

高效液相色谱法测定保健食品中维生素 D₃ 的含量

刘玉玲, 姜成君, 龙凌云, 桂升华, 潘小红*

(湖南省药品检验研究院, 长沙 410001)

摘要: **目的** 建立用半制备型反相高效液相色谱系统纯化、正相高效液相色谱硅胶柱色谱分离测定保健食品中维生素 D₃ 含量的方法。**方法** 通过皂化排除样品中的干扰物质, 再经乙醚萃取浓缩, 将浓缩后供试品溶液注入反相高效液相色谱仪净化分离去除杂质, 排除维生素 A 的干扰, 再用正相分析色谱进行定量分析, 以正己烷-正戊醇(997:3, V:V)为流动相, 流速为 1.0 mL/min, 采用色谱柱 Waters Nova-Pak®Silia 分离, 在 254 nm 检测波长下经紫外或二极管阵列检测器检测, 外标法定量。**结果** 维生素 D₃ 浓度在 0.297~9.506 μg/mL 范围内呈良好的线性关系, 相关系数为 1, 平均回收率为 100.55%~100.58%, 相对标准偏差值为 0.44%~0.72%。**结论** 该方法快速准确, 适用于保健食品中维生素 D₃ 含量的测定。

关键词: 维生素 D₃; 高效液相色谱法; 保健食品

Determination of cholecalciferol in health food by high performance liquid chromatography

LIU Yu-Ling, JIANG Cheng-Jun, LONG Ling-Yun, GUI Sheng-Hua, PAN Xiao-Hong*

(Hunan Institute for Drug Control, Changsha 410001, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of cholecalciferol in health food, which included purification with semi-preparative reversed liquid chromatography (RPLC) system, and separation with silica gel column of positive phase high performance liquid chromatography (HPLC). **Methods** Samples were saponified to exclude the interfering substances, extracted with ether, and then concentrated. Subsequently, the concentrated test solution was injected into RPLC machine to separate and purify, so that the impurities could be removed, meanwhile, the interference brought by vitamin A would be eliminated. Finally, positive phase high performance liquid chromatography was employed for quantitative analysis, using hexane-pentanol (997:3, V:V) as mobile phase at the flow rate of 1.0 mL/min, separated by Waters Nova-Pak®Silia column, and determined by ultraviolet detector or diode array detector at the wavelength of 254 nm with external standard method for quantification. **Results** Cholecalciferol had a good linear relationship in the range of 0.297~9.506 μg/mL with the correlation coefficient of 1. The average recovery and relative standard deviation (RSD) were 100.55%~100.58% and 0.44%~0.72%, respectively. **Conclusion** The method is rapid and accurate, which can be used for the determination of cholecalciferol in health food.

KEY WORDS: cholecalciferol; high performance liquid chromatography; health food

基金项目: 湖南省自然科学基金项目(2016JJ6079)

Fund: Supported by the Natural Science Foundation of Hunan Province (2016JJ6079)

*通讯作者: 潘小红, 助理研究员, 主要研究方向为食品、药品、保健食品及化妆品的检验及研发。E-mail: panxiaohong56781@163.com

*Corresponding author: AN Xiao-Hong, Researcher Assistant, Hunan Institute for Food and Drug Control, No. 60, Bayi Road, Furong District, Changsha 410001, China. E-mail: panxiaohong56781@163.com

1 引言

维生素 D₃(cholecalciferol, 胆骨化醇)是一种人体必须的脂溶性维生素, 主要由人体自身合成, 人体的皮肤含有一种胆固醇, 经阳光照射后, 就转变成维生素 D₃。所以, 如果能充分接受阳光直射皮肤 4~6 h 以上, 自身合成的维生素 D₃ 就能基本上满足人们的自身需求。但是在紫外线照射带来的皮肤癌上升、空气污染、各地天气变化等问题的影响下, 各国人群接受日照的时间都在减少, 并且很多国家明确规定要限制接受日照的时间, 因此全世界范围内均呈现维生素 D 广泛缺乏的现象。另外, 维生素 D₃ 还可来自动物性食物如肝类, 尤其是由海产类的鱼肝中提炼的鱼肝油^[1]。维生素 D₃ 能够维持血钙水平稳定, 调节钙磷代谢, 维持骨骼的正常钙化、肌肉收缩、神经传导和所有细胞的正常功能, 还具有免疫调节作用, 增强机体对感染的反应; 主要用于预防和治疗骨质疏松症以及预防癌症、多囊性卵巢综合征、牛皮癣、糖尿病等疾病^[2-5]。因此, 维生素 D₃ 常被应用在保健食品中。

