～9.79%。 五家实验室间的方法验证结果指标也均符合GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》中附录F规定的检测方法确认的技术要求。 因此，本方法灵敏度高、准确性好、精密度高，可满足日常检测的要求。

## 三、国内外相关法规标准情况

基于维生素 $K_2$ 的生理功能，人们已经越来越重视它的摄入，各国都开始制定维生素 $K_2$ 的使用标准和规范。我国国家卫生计生委 2016 年第 8 号公告《关于海藻酸钙等食品添加剂新品种的公告》，国家卫健委 2019 年第 6 号公告《关于葡糖淀粉酶等 28 种“三新食品”的公告》、国家卫健委 2020 年第 9 号公告《蝉花子实体（人工培植）等 15 种“三新食品”的公告》分别批准来自发酵法工艺和合成法工艺生产的维生素 $K_2$(MK-7)，作为营养强化剂的使用，原国家食药总局 2016 年第 205 号公告规定了保健食品中维生素 $K_2$ 的使用范围和使用量。2021 年 8 月，GB 24154-201X《食品安全国家标准 运动营养食品通则（草案）》中规定了运动后恢复类骨关节恢复类运动营养食品中可选择添加维生素 $K_2$，其检测方法参考使用 GB 5009.158 高效液相色谱-荧光检测法，此方法简便、灵敏度高、选择性高，但是是维生素 $K_1$ 的检测方法，仅参考使用。欧盟(EU)2017/2470 中规定源于合成和微生物的维生素 $K_2$(MK-7)，作为新食品原料，并将其列入“新食品原料列表”中说明了规格要求。美国维生素 $K_2$(MK-7)通过美国 FAD 的 GRAS 认证，可在乳制品、豆奶、果汁、运动饮料等食品中添加。日本厚生劳动省批准维生素 $K_2$(MK-7)作为食品添加剂使用，并列入“食品添加物公定书”。目前国内外尚没有关于食品中维生素 $K_2$ 的标准检验方法发布，国内相关公告中提供了维生素 $K_2$ 营养强化剂中维生素 $K_2$ 含量的测定方法，详见表 1。

**表 1 国内维生素 $K_2$ 检测方法概况**

| 序号 | 检测方法名 | 检测方法 | 检测目标物 | 适用范围 | 特点 |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 卫计委 2016 年第 8 号公告 | 高效液相色谱-紫外检测法 | MK-7 | 发酵法制成的营养强化剂 | 方法简便、灵敏度低、选择性低 |
| 2 | BJS201717 保健食品中 9 种脂溶性维生素的测定 | 高效液相色谱串联质谱法 | MK-4 | 保健食品中的营养强化剂 | 方法简便、灵敏度高、选择性高，仪器要求高。 |
| 3 | 卫健委 2019 年第 6 号公告 | 高效液相色谱-紫外检测法 | MK-7 | 合成法制成的营养强化剂 | 方法简便、灵敏度低、选择性低 |
| 4 | 卫健委 2020 年第 9 号公告 | 高效液相色谱-紫外检测法 | MK-7 | 合成法制成的营养强化剂 | 方法简便、灵敏度低、选择性低 |
| 5 | GB 24154-201X《食品安全国家标准 运动营养食品通则（草案）》 | 参考 GB5009.158 高效液相色谱-荧光检测法 | MK-7 | / | 方法简便、灵敏度高、选择性高，但是是维生素 $K_1$ 的检测方法，仅参考使用。 |

## 四、其他需要说明的事项

无。