

科诺美在线固相萃取-二维液相色谱助力维生素 A、D、E 分析



Chromai Online SPE-2DLC
维生素 ADE 分析系统

科诺美产品系列

CHROMAI PRODUCTS

脂溶性维生素 A、D、E 是人体维持正常代谢和机能所必需的营养素，强化食品和特殊医学用途配方食品是补充维生素的重要途径。准确测定其中的维生素含量对于科学膳食指导和保障食品安全具有重要意义，而在实际分析过程中，由于此类基质复杂，常规色谱分析干扰较大，因此需要繁琐的样品前处理过程。

食品安全国家标准 GB5009.296-2023《食品中维生素 D 的测定》首次将在线柱切换反相液相色谱法纳入标准方法中，为维生素 D 的测定提供了更好的参考依据。科诺美(Chromai Technology)



电话：010-80429960

网址：www.chromai.com

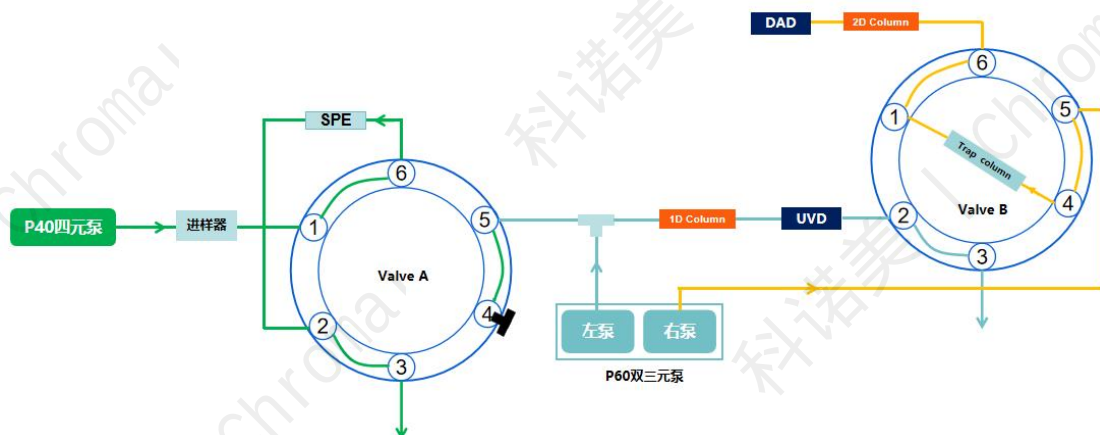
在此基础上，将在线固相萃取技术（Online SPE）引入二维液相色谱，实现样品前处理过程的技术升级，为客户实验室带来分析效率质的提升。

