

《食品安全国家标准 食品中维生素D的测定》（征求意见稿）

编制说明

一、标准起草基本情况

本标准制定任务来源于国家卫生健康委员会委托制定的食品安全国家标准项目，由浙江省疾病预防控制中心、河北省食品检验研究院、湖南省食品质量监督检验研究院三家单位负责起草修订spaq-2018-047《食品安全国家标准 食品中维生素A、D、E的测定》，2018年10月30日收到正式通知，2019年11月18-19日在北京召开2018年食品安全国家标准项目启动会。启动会后项目组正式协调成立，在广泛调查研究、讨论和实验室内验证的基础上起草了本标准，并邀请了5家以上专业检验技术机构对方法性能参数和14种典型基质样品进行实验室间验证。基于维生素D与维生素A、维生素E在实际样品中浓度差异大、化学性质也不相同，目前无法实现同时检测，经专委会审查同意，将本标准拆分为《食品安全国家标准 食品中维生素A和E的测定》（spaq-2018-047/1）和《食品安全国家标准 食品中维生素D的测定》（spaq-2018-047/2）。2021年4月，在方法验证的基础上形成讨论稿，并通过信函的方式向有关机构和专家广泛征求意见，期间未收到重大分歧意见，经整理归纳后，形成送审稿。2021年7月，第二届食品安全国家标准审评委员会理化检验方法与规程专业委员会第八次会议审查通过。

二、标准的主要技术内容

本标准适用于食品中维生素D₂和维生素D₃的测定。

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，增加了样品预制备方法；增加了在线柱切换-反相液相色谱法；修改了液质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。

第一法为正相纯化制备-反相液相色谱法。当固体试样取样量为10.00 g，定容2mL时，维生素D₃的检出限为0.7 μg/100 g，定量限为2 μg/100 g。当液体试样取样量为50.00 g时，维生素D₃的检出限为0.15 μg/100 g，定量限为0.5 μg/100 g。当维生素D₂、维生素D₃的浓度在50 μg/L-1 000 μg/L范围内，线性关系良好。三水平加标平均回收率为89.0%-102.8%，典型基质样品实验室验证重复性相对标准偏差为1.99%-6.72%。

第二法为在线柱切换-反相液相色谱法。当固体试样取样量为0.500g，定容5 mL时，维生素D₂、维生素D₃的检出限为0.6 μg/100 g，定量限为2.0 μg/100 g。当液体试样取样量为5.00 g，定容5 mL时，维生素D₂、维生素D₃的检出限为0.06 μg/100 g，定量限为0.2 μg/100 g。当维生素D₂、维生素D₃的浓度在2.5 μg/L-100

μg/L范围内，线性关系良好。三水平加标平均回收率为90.7%–102.4%，典型基质样品实验室验证重复性相对标准偏差为2.99%–6.24%。

第三法为液相色谱-串联质谱法。当固体样品取样量为2.00 g，定容1mL时，维生素D₂的检出限为0.3μg/100 g，定量限为1.00 μg/100 g；维生素D₃的检出限为0.15 μg/100 g；定量限为0.50 μg/100g。当液体样品取样量为10.00 g，定容1mL时，维生素D₂的检出限为0.05 μg/100 g，定量限为0.20 μg/100 g；维生素D₃的检出限为0.03 μg/100 g；定量限为0.10 μg/100g。当维生素D₂、维生素D₃的浓度在2.5 μg/L–100 μg/L范围内，线性关系良好。三水平加标平均回收率为88.7%–99.7%，典型基质样品实验室验证重复性相对标准偏差为2.51%–8.69%。

每个方法均邀请了5家以上专业检验技术机构实验室进行验证，验证指标均符合检测方法确认要求。因此，本方法灵敏度、准确性、精密度可满足日常检测的要求。

三、国内外相关法规标准情况

我国食品安全国家标准 食品中营养强化剂使用标准（GB 14880–2012）对维生素 D 使用范围要求在0.2 μg/100 g–15.6 μg/100 g。下列食品安全国家标准：婴儿配方食品（GB 10765–2010）、较大婴儿和幼儿配方食品（GB 10767–2010）、婴幼儿谷类辅助食品（GB 10769–2010）、特殊医学用途婴儿配方食品通则（GB 25596–2010）、特殊医学用途配方食品通则（GB 29922–2013）和婴儿配方食品（GB 10765–2021）、食品安全国家标准 较大婴儿配方食品（GB 10766–2021）和幼儿配方食品（GB 10767–2021）中规定的的维生素 D 的标准范围在 0.25 μg/100KJ–1.20 μg/100KJ。本方法标准能与上述标准相配套。国内外涉及到的主要检测标准情况如表 1 所示。

表 1 国内外涉及到的主要检测标准

序号	来源国家或组织	标准号	标准名称	方法名称	检测范围/适用基质	与制修订标准的关系
1	AOAC	AOAC 981.17	液态奶和强化奶中维生素 D 的测定	在线柱切换（氰基柱、硅胶柱）-正相液相色谱法	适用于液态奶和强化奶中维生素 D ₂ ≥1IU/g 的样品	非等效
2	AOAC	AOAC 2002.05	食品中维生素 D ₃ 的液相色谱检测法	正相硅胶柱纯化制备-反相 C ₁₈ 柱分离液相色谱法（D ₂ 为内标）	适用于测定维生素 D ₃ (0.4-12μg/100 g)的强化乳，婴儿配方奶粉，粥，人造黄油，食用油和鱼油。测试材料不得含有可测量的内源性维生素 D ₂ 。	非等效
3	AOAC	AOAC 2011.11	UPLC-MS/MS 法测定婴幼儿配方食品和成人营养品中维生素 D	超高效液相色谱-串联质谱法	适用于测定婴幼儿配方食品和成人营养品中维生素 D	非等效

4	ISO	ISO 20636-20 18	液相色谱-质谱法测定 婴幼儿配方食品和成 人营养品中维生素 D	高效液相色谱- 串联质谱法	适用于测定婴幼儿配方食 品和成人营养品中维生素 D	非等效
5	EN	BS EN 12821-20 09 替代 BS EN 12821: 2000	高效液相色谱法测定 食品中维生素 D (D ₃ 或 D ₂)	正相硅胶柱纯化 制备-反相 C ₁₈ 柱 液相色谱分离测 定法 (D ₂ /D ₃ 互为 内标)	适用于测定食品中维生素 D ₃ 或 D ₂	非等效
6	ISO	ISO 14892-20 02 IDF177-2 002	脱脂奶粉中维生素 D 的 测定 高效液相色谱法	正相硅胶柱纯化 制备-反相 C ₁₈ 柱 液相色谱分离测 定法 (D ₂ 为内标)	适用于脱脂奶中维生素 D ₂ ≥400IU/100g 的样品	非等效

四、其他需要说明的事项

无。