保健食品中的维生素多数是经过包被后再添加到食品基质中^[6,7], 所以维生素 D₃ 比较难定量, 保健食品中维生素 D₃ 多采用 GB 5413.9^[8]方法进行含量测定。主要是通过皂化破壁排除样品中的干扰物质, 再经石油醚萃取浓缩, 色谱分离。用正相制备色谱、反相分析色谱 2 套仪器, 分别进行净化制备和分析, 整套操作步骤温度影响较大, 所需仪器试剂较多, 耗时长^[9]。采用超声法提取维生素 D₃, 可大大简化操作步骤, 但是对于基质较复杂的样品效果不是很理想, 仅适用于基质中没有干扰维生素 D₃ 的样品。

本研究结合《中国药典》^[10]维生素 D₃ 的测定方法, 对 GB 5413.9 中维生素 D₃ 的提取和分析方法进行优化, 提高了维生素 D₃ 测定方法的准确性和样品分析效率, 为保健食品中维生素 D₃ 的含量测定提供参考。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

药店、超市、专柜购买宣称含维生素 D₃ 的保健食品。

DIONEXU3000 高效液相色谱仪(戴安中国有限公司); Agilent 1260 高效液相色谱仪(美国安捷伦公司); UV-2550 紫外可见分光光度计(日本 SHIMADZU 公司); SBZS-12D 超声波清洗器(宁波新芝生物科技股份有限公司); TB-215D 电子分析天平(美国 Denver 公司)。

维生素 D₃ 标准品: 由 Stanford 提供, 批号为 CLF-907506, 纯度 98.2%。

2.2 实验方法

2.2.1 色谱条件

色谱柱: Waters Nova-Pak®Silia(3.9 mm×150 mm, 4

μm); 流动相: 正己烷: 正戊醇(997:3, V:V); 流速: 1.0 mL/min; 扫描波长: 190~400 nm; 检测波长: 254 nm; 柱温: 30 °C; 进样量: 100 μL。

2.2.2 标准溶液的配制

精密称取相应的维生素 D₃ 对照品约 10 mg, 置 50 mL 棕色量瓶中, 加异辛烷 40 mL, 避免加热, 超声处理 1 min 使完全溶解, 用异辛烷稀释至刻度, 摇匀, 作为贮备溶液(1)。

精密量取 5 mL, 置 50 mL 棕色量瓶中, 用异辛烷稀释至刻度, 摇匀, 充氮密塞, 避光, 0 °C 以下保存, 作为贮备溶液(2)。

2.2.3 样品前处理

参考药典标准^[5], 精密称取供试品适量(相当于维生素 D 总量 15 μg 以上, 重量不超过 2.0 g), 置皂化瓶中, 加乙醇 30 mL、维生素 C 0.2 g 与 50%氢氧化钾溶液 3 mL, 置水浴上加热回流 30 min, 冷却后, 自冷凝管顶端加水 10 mL 冲洗冷凝管内壁, 将皂化液移至分液漏斗中, 皂化瓶用水 100 mL 分次洗涤, 洗液并入分液漏斗中, 用不含过氧化物的乙醚振摇提取 3 次, 第 1 次 60 mL, 以后 2 次各 40 mL, 合并乙醚液, 用水洗涤数次, 每次约 100 mL, 洗涤时应缓缓旋动, 避免乳化, 直至水层遇酚酞指示液不再显红色, 静置, 分取乙醚提取液, 加入干燥滤纸条少许振摇除去乙醚提取液中残留的水分, 分液漏斗及滤纸条再用少量乙醚洗涤, 洗液与提取液合并, 置具塞圆底烧瓶中, 在水浴上低温蒸发至约 5 mL, 再用氮气流吹干, 迅速精密加入甲醇 3 mL, 密塞, 超声处理助溶后, 移入离心管中, 离心, 取上清液作为供试品溶液 A。

若样品中含维生素 A 及其他杂质干扰, 则需要用净化用色谱系统分离收集维生素 D。精密量取供试品溶液 A 500 μL, 注入以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂的液相色谱柱, 以甲醇-乙腈(90:10, V:V) 为流动相进行分离, 检测波长为 254 nm, 记录色谱图, 维生素 D₃ 与前维生素 D₃ 为重叠峰, 并能与维生素 A 及其他杂质分开。准确收集含有维生素 D₃ 及前维生素 D₃ 混合物的全部流出液, 置具塞圆底烧瓶中, 用氮气流迅速吹干, 精密加入正己烷溶液 10 mL, 使每 mL 中含维生素 D₃ 1.25~3.5 μg, 密塞, 超声处理使溶解, 即得供试品溶液 B。

