

乳品中 VD2+VD3 的测定

1、适用范围

适用于乳品中 VD2+VD3 的测定

参考标准：《GB 5009.82-2016 食品安全国家标准食品中维生素 A、D、E 的测定》

2、溶液的配置

VD2 标准储备液：准确称取 VD2 标准品 10mg，用色谱乙醇溶解并定容至 100ml，浓度约为 100 μ g/ml 转移至棕色试剂瓶中，于-20 $^{\circ}$ C 条件下保存，有效期 3 个月。

VD3 标准储备液：准确称取 VD3 标准品 10mg，用色谱乙醇溶解并定容至 100ml，浓度约为 100 μ g/ml 转移至棕色试剂瓶中，于-20 $^{\circ}$ C 条件下保存，有效期 3 个月。

VD2+VD3 混合标准使用液：分别准确移取 VD2、VD3 标准储备液 1ml 至 10ml 容量瓶，用色谱乙醇稀释至刻度，浓度约为 10 μ g/ml，转移至棕色试剂瓶，-20 $^{\circ}$ C 保存，有效期一个月。

50%乙醇水溶液：量取 50ml 乙醇与 50ml 水，混匀。

3、提取步骤

称取 1g 样品于 50ml 刻度离心管中，加入 5ml 50%乙醇水溶液，5ml 正己烷，涡旋混匀 5min，9000r/min 离心 2min。取出上清液，向残渣中再加入 5ml 正己烷，重复提取一次；8000r/min 离心 2min，合并两次上清液，45 $^{\circ}$ C 氮吹至干，加入 2-3ml 甲醇溶解残渣，待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® BRP 规格：200 mg/6mL

活化：5mL 甲醇，弃去

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编：321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

上样：待净化液全部上样，接收流出液

淋洗：5ml 甲醇清洗试管后过小柱，接收流出液

洗脱：加入 5mL 甲醇，抽干柱子，合并全部流出液。

浓缩：将洗脱液置于 45℃ 水浴中氮吹至近干，甲醇定容至 2ml，用 0.22 μ m 滤头过滤，作为 HPLC 供试样品，上机测定。

5、注意事项

- 1) 上样过程不能过快，保持在 1ml/min；
- 2) 样品处理过程应尽量避免紫外光照射，尽可能避光操作；
- 3) 样品处理过程中，尽量避免样品接触氧化性物质；
- 4) 加标水平：1g 样中，添加 0.2mL 10 μ g/ml 混合标准使用液，得到加标水平为 2.0mg/kg。最终定容到 2mL，机读数为 1mg/L。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C184.6 \times 250mm, 5 μ m

流动相：乙腈：甲醇 (10:90)

