

新标准今日实施！赛里安带你全面解读维生素 D 测定新方法！

由国家卫生健康委员会、国家市场监督管理总局联合发布了 [GB5009.296—2023《食品安全国家标准食品中维生素 D 的测定》](#)，于 2024 年 3 月 6 日正式实施。



中华人民共和国国家标准

GB 5009.296—2023

食品安全国家标准 食品中维生素 D 的测定

2023-09-06 发布

2024-03-06 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

关于维生 D 相关最新新闻：2 月 25 日，娃哈哈集团创始人、董事长宗庆后因病逝世，享年 79 岁。
知道吗？大家小时候熟知的娃娃哈 AD 钙奶，每瓶含有约 3.5 微克的维生素 D 占成人每日建议摄入量的 50%左右。

赛里安带你了解 [GB5009.296—2023《食品安全国家标准 食品中维生素 D 的测定》](#) 新标准的变化：

一、新标准，新方法“新”体现在哪？

- 替代了 GB 5009.82-2016《食品安全国家标准食品中维生素 A、D、E 的测定》中第三法“食品中维生素 D 的测定液相色谱串联质谱法”和第四法“食品中维生素 D 的测定高效液相色谱法”
- 标准名称修改为《食品安全国家标准食品中维生素 D 的测定》
- 增加了[在线柱切换反相液相色谱法](#)

二、如果要做这个新标准中[在线柱切换反相液相色谱法](#)，如何实现呢？

● 原理：

试样经氢氧化钾乙醇溶液皂化,液液萃取或固相萃取净化、浓缩后，一维液相色谱通过 C_8 柱将维生素 D 与其他杂质分离后,由柱切换阀转入二维液相色谱中,通过 C_{18} 柱分离维生素 D_2 和维生素 D_3 ;紫外检测器检测,内标法(或外标法)定量。当试样中不含维生素 D_2 时,可用维生素 D_2 作内标测定维生素 D_3 ;当试样中不含维生素 D_3 时,可用维生素 D_3 作内标测定维生素 D_2 。否则,用外标法测定。

● 仪器：

赛里安 LC6000 超高效液相色谱仪系统：

赛里安 LC6100 全能四元泵

赛里安 LC6210 高精度、低残留自动进样器

赛里安 LC6320 多功能立式柱温箱

赛里安 LC6420 双波长紫外可见检测器

赛里安 LC6430 超高灵敏度二极管阵列检测器



● 标准品

维生素 D₂ 标准品：麦角钙化醇 (C₂₈H₄₄O, CAS 号：50-14-6) , 纯度≥98%

维生素 D₃ 标准品：胆钙化醇 (C₂₇H₄₄O, CAS 号：67-97-0) , 纯度≥98%

● 色谱柱

一维色谱柱：C₈ 柱，柱长 150mm,柱内径 4.6mm,粒径 5μ,或者相当者；

二维色谱柱：多环芳烃 (PAH) C₁₈ 柱，柱长 150mm,柱内径 4.6mm,粒径 3μm,或相当者

富集柱:C₁₈柱,柱长 5 mm,柱内径 4.6 mm,粒径 4 μm,或相当者。

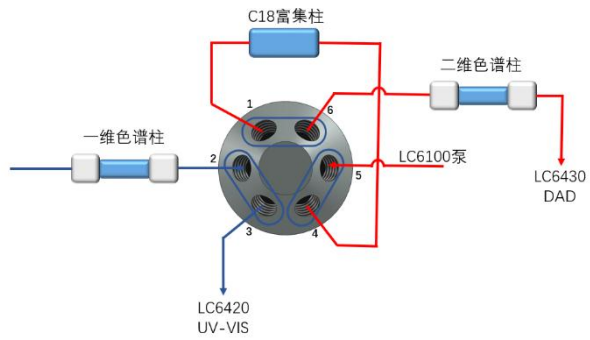
● 流动相与梯度洗脱程序：

一维流动相				二维流动相		
时间(min)	A% (乙腈)	B% (甲醇)	C% (水)	时间(min)	A% (甲醇)	B%(乙腈)
0.0	80.0	0.0	20.0	0.0	100.0	0.0
2.0	80.0	0.0	20.0	4.0	100.0	0.0
15.0	100.0	0.0	0.0	5.0	2.0	98.0
18.0	100.0	0.0	0.0	13.5	2.0	98.0
18.2	0.0	100.0	0.0	20.0	20.0	80.0
21.0	0.0	100.0	0.0	22.0	20.0	80.0
21.5	80.0	0.0	20.0	23.0	100.0	0.0
25.0	80.0	0.0	20.0	25.0	100.0	0.0

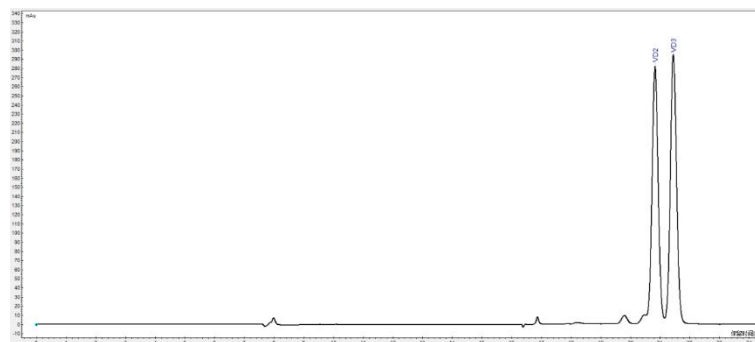
● 赛里安 LC6000 超高效液相色谱参数设置

液相色谱参数	一维色谱	二维色谱
柱箱	35°C	
流动相流速	1.0ml/min	0.4 ml/min;
波长	0.0min,325nm 10.0min,294nm	264nm
柱切换阀时间	B 通道：14.5min	A 通道：15.6min

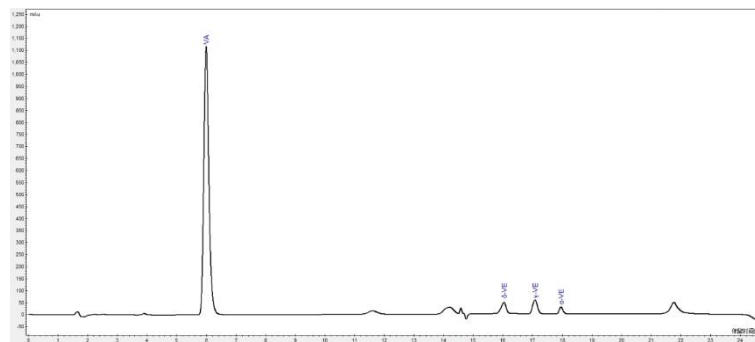
在线柱切换流路图：



- 赛里安 LC6000 超高效液相色谱参数维生素 A、D、E 示例色谱图



维生素 D 示例色谱图



维生素 A 与维生素 E 示例色谱图

详细信息请关注微信公众号“天美公司色谱仪器”