3 结果与分析

3.1 提取条件的选择

维生素 D₃ 是脂溶性的, 在乙醇、丙酮、三氯甲烷或乙醚中极易溶解^[10], 在植物油中略溶, 在水中不溶, 在中性及碱性溶液中能耐高温和氧化。据实验, 在 130 °C 条件下加热 90 min, 其生理活性仍不被破坏。维生素 D₃ 性质不稳定, 对光、热、氧及化学试剂均十分敏感, 可转变成多种异构体, 其中前维生素 D₃ 是有活性的, 在一定温度下可

以和维生素 D₃ 达到平衡, 高温下平衡更容易向维生素 D₃ 生成的方向移动^[11]。实验通过在碱性条件皂化排除样品中的干扰物质, 再经乙醚萃取, 浓缩, 提取有效成分维生素 D₃^[12,13]。将浓缩后的维生素 D₃ 供试品溶液进反相高效液相色谱仪。

通过与对照品溶液光谱比较(见图 1), 发现前维生素 D₃ 与维生素 D₃ 的峰重叠, 样品光谱图与对照品光谱不一致。A 为对照品光谱图, B 为供试品光谱图。由图 1 可见, 直接浓缩后进反相色谱分析, 因光谱图不完全一致, 无法准确定性, 因此直接采用反相色谱法进行测定维生素 D₃ 的含量的方法不可行。

将浓缩后的维生素 D₃ 供试品溶液直接进入正相高效液相色谱仪分析时, 前维生素 D₃ 与维生素 D₃ 能够很好地分离。但是当样品中含维生素 A 时, 维生素 A 会对维生素 D₃ 峰产生干扰, 无法准确定量, 因此直接采用正相色谱法进行分析测定维生素 D₃ 的含量方法不完善。

GB 5413.9 先采用正相色谱对样品进行分析纯化, 然后用反相色谱进行定量分析。因为在净化过程中前维生素 D₃ 与维生素 D₃ 峰已达到分离, 因此净化过程将造成活性成分前维生素 D₃ 的损失, 使最终含量结果偏低。同时前维生素 D₃ 与维生素 D₃ 是一个动态平衡的过程, 净化后浓缩等操作可能仍会有前维生素 D₃ 的生成, 后续反相色谱分析系统不能将前维生素 D₃ 与维生素 D₃ 分离, 无法对维生素 D₃ 进行准确定性。因此采用 GB 5413.9 测定维生素 D₃ 含量结果偏低, 需要进一步优化完善。

综合考虑, 将浓缩后供试品溶液注入反相高效液相色谱仪净化分离, 去除杂质, 排除维生素 A 的干扰, 维生素 D₃ 及其异构体包裹在同一色谱峰中, 没有造成前维生

素 D₃ 的损失。再用正相分析色谱进行定量分析^[14]。供试品中前维生素 D₃ 与维生素 D₃ 峰完全分离, 光谱图与对照品光谱图一致, 见图 2。

3.2 对照品的选择

3.2.1 对照品的校正

维生素 D₃ 对光热氧均不稳定, 对照品溶液需充氮密封避光冷冻保存。为保证对照品溶液浓度的准确性, 维生素 D₃ 标准储备液配制后需要进行校正。取维生素 D₃ 标准储备液若干微升, 注入含有 3 mL 异辛烷的比色皿中, 在 264 nm 波长下测定其吸光度值, 维生素 D₃ 的比吸光系数为 462^[8], 计算维生素 D₃ 的浓度。

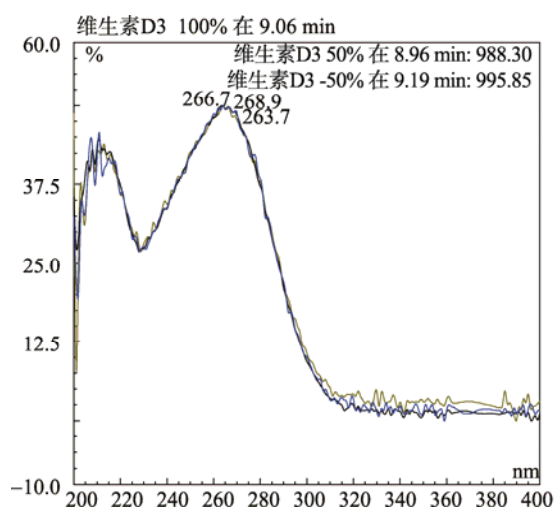
3.2.2 校正因子的测定

供试品前处理过程中, 不可避免地会接触到光、热、氧及化学试剂, 样品中维生素 D₃ 部分异构化为前维生素 D₃, 而前维生素 D₃ 同样为活性成分, 可逆转为维生素 D₃^[10], 因此计算时需同时计算前维生素 D₃ 含量。供试品中前维生素 D₃ 是由维生素 D₃ 转化而来, 维生素 D₃ 总量不变, 为使峰面积能够准确地反映维生素 D₃ 的含量, 故可用已知浓度的维生素 D₃ 对照品溶液测定在所色谱条件下的峰面积, 以计算定量校正因子, 通过校正因子来折算维生素 D₃ 总量。

