

附件 1

蝉花子实体（人工培植）等 3 种新食品原料

一、蝉花子实体（人工培植）

中文名称	蝉花子实体（人工培植）
基本信息	来源：人工培养的蝉花子实体 种属：虫草科、棒束孢属
生产工艺简述	将蝉花（即蝉棒束孢）(<i>Isaria cicadae</i> Miq.) 菌种接种到培养基上进行人工培养，经采收子座（即孢梗束）、干燥等工艺制成。
推荐食用量	≤3 克/天（以干品计）
其他需要说明的情况	1. 婴幼儿、孕妇、哺乳期妇女及食用菌过敏者不宜食用，标签及说明书应当标注不适宜人群。 2. 食品安全指标按照我国现行食品安全国家标准中食用菌类的规定执行。黄曲霉毒素 B ₁ 、黄曲霉毒素 B ₂ 、黄曲霉毒素 G ₁ 、黄曲霉毒素 G ₂ 、脱氧雪腐镰刀菌烯醇、赈曲霉毒素 A、玉米赤霉烯酮不得检出；白僵菌素含量 ≤3 mg/kg（检测方法见附录 A）。

附录 A

蝉花子实体中白僵菌素的检测方法

1 范围

本方法规定了蝉花子实体原料中白僵菌素的检测方法。适用于蝉花子实体中白僵菌素的检测。

2 原理

试样中的白僵菌素，用乙腈-水溶液提取，提取液经固相萃取柱净化后，超高压液相色谱-串联质谱检测，外标法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

3.1 试剂

3.1.1 甲醇 (CH_3OH): 色谱纯。

3.1.2 乙腈 ($\text{C}_2\text{H}_5\text{ON}$): 色谱纯。

3.1.3 甲酸 (CH_3COOH): 色谱纯。

3.2 试剂配制

3.2.1 乙腈-水溶液 (85+15): 量取 150 mL 水加入到 850 mL 乙腈中，混匀。

3.2.2 乙腈-水溶液 (10+90): 量取 900 mL 水加入到 100 mL 乙腈中，混匀。

3.2.3 乙腈-水溶液 (50+50): 量取 500 mL 水加入到 500 mL 乙腈中，

混匀。

3.2.4 乙腈-水溶液 (90+10): 量取 100 mL 水加入到 900 mL 乙腈中, 混匀。

3.2.5 0.2%甲酸-水溶液: 准确量取 2 mL 甲酸加入到 1000 mL 水中, 混匀。

3.3 标准品

白僵菌素 (BEA, $C_{45}H_{57}N_3O_9$, CAS号: 26048-05-5): 纯度 $\geq 97\%$ 。

3.4 标准溶液配制

3.4.1 标准储备溶液 (1.00 mg/mL): 称取 BEA 10 mg (精确至 0.01 mg), 用乙腈溶解并定容至 10 mL。将溶液转移至试剂瓶中, 在 -20°C 下密封保存, 有效期一年。

3.4.2 标准工作溶液 1 (60.0 $\mu\text{g/mL}$): 准确吸取 1.00 mg/mL BEA 标准储备液 0.6 mL 于 10 mL 容量瓶中, 加乙腈定容至刻度。在 -20°C 下密封保存, 有效期半年。

3.4.3 标准工作溶液 2 (6.00 $\mu\text{g/mL}$): 准确吸取 60.0 $\mu\text{g/mL}$ 标准工作溶液 1 mL 于 10 mL 容量瓶中, 加乙腈定容至刻度。在 -20°C 下密封保存, 有效期半年。

4 仪器和设备

4.1 液相色谱-串联质谱仪: 带电喷雾离子源。

4.2 电子天平: 感应量 0.01 g 和 0.00001 g。

4.3 涡旋振荡器。

4.4 固相萃取装置。

4.5 固相萃取柱：兼具亲水基团（吡咯烷酮基团）和疏水基团（二乙
烯基苯）吸附剂填料的固相萃取小柱，200 mg，3 mL，或相当者。

4.6 高速离心机

4.7 匀浆机

4.8 水相微孔滤膜：0.22 μm 。

5 分析步骤

5.1 试样提取

称取2 g（准确至0.01 g）试样于50 mL离心管（或均质袋）中，加入40.0 mL（V1）乙腈-水（85+15），高速混匀120 s，置于涡旋振荡器中180 rpm振荡提取30 min，室温静置15–20 min。移取10 mL上清液（V2）于50 mL离心管中，加入20 mL（V3）超纯水进行稀释，涡旋混匀后室温静置15–20 min，收集上清液于干净的容器中备用。

5.2 试样净化

取4 mL（V4）上清液全部通过事先用3 mL甲醇和3 mL超纯水预先活化的SPE柱，再依次用3 mL 10%乙腈水溶液和3 mL 50%乙腈水溶液淋洗、负压下抽干SPE柱。最后用2 mL（V）90%乙腈水溶液洗脱，负压下抽干SPE柱并收集洗脱液，涡旋混匀，采用0.22 μm 微孔滤膜过滤于进样瓶中，待进样。

5.3 液相色谱参考条件

色谱参考条件列出如下：

a) 色谱柱：C18 柱（柱长 100 mm，柱内径 2.1 mm，填料粒径 1.7 μm ）；

b) 流动相： A 相： 0.2%甲酸水； B 相： 乙腈；

c) 梯度洗脱： 0–1 min, 80%A； 3 min, 60% A； 12 min, 30%A；

12.1–15.0 min, 10% A； 15.1–17.0 min, 80% A；

d) 流速： 0.30 mL/min；

e) 柱温： 35°C；

f) 进样体积： 2 μ L。

5.4 质谱参考条件

质谱参考条件列出如下：

a) 检测方式： 多离子反应监测 (MRM)；

b) 扫描时间 (Scan Time)： 0.5 sec；

c) 离子源： Tube Spray； 电离方式： ESI+； 离子喷雾电压： 5500V；

离子源温度： 550°C；

d) 碰撞解离能量 CAD medium；

e) 气体 1 (Ion Source Gas 1) 55 psi； 气体 2 (Ion Source Gas 2) 55 psi； 气帘气 (Curtain Gas, CUR) 35 psi；

f) 离子选择参数： 参见表 A.1；

g) 多反应监测 (MRM-ESI+) 色谱图： 见附录 A.1。

表 A.1 离子选择参数表

化合物名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	去簇电压 (V) DP	碰撞能量 (eV) CE
白僵菌素	801.4	244.1*/262.1	73/60	42/42