流速：1.0mL/min

柱温：30℃

进样量：20 μ L

波长：265nm

7、色谱图或者加标回收率结果

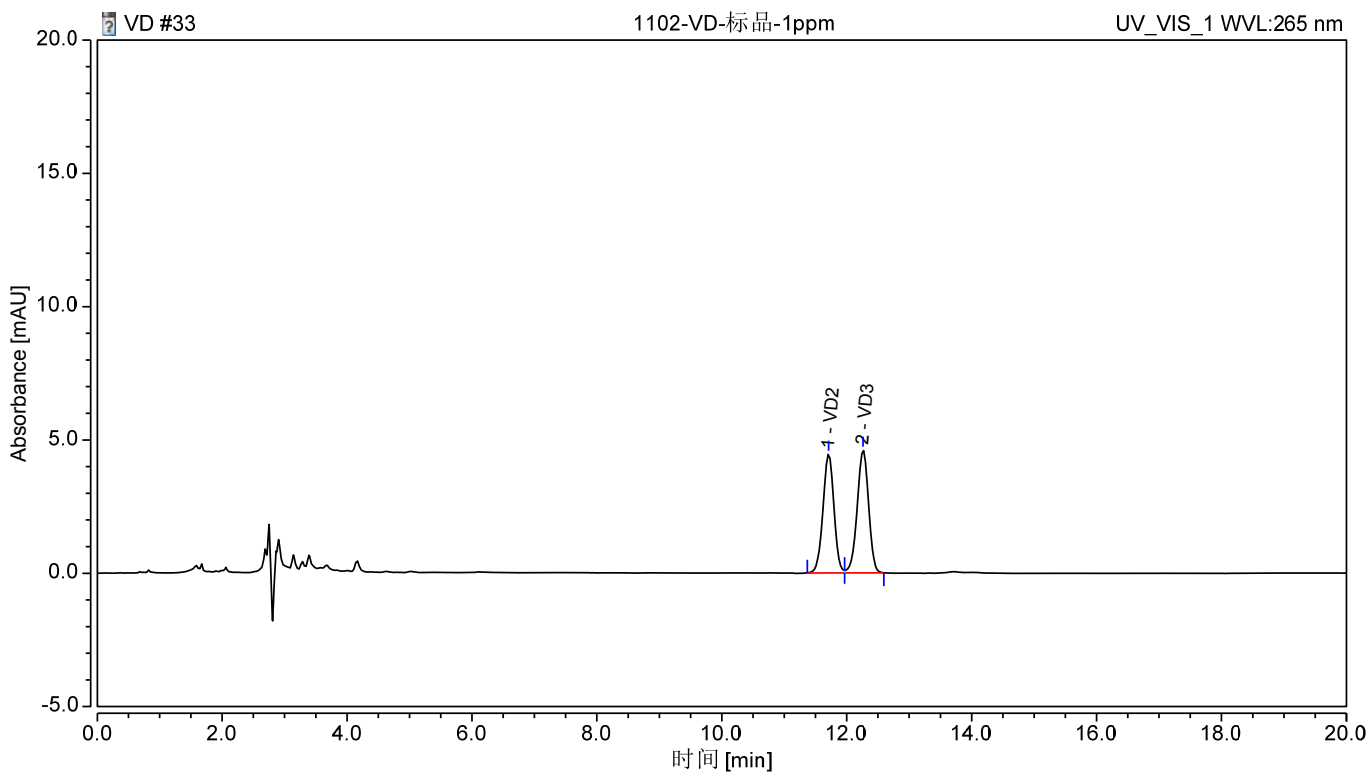


图 1.VD2+VD3 标准品 1mg/L 图谱

表 1：相关峰信息

序号	峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	分离度	不对称度	塔板数
1	VD2	11.710	0.903	4.462	48.16	1.71	0.97	21801
2	VD3	12.262	0.972	4.615	51.84	n. a.	0.96	22110