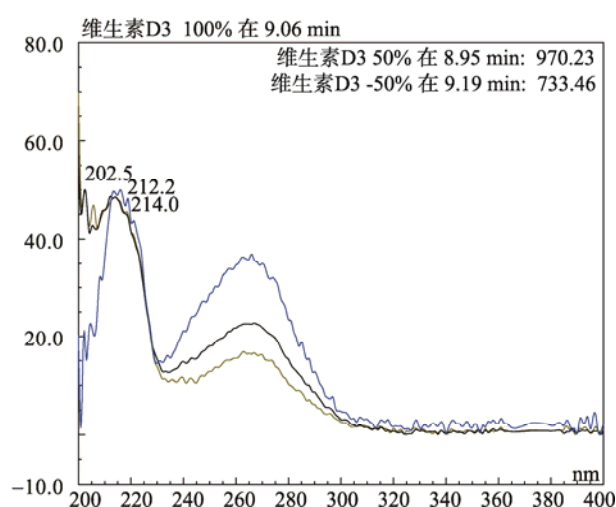
精密量取对照品贮备溶液(2)5 mL, 置 50 mL 量瓶中, 用正己烷稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液; 取 10 μ L 注入液相色谱仪, 记录色谱图, 图谱见图 3A, 计算维生素 D₃ 的校正因子 f_1 ^[10]。