5.5 定性测定

目标化合物的定性以保留时间和两对离子(特征离子对/定量离子对)所对应的 LC-MS/MS 色谱峰相对丰度进行。试样中目标化合物对应色谱峰的保留时间与相应标准色谱峰相比较,变化范围应在 $\pm 2.5\%$ 之内。

试样中与标准溶液中目标化合物色谱峰丰度比,同一检测批次样品中目标化合物的两对离子对应的 LC-MS/MS 色谱峰相对丰度比与浓度相当的标准溶液相比,其允许偏差不超过表 A.2 规定的范围。

表 A.2 定性时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度/%	>50	20-50	10-20	≤ 10
允许相对偏差/%	± 20	± 25	± 30	± 50

5.6 标准曲线的制作

5.6.1 基质匹配标准溶液

准确称取不含目标物的蝉花子实体干粉 6 份,每份为 2 g(精确至 0.01 g),分别加入 6.00 $\mu\text{g/mL}$ 标准工作溶液 5 μL 、10 μL 、50 μL 、100 μL 、200 μL 和 500 μL ,按照“5.1、5.2”的步骤操作,得浓度分别为 0.5 ng/mL、1.0 ng/mL、5.0 ng/mL、10.0 ng/mL、20 ng/mL、50 ng/mL 的系列基质匹配标准溶液。

5.6.2 标准曲线

在 5.3、5.4 的液相色谱串联质谱仪分析条件下,将基质匹配标准溶液由低到高浓度进样检测,外标法定量,以 BEA 色谱峰面积-浓度作图,得到标准曲线回归方程,其线性相关系数应大于 0.99。

5.7 试样溶液的测定

取 5.2 处理得到的待测溶液进样，外标法计算待测液中目标物质的质量浓度，按第 6 章计算样品中待测物的含量。待测样液中的响应值应在标准曲线线性范围内，超过线性范围则应适当减少取样量重新测定。

5.8 空白试验

不称取试样，按 5.1 和 5.2 的步骤做空白实验。应确认不含有干扰待测组分的物质。

6 分析结果的表述

试样中 BEA 的含量按式 (1) 计算。

$$X = \frac{\rho \times V \times f \times 100}{m \times 1000} \quad (1)$$

式中：

X——试样中 BEA 的含量，单位为微克每百克 ($\mu\text{g}/100\text{g}$)；

ρ ——试样中 BEA 按照外标法在标准校正曲线中对应的质量浓度，单位为纳克每毫升 (ng/mL)；

f——样液稀释因子；

V——试样最终定容体积，单位为毫升 (mL)；

m——试样的称样量，单位为克 (g)；

1000——换算系数。

计算结果保留三位有效数字。

7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

8 其他

当称原料试样 2.0 g 时，方法中的白僵菌素检出限为 0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，定量限为 1.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

附录 A.1

白僵菌素标准物质多反应监测 (MRM) 色谱图

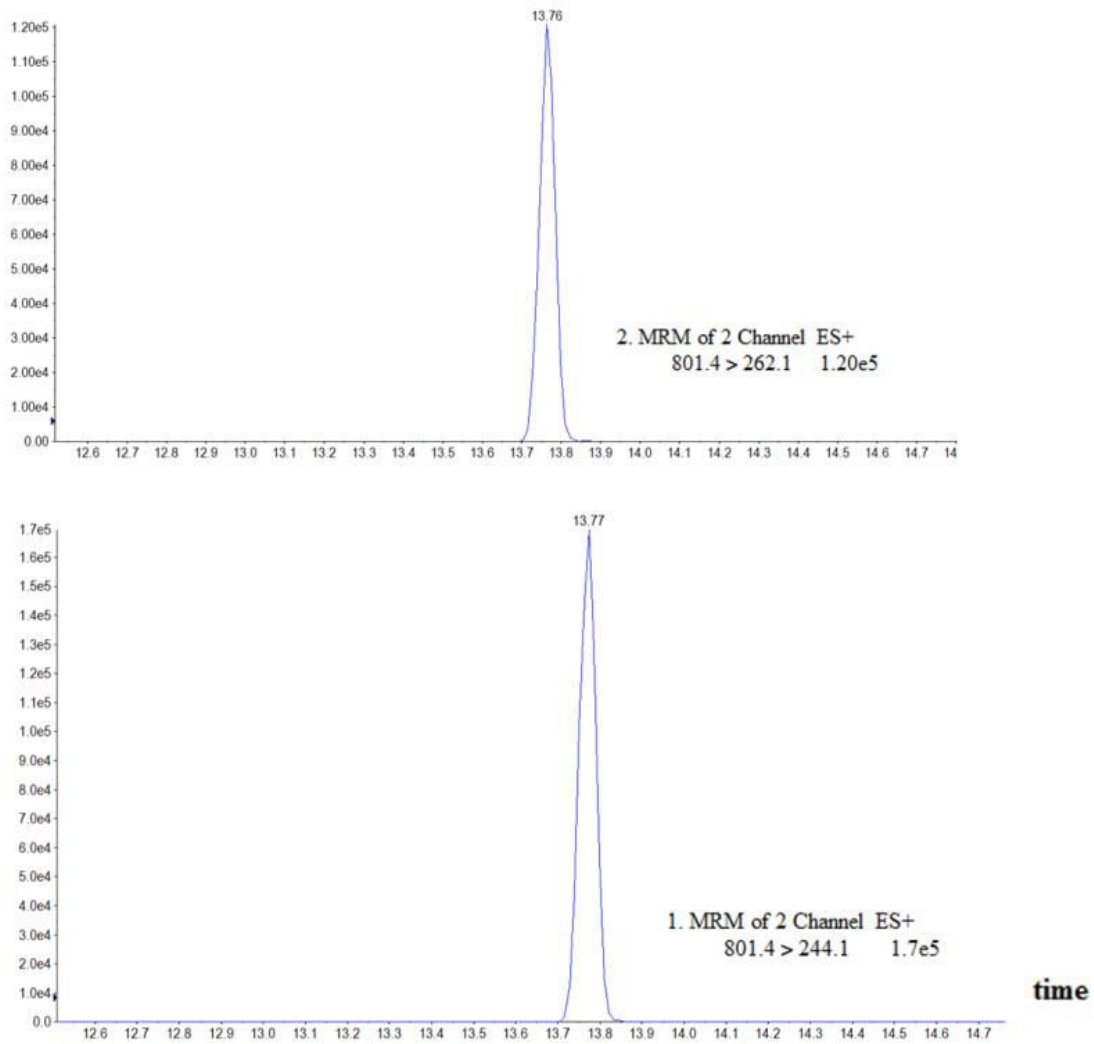


图 A.1 5 μ g/L 白僵菌素标准物质多反应监测 (MRM) 色谱图

1.白僵菌素定量离子色谱图 (801.4>244.1)