Online SPE 技术简化前处理流程



国产好仪器：双三元梯度泵+高灵敏度全反射型二极管阵列检测器

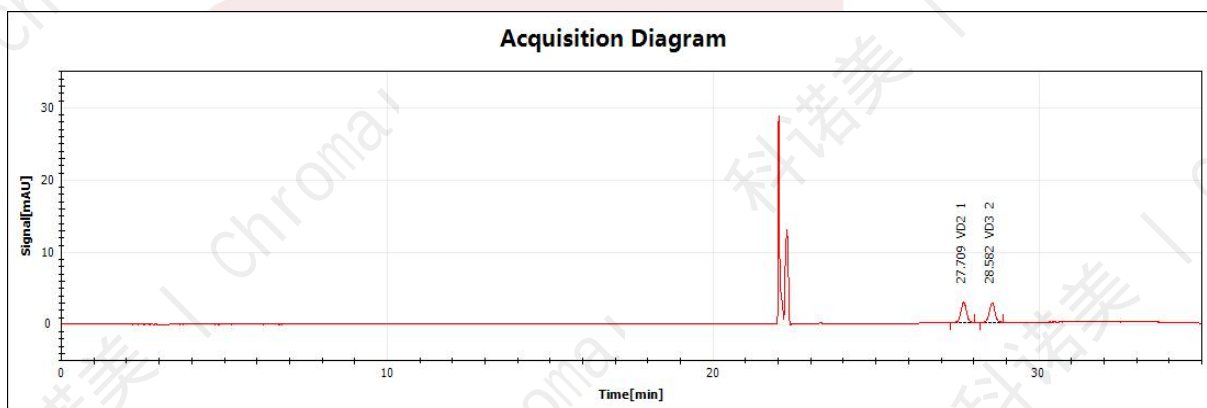
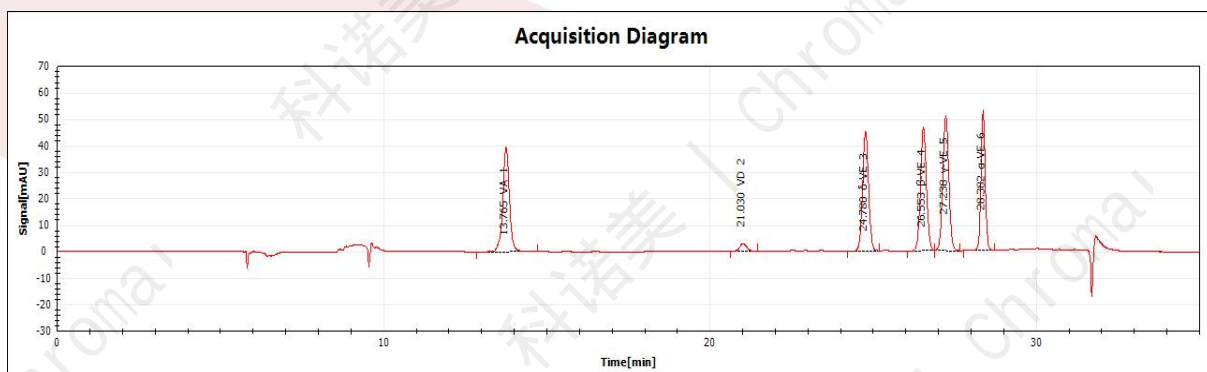




系统示意图

维生素 ADE 及异构体完美分离

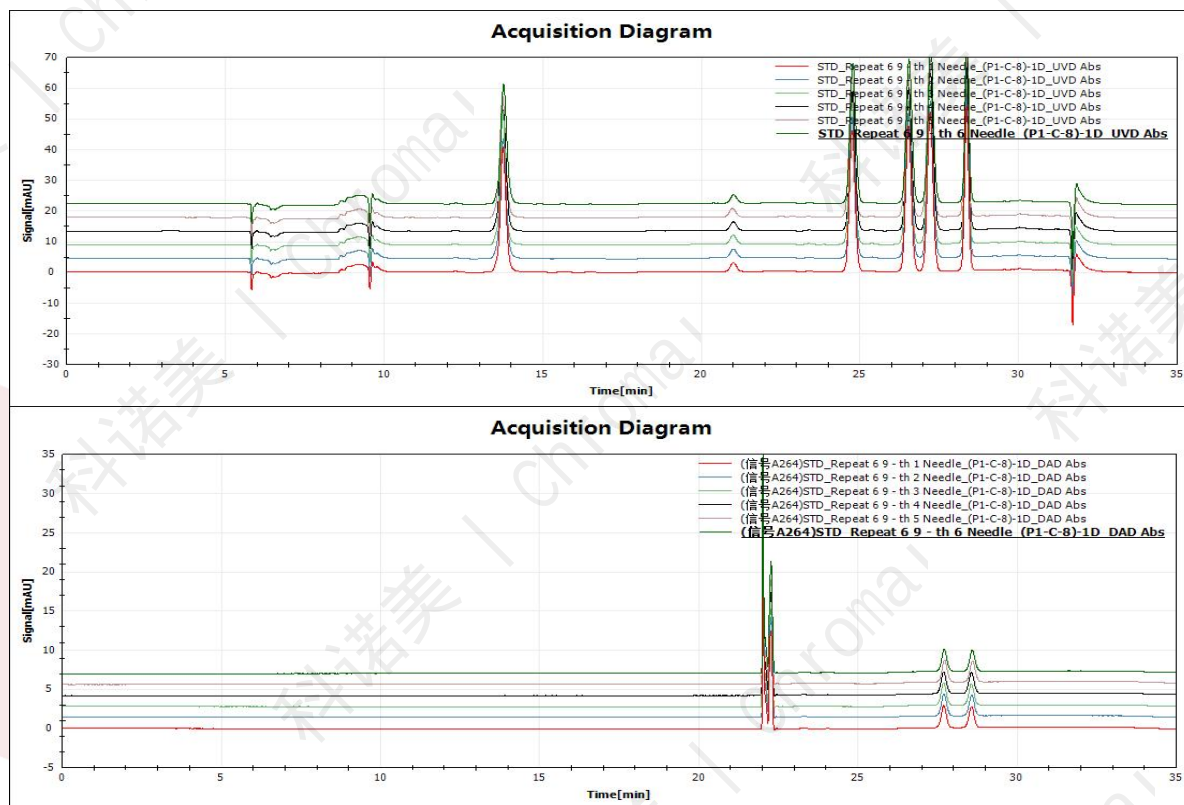
VA、VD2、VD3、 α -VE、 β -VE、 γ -VE、 δ -VE 一针进样可实现完美分离，第一维色谱中 β -VE 和 γ -VE 的分离度为 2.0，第二维色谱中 VD2 与 VD3 的分离度为 2.8，完全满足方法测定要求。