$$f_1 = c_1 / A_1$$

式中 c_1 为维生素 D₃ 对照品溶液的浓度, mg/mL; A_1 为对照品溶液色谱图中维生素 D₃ 峰的峰面积。



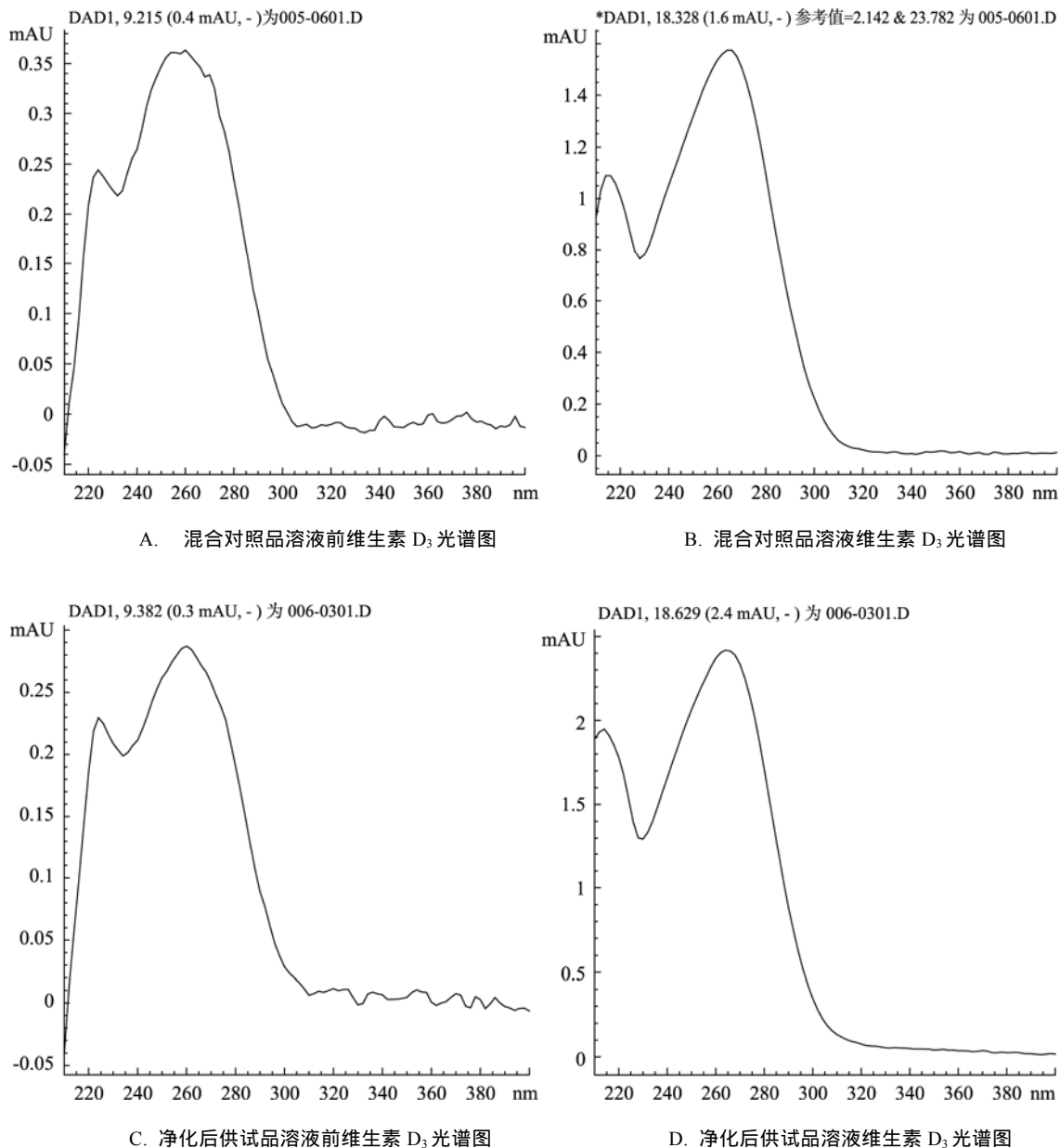
A. 对照品溶液光谱图



B. 未净化供试品溶液光谱图

图 1 对照品溶液(A)和未净化供试品溶液(B)光谱图

Fig. 1 Spectrograms of reference substance solution (A) and raw product solution (B)

图 2 对照品溶液和净化后供试品溶液的前维生素 D₃ 和维生素 D₃ 光谱图Fig. 2 Spectrograms of previtamin D₃ and vitamin D₃ in reference substance solution and solution after purification

另精密量取对照品贮备溶液(2)5 mL, 置 50 mL 量瓶中, 加 2,6-二叔丁基对甲酚结晶 1 粒, 通氮排除空气后, 密塞, 置 90 °C: 水浴中加热 1.5 h, 取出, 迅速冷却, 用正己烷稀释至刻度, 摇匀, 作为混合对照品溶液; 取 10 μL 注入液相色谱仪, 记录色谱图, 图谱见图 3B, 计算前维生素 D₃ 的校正因子 $f_2^{[10]}$ 。

$$f_2 = (c_1 - f_1 A_1) / A_2$$

式中 c_1 为 f_1 测定项下维生素 D₃ 对照品溶液的浓度, μg/mL; f_1 为维生素 D₃ 的校正因子; A_1 为混合对照品溶液色谱图中维生素 D₃ 峰的峰面积; A_2 为混合对照品溶液色谱图中前维

生素 D₃ 峰的峰面积。

3.3 方法学考察

3.3.1 系统适用性

量取维生素 D₃ 对照品贮备溶液(1)5 mL, 置具塞玻璃容器中, 通氮后密塞, 置 90 °C 水浴中加热 1 h, 取出, 迅速冷却, 加正己烷 5 mL, 摇匀, 置 1 cm 具塞石英吸收池中, 在 2 支 8 W 主波长分别为 254 nm 和 365 nm 的紫外光灯下, 将石英吸收池斜放成 45°并距灯管 5.6 cm, 照射 5 min, 使溶液中含有前维生素 D₃、反式维生素 D₃、维生素 D₃ 和速甾醇 D₃; 量取该溶液注入液相色谱仪, 进样 5 次, 记录峰面积,