2.白僵菌素定性离子色谱图 (801.4>262.1)

二、透明质酸钠

中文名称	透明质酸钠	
英文名称	Sodium Hyaluronate	
基本信息	<p>来源：马链球菌兽疫亚种（<i>Streptococcus equi</i> subsp. <i>zooepidemicus</i>）</p> <p>结构式：</p>  <p>分子式：(C₁₄H₂₀NNaO₁₁)_n，n 为 200–10000</p> <p>分子量：8.02×10⁴–4.01×10⁶</p>	
生产工艺简述	以葡萄糖、酵母粉、蛋白胨等为培养基，由马链球菌兽疫亚种经发酵生产而成。	
推荐食用量	≤200 毫克/天	
质量要求	性状	白色颗粒或粉末
	透明质酸钠含量，g/100g	≥87.0
	水分，g/100g	≤10.0
	pH	6.0–8.0
	灰分，g/100g	≤13.0
其他需要说明的情况	1.使用范围和推荐最大使用量：乳及乳制品（0.2 g/kg），饮料类（液体饮料≤50 mL 包装 2.0 g/kg，51–500 mL 包装 0.20 g/kg，固体饮料按照冲调后液体体积折算），酒类（1.0 g/kg），可可制品、巧克力和巧克力制品（包括代可可脂巧克力及制品）以及糖果	

	(3.0 g/kg)，冷冻饮品(2.0 g/kg)。	
	2.婴幼儿、孕妇及哺乳期妇女不宜食用，标签及说明书应当标注不适宜人群，并标注推荐食用量≤200毫克/天。	
	3.食品安全指标须符合以下规定：	
	铅(Pb)，mg/kg	≤0.5
	砷(As)，mg/kg	≤0.3

三、马乳酒样乳杆菌马乳酒样亚种

中文名称	马乳酒样乳杆菌马乳酒样亚种
拉丁名称	<i>Lactobacillus kefiranofaciens</i> subsp. <i>kefiranofaciens</i>
其他需要说明的情况	1.批准为可食用菌种，使用范围不包括婴幼儿食品。 2.食品安全指标应当符合我国相关标准。

附件 2

β-淀粉酶等 5 种食品添加剂新品种

一、食品工业用酶制剂新品种

序号	酶	来源	供体
1	β-淀粉酶 beta-amylase	地衣芽孢杆菌 <i>Bacillus licheniformis</i>	弯曲芽孢杆菌 <i>Bacillus flexus</i>

食品工业用酶制剂的质量规格要求应符合《食品安全国家标准 食品添加剂 食品工业用酶制剂》（GB 1886.174）的规定。

二、食品工业用加工助剂新品种

(一) 氧化亚氮

序号	助剂中文名称	助剂英文名称	功能	使用范围
1	氧化亚氮	Nitrous oxide	推进剂、 起泡剂	01.05 稀奶油（淡奶油）及其类似品的加工工艺、02.02 水油状脂肪乳化制品（仅限植脂乳）的加工工艺、02.02 类以外的脂肪乳化制品，包括混合的和（或）调味的脂肪乳化制品（仅限植脂奶油）的加工工艺

食品工业用加工助剂新品种氧化亚氮质量规格要求

1 范围

本质量规格要求适用于以天然气为原料合成的环己烷，经氧化得到的环己酮和环己醇的混合物，混合物在铜钒催化条件下硝酸氧化，生成己二酸和氮氧化合物，最后分离纯化得到纯度较高的食品添加剂氧化亚氮。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

2.1 化学名称

氧化亚氮（一氧化二氮）

2.2 分子式

N_2O

2.3 结构式

N-N-O

2.4 相对分子质量

44.01(按 2019 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	无色	使用透明无色软管连接气瓶减压出口，短时间启闭一下阀门，在自然光下观察管路中的色泽和状态。
状态	气态，高压下为液态	

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
氧化亚氮, w%	≥ 99.95	附录 A 中 A.4
二氧化碳/ (mg/kg)	≤ 0.5	GB/T 8984
一氧化碳/ (mg/kg)	≤ 0.5	GB/T 8984
氮气/ (mg/kg)	≤ 300	附录 A 中 A.5
氧气/ (mg/kg)	≤ 100	附录 A 中 A.5
水/ (g/m ³)	≤ 0.15	GB/T 5832.2
卤素 (以 Cl 计) / (mg/kg)	≤ 0.5	附录 A 中 A.6
氨/ (mg/kg)	≤ 1	附录 A 中 A.7
一氧化氮/ (mg/kg)	≤ 0.5	附录 A 中 A.8
二氧化氮/ (mg/kg)	≤ 0.5	附录 A 中 A.8

附录 A

氧化亚氮检验方法

A.1 安全提示

试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和防护措施，采样应符合GB/T 3723《工业用化学产品采样安全通则》要求。试验过程中，应有氧化亚氮尾气处理措施。

A.2 一般规定

分析前，应先将钢瓶或蓄气筒在23℃-27℃放置6 h以上。本标准所用试剂除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和GB/T 6682-2008 中规定的三级水。

A.3 鉴别试验

A.3.1 方法原理

氧化亚氮可以使炽红的木条发火燃烧，而通入碱性焦性没食子酸中，溶液不变棕色。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 氧化亚氮。

A.3.2.2 焦性没食子酸（1,2,3-连苯三酚）。

A.3.2.3 氢氧化钾。

A.3.2.4 碱性焦性没食子酸溶液：取 0.5 g 焦性没食子酸（1,2,3-连苯三酚），加入 2 mL 水溶解，摇匀，得到 A 溶液；取 12 g 氢氧化钾，加 8 mL 水溶液，摇匀，得到 B 溶液（氢氧化钾饱和溶液）。使用前立