重复性验证



取混合标准品溶液，连续进样 6 针，重叠图谱如下所示，结果表明，所有化合物保留时间 RSD<0.1%，峰面积的 RSD 小于 0.5%。



线性关系

化合物	保留时间 (min)	浓度 (μg/mL)	R2
VA	13.765	0.02~1	0.9999
α-VE	28.382	0.4~20	0.9999
β-VE	26.553	0.4~20	0.9999
γ-VE	27.238	0.4~20	0.9999
δ-VE	24.780	0.4~20	0.9999
D2	27.709	0.002~0.1	0.9999



D3	28.582	0.002~0.1	0.9999
----	--------	-----------	--------

加标回收率

取配方奶粉样品，分别按照高、中、低三个水平加入目标物的标准溶液（VA、VD2/VD3、α-VE），按照样品前处理方法制备待测溶液，按以下公式计算各目标物的回收率，结果如下所示，所有化合物的回收率在 91.7~109.1% 之间，表明该方法准确性较高。

$$\text{化合物回收率 (\%)} = \frac{\text{加标样品中化合物的峰面积} - \text{本底样品中化合物的峰面积}}{\text{对应浓度的标准品的峰面积}} \times 100\%$$

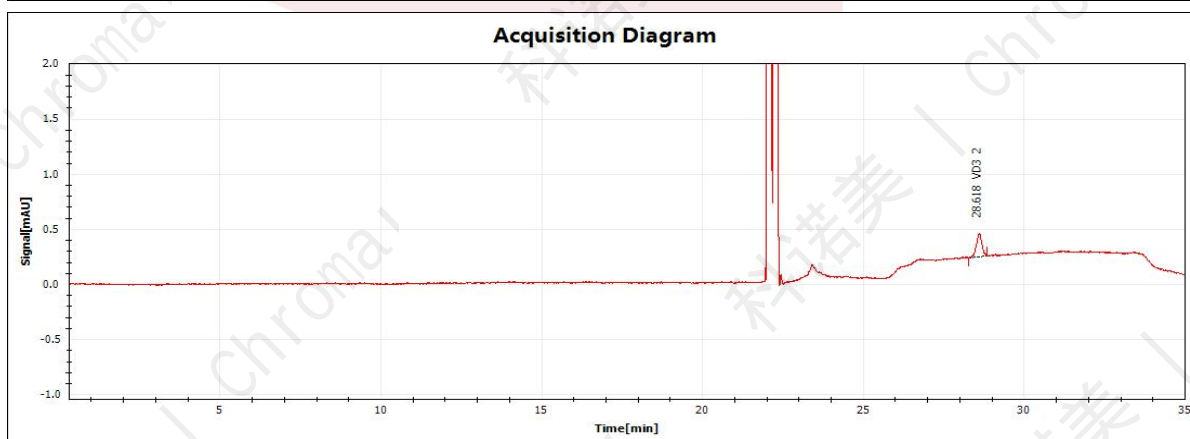
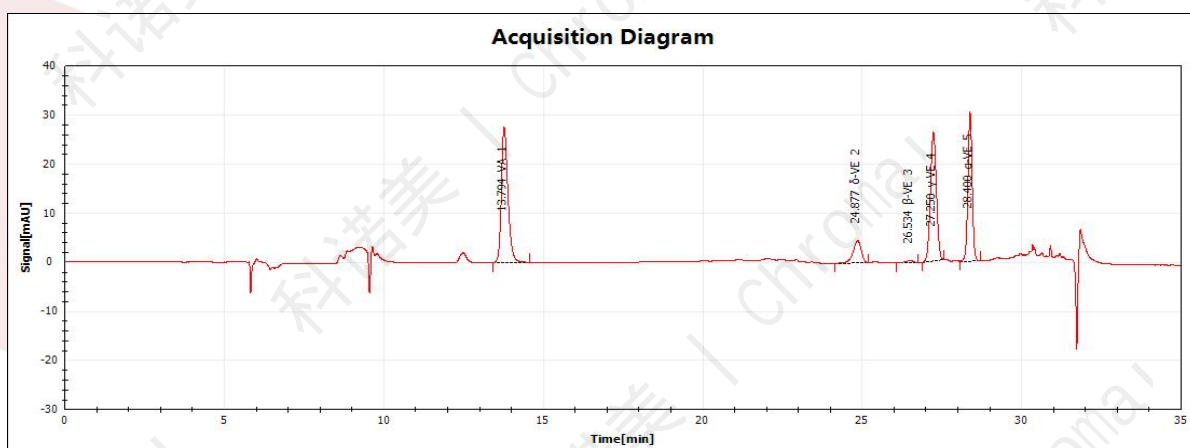
化合物	加标浓度	样品峰面积	标品峰面积	回收率 (%)
VA	0	374.66	-	-
	0.1 µg/ml	569.37	191.28	101.8
	0.2 µg/ml	783.68	380.39	107.5
	0.5 µg/ml	1387.85	941.20	107.6
α-VE	0	267.21	-	-
	2.5 µg/ml	410.48	135.79	105.5
	5.0 µg/ml	568.30	276.06	109.1
	12.5 µg/ml	1002.29	679.77	108.1
VD2	0	N.D.	-	-
	2 ng/ml	7.02	7.68	91.7
	4 ng/ml	14.16	14.7	96.4
	10 ng/ml	35.4	37.32	94.8