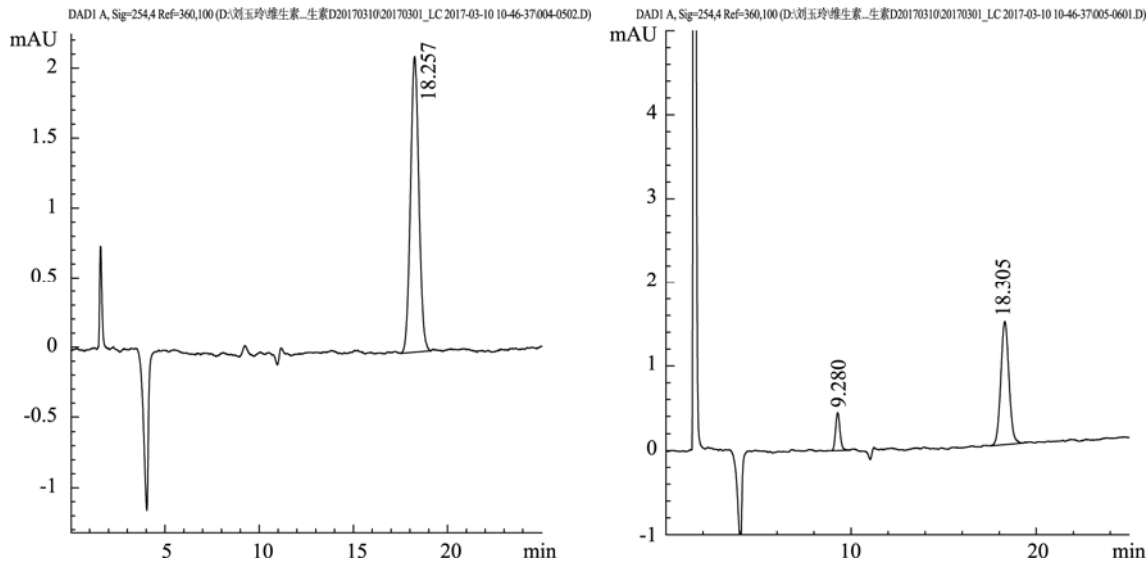


图 3 对照品溶液和混合对照品溶液色谱图
Fig. 3 Chromatograms of reference substance solution (A) and the mixed reference substance solution (B)

表 1 系统适用性标准偏差表
Table 1 The standard deviation table of system suitability testing

名称	峰面积 1	峰面积 2	峰面积 3	峰面积 4	峰面积 5	RSD/%
前维生素 D ₃	339.10284	348.4043	343.36053	342.88489	342.06537	0.98
反式维生素 D ₃	119.55872	116.30859	118.01784	118.80979	118.24834	1.02
维生素 D ₃	2151.28687	2127.56274	2130.28491	2129.75537	2095.68237	0.94
速甾醇 D ₃	55.77407	55.06005	55.41803	55.65182	55.49505	0.49

维生素 D₃ 峰的相对标准偏差均小于 2.0%; 前维生素峰(与维生素 D₃ 相对保留时间约为 0.5 min)与反式维生素 D₃ 峰(与维生素 D₃ 相对保留时间约为 0.6 min)以及维生素 D₃ 峰与速甾醇 D₃ 峰(与维生素 D₃ 相对保留时间约为 1.1 min)的分离度均大于 1.0^[10]。系统适用性标准偏差表见表 1, 系统适用性实验色谱图见图 4。

3.3.2 线性结果分析

经 HPLC 分析后得到标准曲线见图 5。结果表明, 该方法在 0.297~9.506 μg/mL 范围内呈现良好的线性关系。回归方程为 $Y=27.443X-0.1267$, $r^2=1$ 。

3.3.3 精密度考察

取同一供试品溶液在相同条件下, 按上述方法测量 6 次, RSD 为 0.93%。说明该方法具有较好的精密度。

3.3.4 回收率考察

取同一已知含量的样品做高、中、低 3 个浓度水平的加标回收实验, 经计算后得到低浓度点平均回收率为 100.58%, RSD%值为 0.72; 中浓度点平均回收率为 100.57%, RSD%值为 0.44; 高浓度点平均回收率为 100.55%, RSD%值为 0.45, 结果表明该方法可靠, 具有较好的准确性。回收率结果见表 2。