即混合 A、B 两种溶液，本溶液应在临用前在真空手套箱内配制。

A.3.3 仪器和设备

真空手套箱。

A.3.4 分析步骤

A.3.4.1 将样品氧化亚氮气体经采样管与容器连接通气，取炽红的木条放置在氧化亚氮中，木条能够燃烧。

A.3.4.2 在真空手套箱内将本品用采样管通入碱性焦性没食子酸溶液中不出现棕色（与氧的区别）。

A.3.4.3 同时满足A.3.4.1和A.3.4.2的条件，即可判断为氧化亚氮。

A.4 氧化亚氮含量的测定

A.4.1 方法原理

在气体总的重量中减去杂质的重量即为氧化亚氮的含量。

A.4.2 结果计算

氧化亚氮的含量 ψ ，以质量分数计，按式（A.1）计算：

$$\psi = 100 - (\psi_1 + \psi_2 + \psi_3 + \psi_4 + \psi_5 + \psi_6 + \psi_7 + \psi_8 + \psi_9) / 10^{-6} \times 100 \quad (\text{A.1})$$

式中：

ψ_1 ——氨含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

ψ_2 ——一氧化碳含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

ψ_3 ——二氧化碳含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

ψ_4 ——氮气含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

ψ_5 ——氧气含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

ψ_6 ——一氧化氮含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

ψ_7 ——二氧化氮含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

ψ_8 ——水含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

ψ_9 ——卤素含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

10^{-6} ——换算因子。

氧化亚氮样品中减去杂质的含量，即为样品中氧化亚氮的含量。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准（结果保留4位有效数字）。在重复条件下获得两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的0.02%。

A.5 氮气及氧气的测定

A.5.1 方法原理

采用气相色谱法测定氧化亚氮中的氧气、氮气含量。载气将被测样品带入色谱柱经分离后进入热导检测器进行检测。外标法定量。

A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 色谱载气：高纯度氮气，其纯度应大于99.999%。

A.5.2.2 标准样品：用纯度大于99.9999%的氮气作底气配制，目的组分含量与待测试样相近。

A.5.3 仪器和设备

气相色谱仪：配热导检测器。

A.5.4 参考色谱条件

A.5.4.1 色谱柱：长约1.5 m，内径2 mm的不锈钢管，内装粒径为0.25mm-0.4mm的13X分子筛（13X分子筛，又称钠X分子筛，是

一种碱金属硅铝酸盐，由硅氧和铝氧四面体组成 FAU 型的骨架结构，主晶孔为十二元环结构。X 型分子筛硅铝比不一样，其晶体结构也不同，13X 分子筛硅铝比为 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 \approx 2.6-3.0$ ，孔径为 10A），或其他等效色谱柱。

A.5.4.2 载气流量(氦气>99.999%): 10 mL/min。

A.5.4.3 检测器温度: 160℃。

A.5.4.4 柱箱温度: 30℃。

A.5.4.5 尾吹气流: 5.0 mL/min。

A.5.5 测定步骤

A.5.5.1 准备

按仪器使用说明书开启仪器。设定仪器各项操作参数至仪器工作正常。

A.5.5.2 标定

将标准样品经采样管与仪器连接。开启试样充分吹扫取样系统直至取得代表样后，切换取样阀向仪器进样。测量仪器响应值（峰面积或峰高）。重复进样至少3次，直至响应值相对偏差小于5%时取其平均值 A_s 。确认仪器检测限应符合本标准的要求。

A.5.5.3 测定

在与标定完全相同的条件下进行。将样品气经采样管与仪器连接，开启试样充分吹扫取样系统直至取得代表样后，切换取样阀向仪器进样。测量仪器响应值（峰面积或峰高）。重复进样至少3次，直至响应值相对偏差小于5%时取其平均值 A_i 。

A.5.6 结果计算

氧气、氮气含量 φ_i （体积分数/%），按式（A.2）计算：

$$\varphi_i = \varphi_s \times \frac{A_i}{A_s} \quad (\text{A.2})$$

式中：

φ_s ——标准样品中组分*i*的含量（体积分数），%；

A_i ——样品中组分*i*的响应平均值（峰面积或峰高）；

A_s ——标准样品中组分*i*的响应平均值（峰面积或峰高）；

i ——氧气或氮气。

A.6 卤素的测定

A.6.1 方法原理

气体检测管是一种填充了显色指示粉的细玻璃管。显色指示粉是以多孔性固体颗粒为担体，吸附上发色化学试剂而制成。当一定量的气体通过检测管时，气样中的被测气体经扩散吸附在指示粉的表面上，与发色化学试剂发生化学反应而使指示粉变色。气体中被测气体的浓度不同，变色柱的长度也不同。

A.6.2 试剂和材料

卤素检测管：卤素（氯气）检测管，填装 3,3,5,5-四甲基联苯胺（或其他等效）显色剂的检测管，测量范围的体积分数 $(0.5-8) \times 10^{-6}$ ，或其他适宜的测量范围。

A.6.3 分析步骤

用气体检测管配套的采样器采集氧化亚氮气体。将采样器中的氧化亚氮气体注入检测管时开始计量。进样量、进样流量的控制和颜色变化，按检测管操作说明书进行。根据检测管颜色变化的长度，读出卤素的含量。试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复条件下获得两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的5%。

A.6.4 允许采用其他等效的方法测定氧化亚氮中卤素的含量。当测定结果有异议时，以 A.6 中规定的方法为仲裁方法。

A.7 氨的测定

A.7.1 方法原理

气体检测管是一种填充了显色指示粉的细玻璃管。显色指示粉是以多孔性固体颗粒为担体，吸附上发色化学试剂而制成。当一定量的气体通过检测管时，气样中的被测气体经扩散吸附在指示粉的表面上，与发色化学试剂发生化学反应而使指示粉变色。气体中被测气体的浓度不同，变色柱的长度也不同。

A.7.2 试剂和材料

氨检测管：填充溴酚蓝（或其他等效）显色剂的检测管，测量范围的体积分数 $(1-30) \times 10^{-6}$ ，或其他适宜的测量范围。

A.7.3 分析步骤

用气体检测管配套的采样器采取氧化亚氮气体。将采样器中的氧化亚氮气体注入检测管时开始计量。进样量、进样流量的控制和颜色变化，按检测管操作说明书进行。根据检测管颜色变化的长度，读出氨的含量。试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复条件

下获得两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 5%。

A.7.4 允许采用其他等效的方法测定氧化亚氮中氮的含量。当测定结果有异议时，以 A.7 中规定的方法为仲裁方法。

A.8 一氧化氮和二氧化氮的测定

A.8.1 检测管法

A.8.1.1 方法原理

气体检测管是一种填充了显色指示粉的细玻璃管。显色指示粉是以多孔性固体颗粒为担体，吸附上发色化学试剂而制成。当一定量的气体通过检测管时，气样中的被测气体经扩散吸附在指示粉的表面上，与发色化学试剂发生化学反应而使指示粉变色。气体中被测气体的浓度不同，变色柱的长度也不同。