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

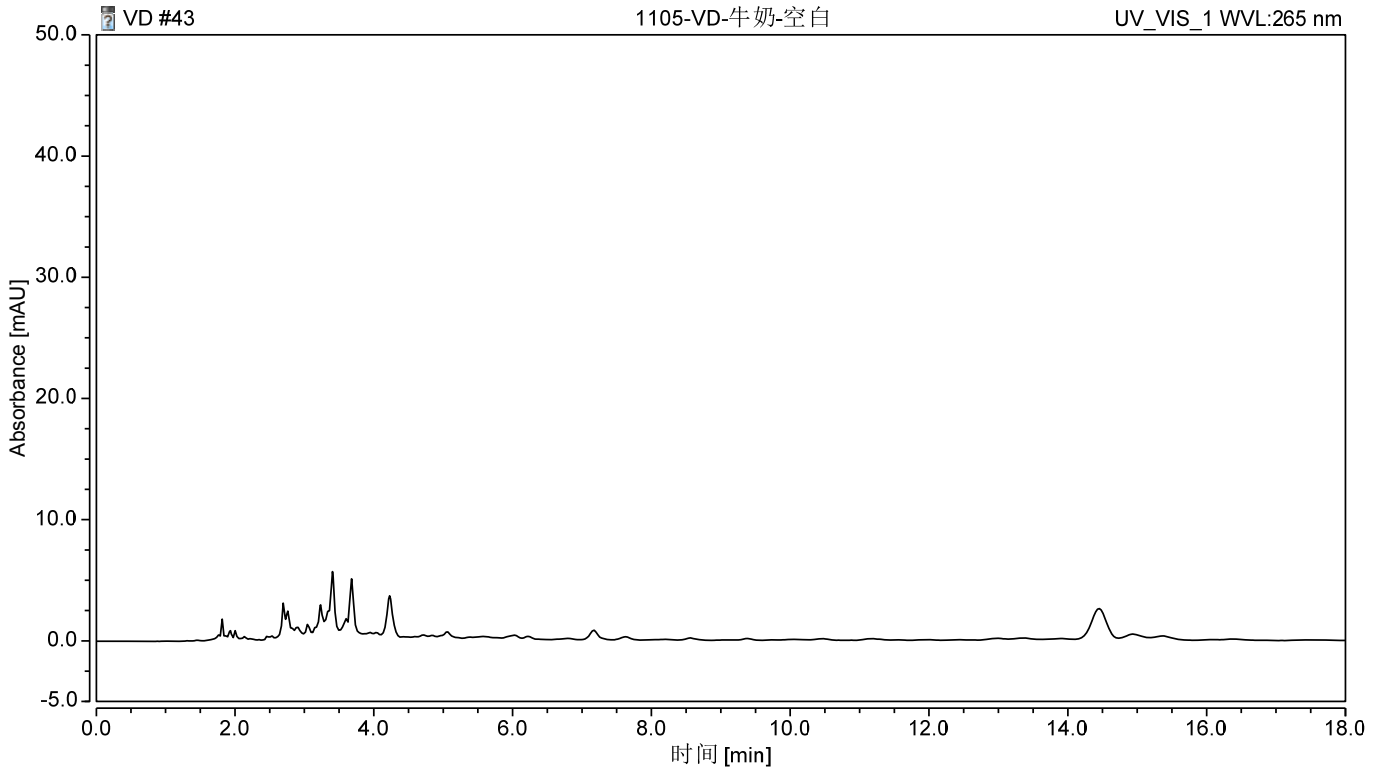


图 2.纯牛奶样品空白图谱

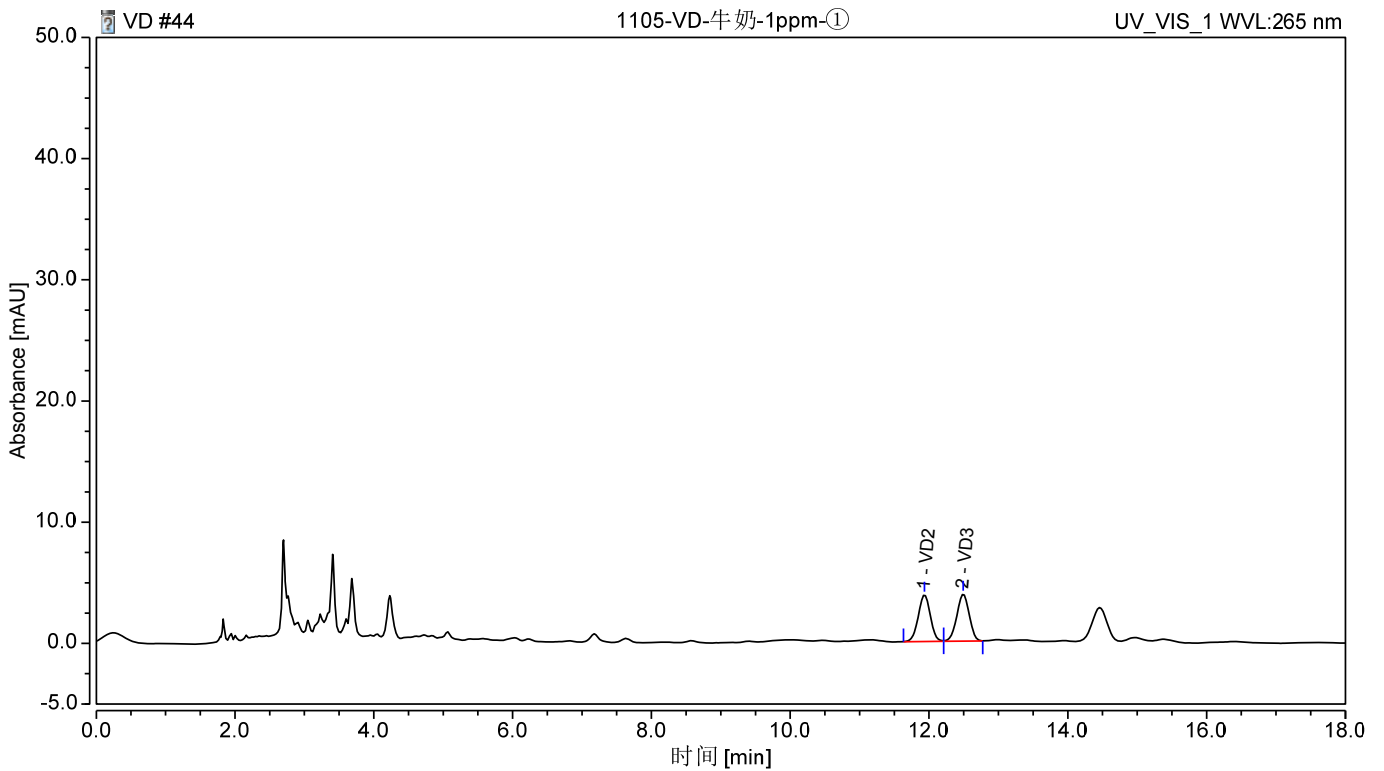


图 3.纯牛奶样品加标 2.0mg/kg 图谱

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

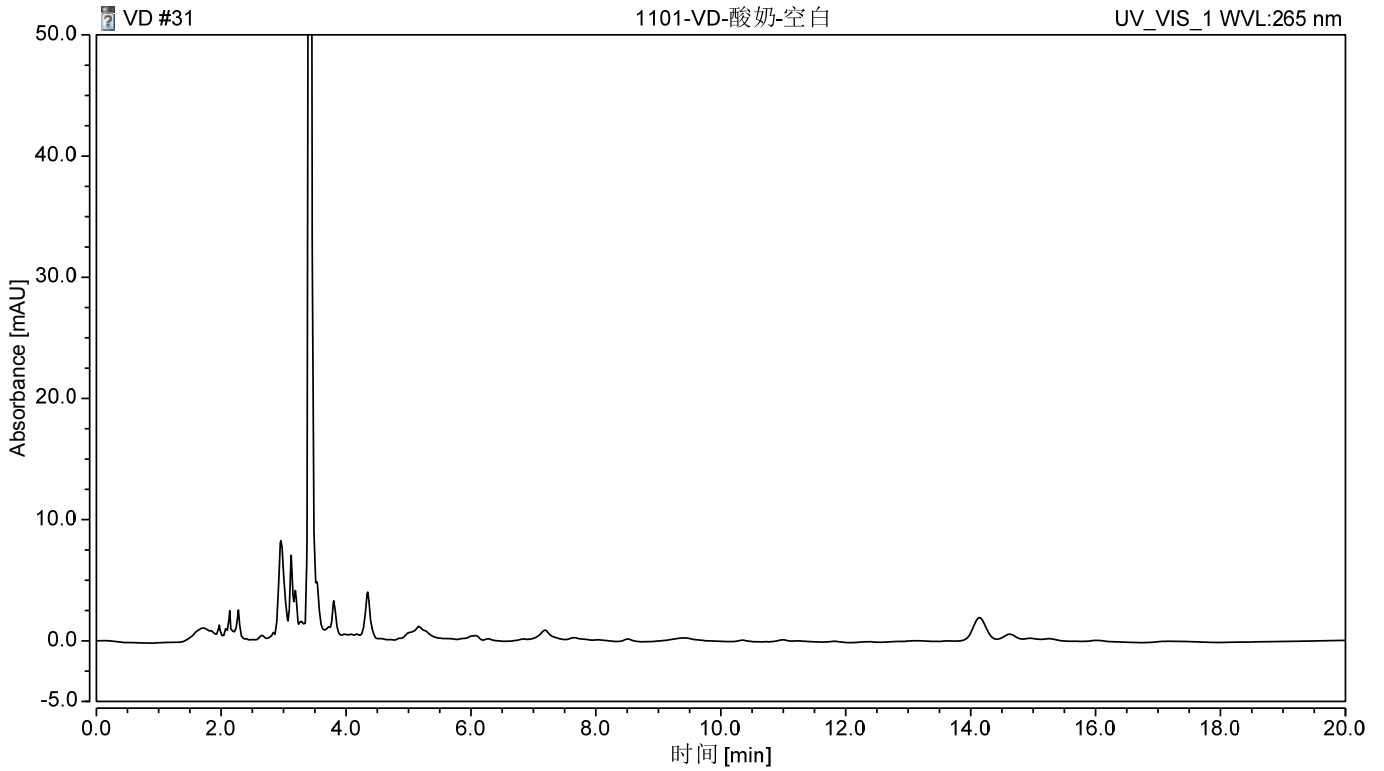


图 4.酸奶样品空白图谱

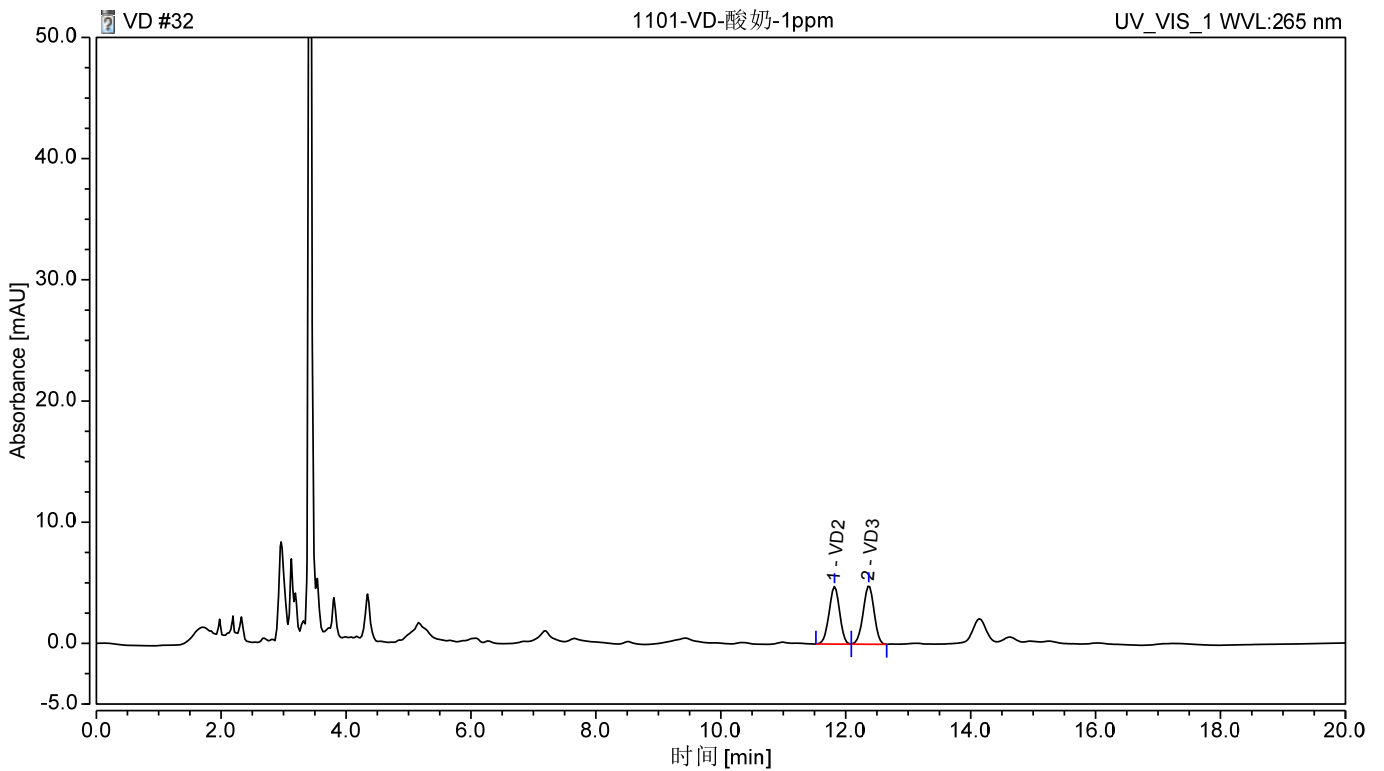


图 5.酸奶样品加标 2.0mg/kg 图谱

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

表 2：乳品样品加标回收率

样品	分类	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% N=3
纯牛奶	VD2	2.0	83.8	2.43
	VD3	2.0	81.7	3.00
酸奶	VD2	2.0	90.6	2.12
	VD3	2.0	88.6	2.76

8.相关产品信息

货号	名称	规格
00522-20014	SPE 小柱	Welchrom® BRP , 200mg/6ml,30pk
00000-30016	50mL 螺口尖底离心管	50 支/包
00000-30113	15mL 螺口尖底离心管	100 支/包
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2ml 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00201-31041	液相色谱柱	Ultimate® XB-C18, 4.6×250mm,5μm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY, 13mm*0.22μm,100pk

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com