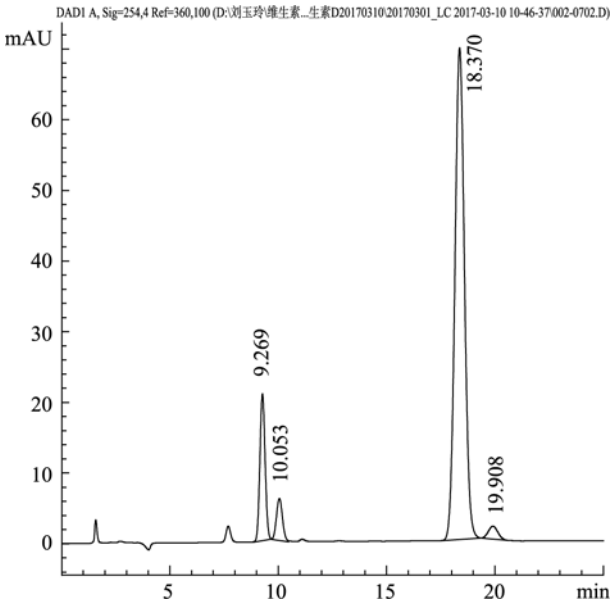


图 4 系统适用性实验色谱图
Fig. 4 System suitability testing chromatograms

表 2 回收率结果
Table 2 Results of recovery rates

	样品取样量(g)	样品原含量(μg)	添加量(μg)	测定值(ug)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
低浓度	1.0001	17.0017	14.2586	31.4342	101.22		
低浓度	1.0029	17.0493	14.2586	31.4106	100.72	100.58	0.72
低浓度	1.0048	17.0816	14.2586	31.3131	99.81		
中浓度	1.004	17.068	142.5864	159.9681	100.22		
中浓度	0.9914	16.8538	142.5864	160.9516	101.06	100.57	0.44
中浓度	1.0034	17.0578	142.5864	160.2431	100.42		
高浓度	1.0033	17.0561	475.288	494.0076	100.35		
高浓度	1.0024	17.0408	475.288	497.4144	101.07	100.55	0.45
高浓度	1.0068	17.1156	475.288	493.5443	100.24		

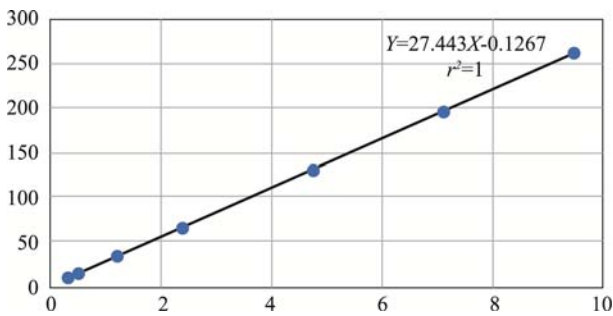


图 5 维生素 D₃ 标准曲线
Fig. 5 Standard curve of cholecalciferol

3.4 样品测定结果分析

对市面上宣称含有维生素 D₃ 的样品进行测定, 按照 GB 5413. 9 方法测定其维生素 D₃ 含量结果在标准限度范围内, 但较标示含量结果偏低, 且回收率差。而采用本方法测定其维生素 D₃ 含量, 结果较 GB 5413.9 方法测定结果高, 其中合格的样品维生素 D₃ 含量与样品说明书上标示的维生素 D₃ 含量范围基本一致, 样品色谱图见图 6。

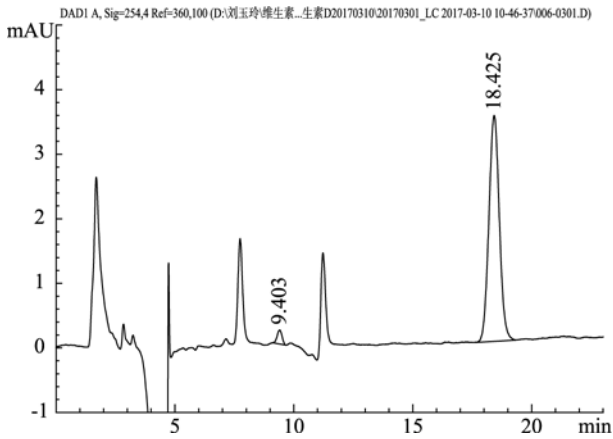


图 6 样品色谱图
Fig. 6 Chromatogram of samples

4 结 论

本研究建立了高效液相色谱法测定保健食品中维生素 D₃, 本研究优势主要在于考虑了前维生素 D₃ 与维生素 D₃ 的动态平衡, 提取方法避免了采用 GB 5413.9 方法测定维生素 D₃ 造成的其活性成分前维生素 D₃ 的损失。实验表明, 利用皂化破壁, 乙醚提取, 反相色谱分离能够对制剂中维生素 D₃ 进行有效净化分离, 进而通过正相色谱完成其含量测定分析, 方法适用范围较宽, 精密度高、回收率高, 可用于保健食品中维生素 D₃ 制剂的质量控制。

参考文献

[1] 胡代花, 张嘉昕, 韩豪, 等. UPLC 法快速测定婴儿维生素 D₃ 滴剂、维生素 D₃ 片、维生素 AD 滴剂及维生素 D₂ 片中维生素 D₃ 和维生素 D₂[J]. 药物分析杂志, 2016, 36(8): 1409–1414.
Hu DH, Zhang JX, Han H, et al. Rapid determination of vitamin D₃, D₂ in baby vitamin D₃ drops, vitamin D₃ tablets, vitamin AD drops and vitamin D₂ tablets by UPLC [J]. Chin J Pharm Anal, 2016, 36(8): 1409–1414.

[2] 周建烈, 柳启沛. 实用维生素矿物质补充剂手册[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2003.
Zhou JL, Liu QP. Practical vitamin mineral supplements the manual [M]. Beijing: China Light Industry Press, 2003.