A.8.1.2 试剂和材料

氮氧化物检测管：装填有邻联（二）茴香胺（或其他等效）显色剂的检测管，测量范围的体积分数 $(0.2-5) \times 10^{-6}$ ，或其他适宜的测量范围。

A.8.1.3 分析步骤

用气体检测管配套的采样器采集氧化亚氮气体。将采样器中的氧化亚氮气体注入检测管时开始计量。进样量、进样流量的控制和颜色变化，按检测管操作说明书进行。根据检测管颜色变化的长度，读出氮氧化物的含量。试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复条件下获得两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 5%。

A.8.2 化学发光法

A.8.2.1 方法原理

该方法等同 GB/T 14600-2009 电子工业气体氧化亚氮中测定一氧化氮、二氧化氮含量测定，化学发光方法是分子发光光谱分析法中的一类，它主要是依据化学检测体系中待测物浓度与体系的化学发光强度在一定条件下呈线性定量关系的原理，利用仪器对体系化学发光强度的检测，而确定待测物含量的一种痕量分析方法。化学发光法在痕量金属离子、各类无机化合物、有机化合物分析及生物领域都有广泛的应用。

采用化学发光法来测定氧化亚氮中的一氧化氮和二氧化氮含量。

A.8.2.2 仪器和设备

氮氧化物分析仪。

A.8.2.3 测定条件

A.8.2.3.1 零气：高纯氮气，含一氧化氮和二氧化氮的体积分数应小于 0.01×10^{-6} 。

A.8.2.3.2 送入臭氧发生器的氧气，含一氧化氮和二氧化氮的体积分数应小于 0.01×10^{-6} 。

A.8.2.3.3 气体标准样品：组分含量的体积分数为 1×10^{-6} ，平衡气为氮气。

A.8.2.4 分析步骤

A.8.2.4.1 通入零气，用零位调节旋钮调仪器至零点。

A.8.2.4.2 通入气体标准样品，用跨度调节旋钮调节，使输出的读数与气体标准样品浓度一致。

A.8.2.4.3 重复以上的步骤，直至读数的重现性优于满刻度值的 1×10^{-2} 。

A.8.2.4.4 通入氧化亚氮样品，读出一氧化氮和二氧化氮含量。试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复条件下获得两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的5%。

A.8.3 允许采用其他等效的方法测定氧化亚氮中一氧化氮和二氧化氮的含量。当测定结果有异议的时，以A.8中规定的方法为仲裁方法。

三、食品营养强化剂新品种

(一) 维生素 K₂ (合成法)

序号	名称	食品分类号	食品类别(名称)	使用量
1	维生素 K ₂ (合成法)	01.03.02	调制乳粉(仅限儿童用乳粉)	420 μg/kg-750 μg/kg
			调制乳粉(仅限孕妇用乳粉)	340 μg/kg-680 μg/kg

食品营养强化剂新品种维生素 K₂（合成法）质量规格要求

1 范围

本质量规格要求规定了以七烯萜醇、维生素 K₃ 为主要原料，通过选择性化学合成反应，以及蒸馏、萃取、柱层析、重结晶、干燥及筛分等步骤制备的侧链双键全反式构型的食品添加剂维生素 K₂ 纯品及以纯品配制的油剂产品。

2 分类

2.1 维生素 K₂ 纯品

维生素 K₂ 纯品的主要成分为维生素 K₂ 族的七烯甲萜醌（简称：MK-7）。

2.2 维生素 K₂ 油剂

维生素 K₂ 油剂的主要成分为维生素 K₂ 族的七烯甲萜醌（简称：MK-7）与辅料植物油或辛、癸酸甘油酯（MCT）。

3 主要成分的化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

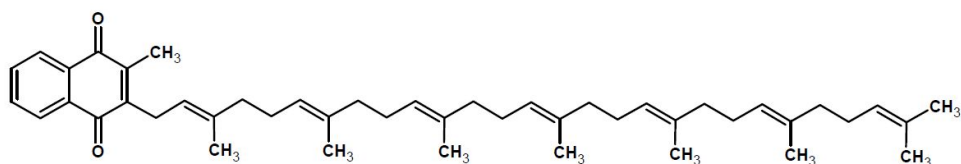
3.1 化学名称

（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-萜醌。

3.2 分子式



3.3 结构式



3.3 相对分子质量

649.02 (按2018年国际相对原子质量)

4 技术要求

4.1 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
	维生素K ₂ 纯品	维生素K ₂ 油剂	
色泽	黄色	淡黄色至黄色	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，无肉眼可见杂质	澄清或微混浊油状液体，无肉眼可见杂质	
气味	无臭		

4.2 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 纯品	维生素K ₂ 油剂	
维生素 K ₂ 的含量，w/%	98.0-102	≥0.15	附录 A 中 A.3
维生素 K ₂ 顺式异构体含量，w/% ≤	1.0	-	附录 A 中 A.4
熔点，℃	53-55	-	GB/T 617
水分，w/% ≤	0.5	-	GB 5009.3
灰分，w/% ≤	0.1	-	GB 5009.4
酸价，mg KOH/g ≤	-	3.0	GB 5009.229
过氧化值，g/100g ≤	-	0.25	GB 5009.227
铅 (Pb)，mg/kg ≤	2.0	0.1	GB 5009.12
总砷 (As)，mg/kg ≤	1.0	0.1	GB 5009.11
总汞 (Hg)，mg/kg ≤	0.3	0.05	GB 5009.17

注:

1. 维生素 K₂ 含量以七烯甲萘醌含量标示。
2. 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 纯品为原料, 可添加符合相应标准的食用植物油、淀粉、麦芽糊精、β-环糊精、蔗糖、中链甘油三酯、微晶纤维素、阿拉伯胶、磷酸氢钙、抗氧化剂、抗结剂、增稠剂等辅料而制成。

4.3 微生物指标

应符合表 3 的规定。

表3 微生物指标

项目		指标		检验方法
		维生素K ₂ 纯品	维生素K ₂ 油剂	
菌落总数/(CFU/g)	≤	1000	1000	GB 4789.2
大肠菌群/(MPN/g)	≤	0.92	0.43	GB 4789.3
霉菌和酵母/(CFU/g)	≤	50		GB 4789.15
金黄色葡萄球菌/25g		不得检出		GB 4789.10
沙门氏菌/25g		不得检出		GB 4789.4