VD3	0	14.64	-	-
	2 ng/ml	21.78	7.68	92.5
	4 ng/ml	31.32	16.56	100.6
	10 ng/ml	55.68	41.46	98.9

样品测试



取市售五份配方奶粉，按照样品前处理方法制备样品溶液，并按确定色谱分析条件上机分析，典型的样品分离谱图如下图所示，各目标峰分离良好，满足目标待测物的分离要求，各化合物含量如下表所示，均符合相关食品安全国家标准。

样品	VA ($\mu\text{g}/100\text{g}$)	α -VE ($\text{mg}/100\text{g}$)	β -VE ($\text{mg}/100\text{g}$)	γ -VE ($\text{mg}/100\text{g}$)	δ -VE ($\text{mg}/100\text{g}$)	VD2 ($\mu\text{g}/100\text{g}$)	VD3 ($\mu\text{g}/100\text{g}$)
全脂牛乳粉	248	1.15	N.D.	0.23	0.10	N.D.	0.00
儿童配方奶粉 1	676	13.71	0.45	7.11	3.14	N.D.	13.43
儿童配方奶粉 2	784	15.65	0.15	6.35	3.66	N.D.	15.74
儿童配方奶粉 3	692	11.25	0.28	10.09	2.69	N.D.	7.94
儿童配方奶粉 4	725	9.61	0.27	2.21	1.18	N.D.	12.70



配方奶粉典型色谱图



结论

本方案参考 T/SHFCA 002-2024 团体标准，使用科诺美在线固相萃取-中心切割二维液相色谱建立了配方奶粉中维生素 A、D、E 含量的分析方法。

该方案使用 Chromai 维生素 ADE 分析专用色谱柱，可实现维生素 A、维生素 E 四种异构体、维生素 D2 和 D3 的良好分离；使用在线固相萃取技术可以很大程度上简化样品前处理流程，从而提高检测效率，减少了人为误差；选择科诺美高灵敏度全反射型二极管阵列检测器，可对低含量的维生素 D 完成准确定量分析。最后，本方法初步在耐用性测试中展现了较好的重现性和稳定性，可作为儿童配方奶粉中 VA、VD 和 VE 含量分析高效且稳定的方法而推广应用。

