



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

前 言

本标准代替 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”。

本标准与 GB 5009.82—2016 相比,主要变化如下:

- 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;
- 增加了样品预制备方法;
- 修改了液相色谱-串联质谱法的线性范围和仪器参考条件;
- 修改了附录中标准校正溶液的配制方法。

食品安全国家标准

食品中维生素 D 的测定

1 范围

本标准规定了食品中维生素 D 的测定方法。

第一法正相色谱净化-反相液相色谱法适用于添加了麦角钙化醇或胆钙化醇的食品中维生素 D₂ 和维生素 D₃ 的测定。

第二法在线柱切换-反相液相色谱法适用于食品中维生素 D₂ 和维生素 D₃ 的测定。

第三法液相色谱-串联质谱法适用于食品中维生素 D₂ 和维生素 D₃ 的测定。

第一法 正相色谱净化-反相液相色谱法

2 原理

试样经氢氧化钾乙醇溶液皂化,液液萃取净化、浓缩后,用正相高效液相色谱仪通过硅胶柱将维生素 D 与其他杂质分离,将收集的馏分浓缩后,再经反相色谱柱分离维生素 D₂ 与维生素 D₃,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 D₂ 时,可用维生素 D₂ 作内标测定维生素 D₃;当试样中不含维生素 D₃ 时,可用维生素 D₃ 作内标测定维生素 D₂。否则,用外标法测定。

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 无水乙醇(C₂H₆O):色谱纯。

3.1.2 抗坏血酸(C₆H₈O₆)。

3.1.3 2,6-二叔丁基对甲酚(C₁₅H₂₄O):简称 BHT。

3.1.4 α-淀粉酶(CAS 号:9000-90-2,中温淀粉酶,来源于芽孢杆菌属):酶活力≥1.5 U/mg。

3.1.5 氢氧化钾(KOH)。

3.1.6 正己烷(C₆H₁₄)。

3.1.7 甲醇(CH₄O):色谱纯。

3.1.8 无水硫酸钠(Na₂SO₄)。

3.1.9 环己烷(C₆H₁₂)。

3.1.10 异丙醇(C₃H₈O)。

3.1.11 石油醚:沸程为 30℃~60℃。