附录A

维生素 K₂（合成法）检验方法

A.1 一般规定

本方法要求所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682中规定的一级水。试验中所用标准溶液和其他所需溶液，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。

A.2 鉴别试验

在维生素K₂含量测定项下记录的色谱图中，试样溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。色谱图见附录B.2。

A.3 维生素 K₂含量的测定

A.3.1 原理

试样用异丙醇溶解，使用反相高效液相色谱分离，紫外检测器检测，与对照品的保留时间比较定性，外标法定量，测定试样中维生素K₂的含量。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 甲醇：色谱级。

A.3.2.2 异丙醇。

A.3.2.3 维生素 K₂对照品：七烯甲萘醌（MK-7），分子式：C₄₆H₆₄O₂，CAS号：2124-57-4，纯度≥99%。

A.3.3 仪器和设备

A.3.3.1 高效液相色谱仪，附紫外检测器。

A.3.3.2 十万分之一电子天平。

A.3.3.3 超声波清洗器。

A.3.4 参考色谱条件

推荐的色谱柱和操作条件如下所述，其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱条件均可使用。

A.3.4.1 色谱柱：不锈钢十八烷基硅烷键合硅胶色谱柱，柱长 15 cm，柱内径 4.6 mm，粒径 5 μm 。

A.3.4.2 流动相：甲醇。

A.3.4.3 流速：1.0 mL/min。

A.3.4.4 检测波长：254 nm。

A.3.4.5 柱温：50 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.3.4.6 进样量：20 μL 。

A.3.5 分析步骤

A.3.5.1 对照品溶液的制备

避光操作。准确称取维生素 K₂ 对照品约 10 mg，精确至 0.01 mg，置于 100 mL 棕色容量瓶中，加异丙醇 50 mL，在 50 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中超声溶解 10 min，冷却至室温，加异丙醇稀释至刻度，摇匀，过 0.45 μm 滤膜，得到维生素 K₂ 对照品溶液。

A.3.5.2 试样溶液的制备

避光操作。准确称取维生素 K₂ 纯品试样约 10 mg，精确至 0.01 mg，置于 100 mL 棕色容量瓶中，加异丙醇 50 mL，在 50 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中超声溶

解 10 min，冷却至室温，加异丙醇稀释至刻度，摇匀，过 0.45 μm 滤膜，待测。

避光操作。准确称取维生素 K₂ 油剂试样约 7 g，精确至 0.01 mg，置于 100 mL 棕色容量瓶中，加异丙醇 50 mL，在 50℃ 水浴中超声溶解 10 min，冷却至室温，加异丙醇稀释至刻度，摇匀，过 0.45 μm 滤膜，待测。

A.3.5.3 系统适用性试验

理论塔板数按维生素 K₂ 峰计算应不小于 2500。维生素 K₂ 峰与相邻杂质峰的分离度应大于 1.5。

A.3.5.4 测定

分别吸取对照品溶液和试样溶液各 20 μL，注入高效液相色谱仪分析，以保留时间定性，峰面积外标法定量。

A.3.6 结果计算

维生素 K₂ 含量（以 C₄₆H₆₄O₂ 计，干基计）的质量分数 w_1 ，按式 (A.1) 计算：

$$w_1 = \frac{A_1 \times m_1 \times w_2}{A_2 \times m \times (1 - w_3)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

m —— 试样的质量，单位为毫克 (mg)；

m_1 —— 维生素 K₂ 对照品的质量，单位为毫克 (mg)；

w_2 —— 维生素 K₂ 对照品的质量分数，g/100g；

w_3 —— 试样中水分的质量分数，g/100g；

A_1 —— 试样溶液中维生素 K₂ 的峰面积；

A_2 ——对照品溶液中维生素 K_2 的峰面积。

实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.4 维生素 K_2 顺式异构体含量的测定

试样用溶剂四氢呋喃、乙醇溶解，使用反相高效液相色谱分离，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 K_2 顺式异构体的含量。

A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 无水乙醇：色谱级。

A.4.1.2 甲醇：色谱级。

A.4.1.3 四氢呋喃：色谱级。

A.4.2 仪器和设备

A.4.2.1 高效液相色谱仪，附紫外检测器。

A.4.2.2 电子天平

A.4.3 参考色谱条件

推荐的色谱柱和操作条件如下所述，其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱条件均可使用。

A.4.3.1 色谱柱：L62 型填充柱，4.6 mm×25 cm，粒径 5 μm 。

A.4.3.2 流动相：水：无水乙醇：甲醇：四氢呋喃=1：15：80：10。

A.4.3.3 流速：0.8 mL/min。

A.4.3.4 检测波长：268 nm。

A.4.3.5 柱温：25 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.4.3.6 进样量：20 μL 。

A.4.3.7 检测时间：至少 1.5 倍于全反式构型的维生素 K_2 峰的保留时间。

A.4.4 分析步骤

A.4.4.1 试样溶液的制备

称取 40 mg 维生素 K_2 纯品试样，置于 100 mL 棕色容量瓶中，加入 2 mL 四氢呋喃，振荡至试样溶解。用无水乙醇稀释至刻度。移取 1.0 mL 该溶液到另一 10 mL 棕色容量瓶中，用无水乙醇稀释至刻度，用 0.45 μm 滤膜过滤。（注意避光，在配好之后立即进样）。

A.4.4.2 系统适用性试验

全反式构型的维生素 K_2 和顺式构型的维生素 K_2 的相对保留时间分别为 1.0 和 1.1。全反式构型的维生素 K_2 和顺式构型的维生素 K_2 之间的分离度不小于 1.5。

A.4.5 结果计算

维生素 K_2 顺式异构体的质量分数 w_2 ，按式（A.2）计算：

$$w_2 = \frac{r_c}{r_t + r_c} \times 100\% \quad \dots\dots\dots \text{(A.2)}$$

式中：

r_c ——试样溶液中顺式构型维生素 K_2 的峰面积；

r_t ——试样溶液中全反式构型维生素 K_2 的峰面积。

附录 B

维生素 K₂（合成法）产品组成与鉴别试验图谱

B.1 维生素 K₂ 产品的组成如下:

B.1.1 维生素 K₂ 纯品

表 B.1 维生素 K₂ 纯品

组 分	含量 (w%)
维生素 K ₂	98.0-102

B.1.2 维生素 K₂ 油剂产品

表 B.2 维生素 K₂ 油剂产品组成

组 分	含量 (w%)
植物油或辛、癸酸甘油酯 (MCT)	≤ 99.85
维生素 K ₂	≥ 0.15

B.2 鉴别试验图谱

维生素 K₂ 对照品、维生素 K₂ 纯品及维生素 K₂ 油剂产品的鉴别图谱见图 B.1 ~ 图 B.3。

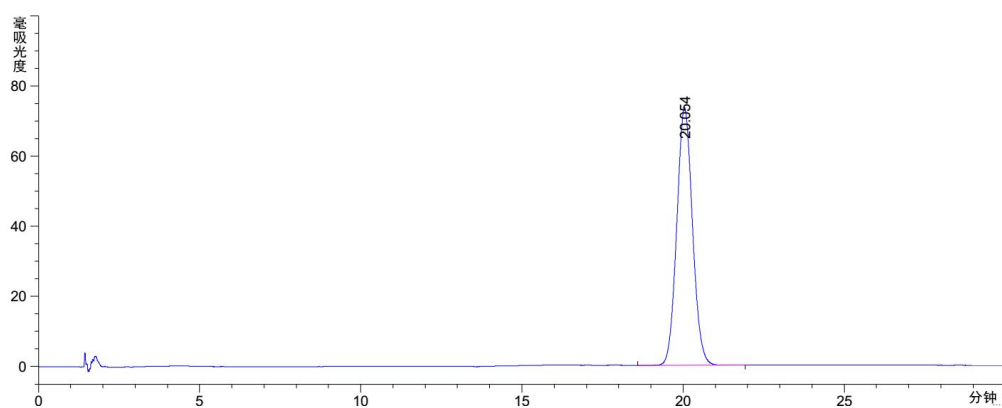


图 B.1 维生素 K₂ 对照品图谱

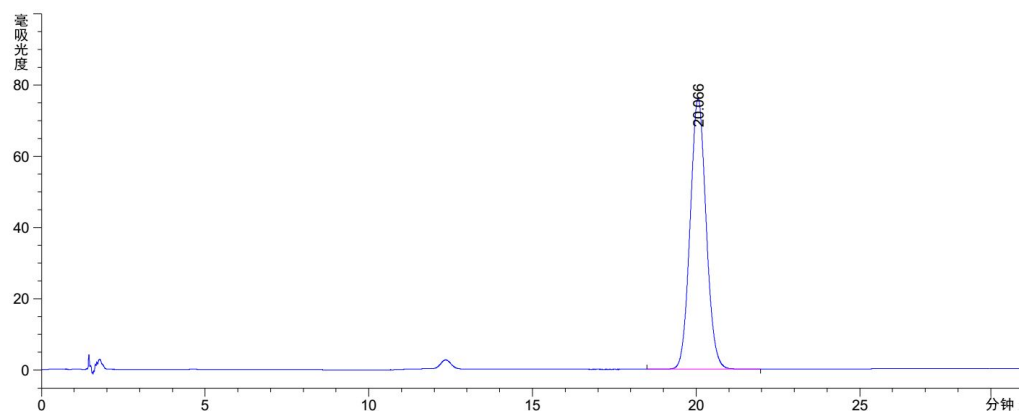


图 B.2 维生素 K₂ 纯品图谱

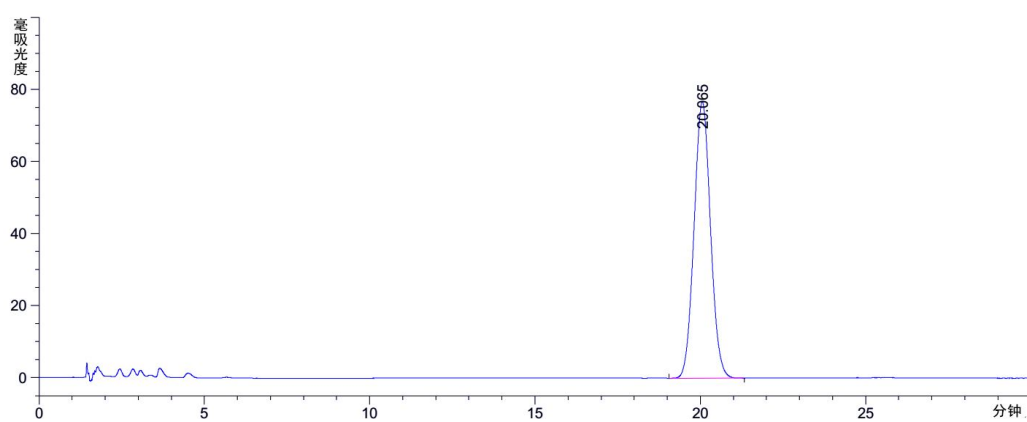


图 B.3 维生素 K₂ 油剂产品图谱

四、食品添加剂扩大使用范围

序号	名称	功能	食品分类号	食品名称	最大使用量(g/kg)	备注
1	达瓦树胶	乳化剂	13.05	其他特殊膳食用食品（特殊医学用途配方食品，仅限10岁以上人群）	3.0	—
2	海藻酸钠（又名褐藻酸钠）	稳定剂	13.05	其他特殊膳食用食品（仅限13月龄-10岁特殊医学用途配方食品中氨基酸代谢障碍配方产品）	1.0	适用于13-36月龄幼儿的产品
					按生产需要适量使用	适用于37月龄-10岁人群的产品

达瓦树胶质量规格要求

1 范围

本质量规格要求适用于以从君子科阔叶榆绿木 (*Anogeissus latifolia*) 树干获得的胶状分泌物为原料, 经溶解、过滤、灭菌、喷雾干燥、混合过筛等物理加工工序制得食品添加剂达瓦树胶。

2 技术要求

2.1 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	灰色至红灰色	将适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中, 在自然光线下观察其色泽和状态, 嗅其气味
状态	粉末	
气味	无味或几乎无味	

2.2 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
灰分, w/%	≤	6.0	GB 5009.4-2016 第一法
酸不溶性灰分, w/%	≤	1.0	GB 5009.4-2016 第三法
干燥减量, w/%	≤	14.0	GB 5009.3-2016 第一法
铅 (Pb) / (mg/kg)	≤	2.0	GB 5009.75
砷 (As) / (mg/kg)	≤	2.0	GB 5009.76

