

食品中维生素 D 的测定

SGLC-LC/MS-053

摘要： 本文建立了维生素 D2 和维生素 D3 的 LC-MS/MS 测定方法。参照新国标《食品中维生素 D 的测定》征求意见稿中色谱条件，采用色谱柱 ShimNex S-C18-PAH 分析维生素 D2 和维生素 D3 及其内标，结果显示，4 个化合物峰形对称，维生素 D2 和维生素 D3 达到基线分离，满足日常检测需求。此方法可为食品中维生素 D2 和 D3 的检测提供参考。

关键词： 食品 维生素 D2 和维生素 D3 ShimNex S-C18-PAH LC-MS/MS

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-30AD 与 LCMS-8050 联用系统；

色谱柱：ShimNex S-C18-PAH (3 μm , 2.1 \times 100 mm; P/N: 380-01247-09)；

纯水机：PR-FP-0120 α -MT1 (+ 60L 水箱 + 取水器)；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05)；

LC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34001-01)；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02)；

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04)；

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06)。

1.2 混合对照品溶液的制备

1.2.1 单标溶液的配制：

分别称取维生素 D2 对照品和维生素 D3 对照品适量，加甲醇制成每 1 mL 各含 1 mg 的单标溶液。

1.2.2 混合对照品溶液的配制：

分别精密量取上述维生素 D2 和维生素 D3 单标溶液、VD2-d3 内标溶液母液及 VD3-d3 内标溶液母液各单标溶液适量，用甲醇稀释制成混合对照品溶液，使得维生素 D2 的最终浓度为 400 ng/mL；维生素 D3 和 VD2-d3 内标溶液的最终浓度为 200 ng/mL；VD3-d3 内标溶液的最终浓度为 100 ng/mL。

1.3 分析条件

UHPLC 条件

色谱柱：ShimNex S-C18-PAH (3 μm, 2.1×100 mm; P/N: 380-01247-09)

柱温：35℃

流速：0.4 mL/min

进样量：10 μL

流动相：A：5 mM 甲酸铵水溶液+0.05%甲酸 B：5 mM 甲酸铵甲醇溶液+0.05%甲酸

时间 (min)	0	0.5	1	3	3.1	6.5
A (%)	10	5	0	0	10	10
B (%)	90	95	100	100	90	90

质谱条件

离子化模式：ESI, 正离子扫描

扫描模式：多反应监测(MRM)

碰撞气：氩气

加热气：干燥空气 10 L/min

雾化气：氮气 3 L/min

干燥气：氮气 10 L/min

接口温度：300℃

DL 温度：400 ℃

加热模块温度：400 ℃

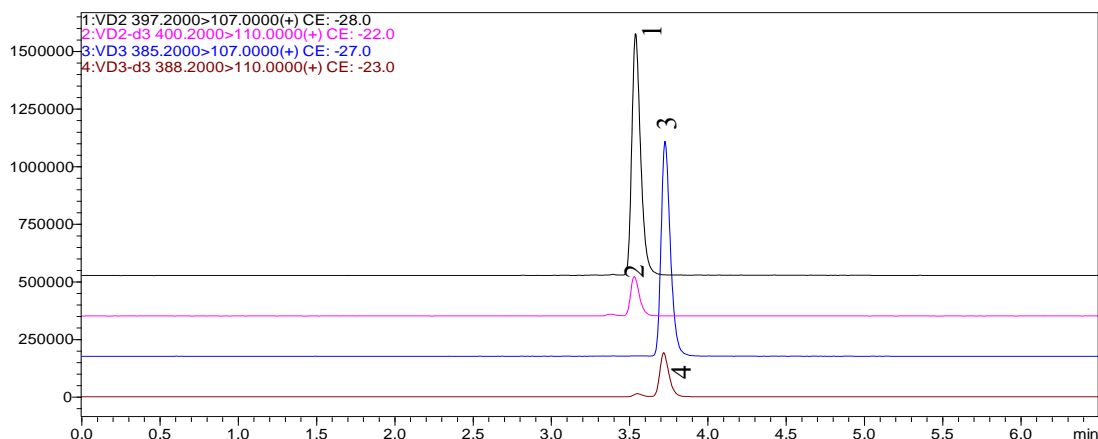
各化合物 MRM 参数见下表

No.	中文名	监测离子对	Q1 Pre (V)	CE	Q3 Pre (V)
1	VD2	397.2>107.0	-11.0	-28.0	-17.0
		397.2>379.0	-15.0	-13.0	-24.0
		397.2>147.0	-15.0	-23.0	-25.0
2	VD2-d3	400.2>110.0	-12.0	-22.0	-18.0
		400.2>271.2	-12.0	-14.0	-29.0
		400.2>382.1	-20.0	-13.0	-24.0
3	VD2	385.2>107.0	-11.0	-27.0	-18.0
		385.2>367.1	-11.0	-14.0	-22.0
		385.2>259.0	-11.0	-14.0	-26.0
4	VD2-d3	388.2>110.0	-14.0	-23.0	-16.0
		388.2>259.1	-11.0	-17.0	-15.0
		388.2>370.1	-11.0	-13.0	-23.0

2. 实验结果

按照上述色谱条件（1.3）进行采集，混合对照品溶液 MRM 色谱图如下：

混合对照品溶液



序号	目标物	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	VD2	3.540	4052223	1045341	17934	1.323	--
2	VD2-d3	3.532	671503	170885	18198	1.359	--
3	VD3	3.728	3800412	930343	18219	1.323	--
4	VD3-d3	3.720	772115	190331	17638	1.296	--

重现性

系统适用性溶液重现性

目标物	保留时间 (min, n=3)				峰面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
VD2	3.540	3.551	3.548	0.15	4052223	4149913	4085268	1.20
VD2-d3	3.532	3.543	3.541	0.16	671503	689751	667415	1.75
VD3	3.728	3.738	3.736	0.14	3800412	3926337	3843256	1.66
VD3-d3	3.720	3.730	3.727	0.14	772115	796166	788324	1.56

3. 结论

本文建立了维生素 D2 和维生素 D3 的 LC-MS/MS 测定方法。参照新国标《食品中维生素 D 的测定》征求意见稿中色谱条件，采用色谱柱 ShimNex S-C18-PAH 分析维生素 D2 和 D3 及其内标，结果显示，4 个化合物峰形对称，维生素 D2 和维生素 D3 达到基线分离，满足日常检测需求。此方法可为食品中维生素 D2 和维生素 D3 的检测提供参考。