[3] 梁晓艳. 高效液相色谱法同时测定钙镁 D 片中维生素 D₂ 和维生素 D₃ 的含量[J]. 广西中医学院学报, 2007, 10(2): 58–61.
Liang XY. High performance liquid chromatography method for determination of vitamin D₂ and vitamin D₃ in Calcim Magnesium D [J]. J Guangxi Tradit Chin Med Univ, 2007, 10(2): 58–61.

[4] 王变丽. 维生素 D₃ 对高血压伴餐后高血糖患者炎症因子的影响[D]. 太原: 山西医科大学, 2016.
Wang BL. Effect of vitamin D on postprandial hyperglycemia inflammatory factors in patients with hypertensive [D]. Taiyuan: Shanxi Medical University, 2016.

[5] 林泽苗, 钟佳贤, 贾欢欢, 等. 护骨胶囊对去卵巢大鼠钙相关激素和性腺激素影响的研究[J]. 中国骨质疏松杂志, 2017, 23(1): 87–92.
Lin ZM, Zhong JX, Jia HH, et al .The effect of Hugu capsule s on calcium

- relate d hormone s and sex hormones in ovariectomized rats [J]. Chin J Osteoporosis, 2017, 23(1): 87–92.
- [6] 王宝维, 王迪, 葛文华, 等. 维生素 D₃ 对 1~4 周龄青农灰鹌血清生化指标、免疫性能及维生素 D 受体 mRNA 表达量的影响[J]. 动物营养学报, 2014, 26(7): 1760–1768.
- Wang BW, Wang D, Ge WH, *et al.* Effects of Vitamin D₃ on serum biochemical parameters, immune function and vitamin D receptor mRNA expression level of Qingnonghui geese aged from 1 to 4 weeks [J]. Chine J Anim Nutr, 2014, 26(7): 1760–1768.
- [7] 赵榕, 薛颖, 吴国华, 等. 固相萃取-高效液相色谱法测定钙强化食品中的维生素 D[J]. 色谱, 2008, 26(1): 113.
- Zhao R, Xue Y, Wu GH, *et al.* Setermination of vitamin D in calcium fortified foods using solid-phase extraction-high performance liquid chromatography [J]. Chin J Chromatogr, 2008, 26(1): 113.
- [8] GB 5413.9-2010 食品安全国家标准. 婴幼儿食品和乳品中维生素 A、D、E 的测定[S].
- GB 5413.9-2010 National Food Safety Standard Determination of vitamin A, D, E in foods for infants and young children, milk and milk products [S].
- [9] Perales S, Alegria A, Barbera R, *et al.* Review: determination of vitamin d in dairy products by high performance liquid chromatography [J]. Food Sci Technol Int, 2005, 11(6): 451.
- [10] 国家药典委员会. 中国药典[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015.
- Chinese Pharmacopoeia Commission. Chinese pharmacopoeia [M]. Beijing: Chinese Medical Science and Technology Press, 2015.
- [11] 金小玲. 维生素 D₃ 在 DMSO 中的异构化及其异构体异速甾醇的自动氧化反应研究[D]. 兰州: 兰州大学, 2003.
- Jin XL. Thermal transformation of cholecalciferol in DMSO and the autooxidation products of isotachysterol [D]. Lanzhou: Lanzhou University, 2003.
- [12] Heudi O, Trisconi MJ, Blake CJ. *et al.* Simultaneous quantification of vitamins A, D₃ and E in fortified infant formulae by liquid chromatography-mass spectrometry [J]. J Chromatogr A, 2004, 1022: 115–123.
- [13] Donald L, Gilliland, Charles K, *et al.* Simultaneous determination of vitamins D₂ and D₃ by LC-MS/MS in infant formula and adult nutritionals [J]. J AOAC Int, 2012, 95(3): 1–5.
- [14] 张艳海, 其布勒哈斯, 金燕, 等. 在线二维液相色谱法同时测定婴幼儿和成人配方营养品中的维生素 A、D₃ 和 E [J]. 色谱, 2015, 33(3): 291–297.
- Zhang YH, Qibulehasi, Jin Y, *et al.* Simultaneous determination of vitamins A, D₃ and E in infant formula and adult nutritions by online two-dimensional liquid chromatography [J]. Chin J Chromatogr, 2015, 33(3): 291–297.

(责任编辑: 姚 菲)

作者简介



刘玉玲, 药师, 主要研究方向为药品、食品、保健食品及化妆品的检验及研发。
E-mail: ly1826705670@126.com



潘小红, 助理研究员, 主要研究方向为食品、药品、保健食品及化妆品的检验及研发。
E-mail: panxiaohong56781@163.com