2.3 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		指标	检验方法
菌落总数 / (CFU/g)	≤	10000	GB 4789.2
霉菌和酵母 / (CFU/g)	≤	1000	GB 4789.15
大肠埃希氏菌/25g		不得检出	GB 4789.38
沙门氏菌/25g		不得检出	GB 4789.4

附录 A

达瓦树胶检验方法

A.1 一般规定

本方法要求所用试剂和水在未注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准溶液、杂质测定用标准溶液、制剂和制品在未注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602 和 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。

A.2 鉴别试验

A.2.1 试剂和材料

A.2.2.1 乙酸铅（碱溶液）。

A.2.2.2 氨水溶液（10%）。

A.2.2.3 硅藻土，色谱纯。

A.2.2 分析步骤

A.2.2.1 称取试样约 1 g，置于烧杯中，加入 5 mL 水，用超声波使其溶解，溶液呈粘稠状。

A.2.2.2 称取试样约 1 g，置于烧杯中加水溶解，定容至 100 mL。取上述溶液 5 mL 置于烧杯中，滴入乙酸铅（碱溶液）0.2 mL，不生成或仅生成微量的沉淀。再加入氨水溶液 0.5 mL，产生乳白色沉淀。

A.2.2.3 称取试样约 1 g，置于烧杯中加水溶解，定容至 50 mL。经硅藻土过滤后，用旋光仪进行测定，溶液呈左旋性。

附件3

1,3,5-三（2,2-二甲基丙酰胺）苯等7种 食品相关产品新品种

一、食品接触材料及制品用添加剂新品种

（一）1,3,5-三（2,2-二甲基丙酰胺）苯

产品名称	中文	1,3,5-三（2,2-二甲基丙酰胺）苯
	英文	1,3,5-Tris (2,2-dimethylpropanamido) benzene
CAS 号	745070-61-5	
使用范围	塑料：聚丙烯（PP）	
最大使用量/%	0.025	
特定迁移限量 （SML）/（mg/kg）	5	
最大残留量 （QM）/（mg/kg）	—	
备注	—	

二、食品接触材料及制品用添加剂扩大使用范围

(一) C.I.颜料红 101

产品名称	中文	C.I.颜料红 101; 三氧化二铁; 氧化铁
	英文	C.I. Solvent Red 101; Ferric oxide; Iron oxide
CAS 号		1309-37-1
使用范围		塑料: 聚对苯二甲酸 1,4-环己烷二甲醇酯 (PCT)
最大使用量/%		0.3
特定迁移限量 (SML) / (mg/kg)		48 (以铁计)
最大残留量 (QM) / (mg/kg)		—
备注		该物质应符合 GB 9685-2016 附录 A 对着色剂纯度的要求。

(二) 氢氧化镁

产品名称	中文	氢氧化镁
	英文	Magnesium hydroxide
CAS 号	1309-42-8	
使用范围	塑料：聚甲醛（POM）	
最大使用量/%	0.07	
特定迁移限量 (SML) / (mg/kg)	—	
最大残留量 (QM) / (mg/kg)	—	
备注	添加了该物质的 POM 塑料材料及制品使用温度不得超过 121℃。	

(三) 水合铝酸碳酸镁

产品名称	中文	水合铝酸碳酸镁
	英文	Magnesium aluminum hydroxide carbonate (hydrate)
CAS 号		11097-59-9
使用范围		塑料: 聚甲醛 (POM)
最大使用量/%		0.02
特定迁移限量 (SML) / (mg/kg)		—
最大残留量 (QM) / (mg/kg)		—
备注		添加了该物质的 POM 塑料材料及制品使用温度不得超过 121℃。

(四) 聚环辛烯

产品名称	中文	聚环辛烯
	英文	Polycyclooctene
CAS 号	25267-51-0	
使用范围	塑料: 乙烯-乙烯醇共聚物 (EVOH)	
最大使用量/%	8	
特定迁移限量 (SML) / (mg/kg)	0.05 (环辛烯)	
最大残留量 (QM) / (mg/kg)	—	
备注	添加了该物质的 EVOH 用于多层食品接触材料及制品的非食品接触层, 该层厚度不得超过 100 μm , 使用温度不得超过 121 $^{\circ}\text{C}$, 不得用于接触婴幼儿食品及母乳。	

三、食品接触材料及制品用树脂新品种

(一) 1,3-苯二甲酸与 1,4-苯二甲酸二甲酯、2,2-二甲基-1,3-丙二醇和 1,2-乙二醇的聚合物

产品名称	中文	1,3-苯二甲酸与 1,4-苯二甲酸二甲酯、2,2-二甲基-1,3-丙二醇和 1,2-乙二醇的聚合物
	英文	1,3-Benzenedicarboxylic acid, polymer with dimethyl 1,4-benzenedicarboxylate, 2,2-dimethyl-1,3-propanediol and 1,2-ethanediol
CAS 号	35176-78-4	
使用范围	涂料及涂层	
最大使用量/%	20 (以涂料配方计)	
特定迁移限量 (SML) / (mg/kg)	5(以 1,3-苯二甲酸计); 0.05(2,2-二甲基-1,3-丙二醇); 30(以乙二醇计)	
最大残留量 (QM) / (mg/kg)	—	
备注	以该物质为原料生产的涂料及涂层使用温度不得超过 130℃, 不得用于接触乙醇含量高于 20%的食品、婴幼儿食品及母乳。	

(二) 1,4-苯二甲酸二甲酯与癸二酸、2,2-二甲基-1,3-丙二醇和 1,2-乙二醇的聚合物

产品名称	中文	1,4-苯二甲酸二甲酯与癸二酸、2,2-二甲基-1,3-丙二醇和 1,2-乙二醇的聚合物
	英文	1,4-Benzenedicarboxylic acid, 1,4-dimethyl ester, polymer with decanedioic acid, 2,2-dimethyl-1,3-propanediol and 1,2- ethanediol
CAS 号		51382-28-6
使用范围		涂料及涂层
最大使用量/ %		9 (以涂料配方计)
特定迁移限量 (SML) / (mg/kg)		0.05 (2,2-二甲基-1,3-丙二醇) ; 30 (以乙二醇计)
最大残留量 (QM) / (mg/kg)		—
备注		以该物质为原料生产的涂料及涂层使用温度不得超过 130℃, 不得用于接触乙醇含量高于 20%的食品、婴幼儿食品及母乳。