

中华人民共和国国家标准

GB ××××—××××

食品安全国家标准 食品营养强化剂 胆钙化醇（维生素 D₃）

（征求意见稿）

201×-××-××发布

201×-××-××实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国家市场监督管理总局 发布

食品安全国家标准

食品营养强化剂 胆钙化醇（维生素D₃）

1 范围

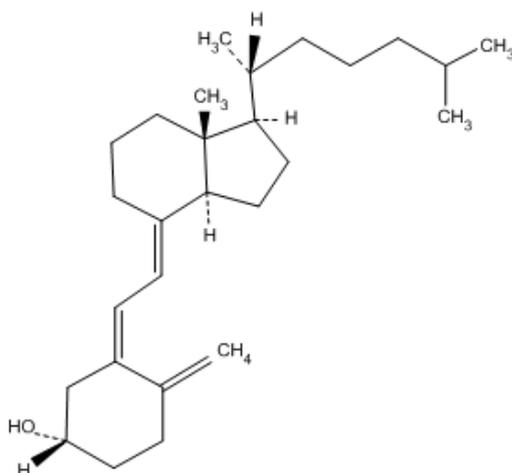
本标准适用于以羊毛脂胆固醇为原料，经化学合成得到 7-脱氢胆固醇，再经紫外线照射、精制等过程得到的食品营养强化剂胆钙化醇（维生素 D₃）晶体。

2 化学名称、结构式、分子式、相对分子质量

2.1 化学名称

(5Z,7E)-9, 10-开环胆甾-5,7,10(19)-三烯-3β-醇

2.2 结构式



2.3 分子式

C₂₇H₄₄O

2.4 相对分子质量

384.64（按2016年国际相对原子质量）

3 技术要求

3.1 感官要求

感官要求应符合表1的规定。

表 1 感官要求

项 目	要 求	检 验 方 法
色泽	无色或白色	将适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽和状态，嗅其气味
气味	无臭	
状态	针状结晶或结晶性粉末	

3.2 理化指标

理化指标应符合表2的规定。

表2 理化指标

项 目	指 标	检验方法
维生素 D ₃ 含量, w/%	97.0~103.0	附录 A 中 A.4
比旋光度, $[\alpha]_{\text{D}}^{20}/((^{\circ})\cdot\text{dm}^2\cdot\text{kg}^{-1})$	+105.0~+112.0	附录 A 中 A.5
吸收系数, $E_{1\text{cm}}^{1\%}(265\text{nm})$	465~495	附录 A 中 A.6
有关物质: 前体维生素 D ₃ , 反式维生素 D ₃ , 速甾醇 D ₃ , 7-脱氢胆固醇	除前维生素 D ₃ 峰外, 单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5%; 各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 1.0%	附录 A 中 A.7
铅(Pb)/(mg/kg) ≤	2.0	GB5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg) ≤	2.0	GB5009.76
注: 商品化的胆钙化醇(维生素 D ₃) 产品应以符合本标准的胆钙化醇(维生素 D ₃) 晶体为原料, 可添加符合相关食品质量规格要求的食用植物油、淀粉、糊精、蔗糖等辅料而制成。		

附录 A

检验方法

A.1 一般规定

本标准中所用试剂和水在未注明其他要求时，均指分析纯试剂或以上规格和GB/T 6682规定的三级水。试验中所用标准溶液、杂质测定用标准溶液、制剂和制品在未注明其他要求时，均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时，均指水溶液。

A.2 鉴别试验

A.2.1 乙酸酐浓硫酸呈色反应

A.2.1.1 试剂和材料

A.2.1.1.1 三氯甲烷。

A.2.1.1.2 乙酸酐。

A.2.1.1.3 硫酸。

A.2.1.2 鉴别方法

称取试样0.5 mg，加5 mL三氯甲烷溶解后，加0.3 mL乙酸酐与0.1 mL硫酸，振摇，初显黄色，渐变红色，迅即变为紫色、蓝绿色，最后变为绿色。

A.2.2 红外光谱试验

A.2.2.1 试剂和材料

溴化钾。

A.2.2.2 仪器和设备

红外光谱仪。

A.2.2.3 分析步骤

采用溴化钾压片法，按照GB/T 6040进行试验，试样的红外光谱应与标准红外光谱图一致。维生素D₃标准红外光谱图见附录B中图B.1。

A.3 维生素D₃含量测定

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 正己烷。

A.3.1.2 正戊醇。

A.3.1.3 异辛烷。

A.3.1.4 维生素D₃标准品：质量分数不小于98%。

A.3.1.5 水：符合GB/T 6682规定的一级水。

A.3.2 仪器和设备

高效液相色谱仪：配紫外检测器。或其他等效的检测器。

A.3.3 色谱参考条件

推荐的色谱柱及典型色谱操作条件见表A.1，其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱条件均可使用。

表A.1 色谱柱和典型色谱操作条件

色谱柱	柱长250 mm，柱内径4.6 mm，硅胶色谱柱
流动相	正己烷:正戊醇=997:3

流速	2 mL/min
进样量	100 μ L
检测器检测波长	254 nm

A.3.4 分析步骤

A.3.4.1 标准溶液的制备

称取维生素 D₃ 标准品 25 mg (精确至 0.0001 g), 置 100 mL 棕色容量瓶, 加异辛烷 80 mL, 避免加热, 超声处理 1 min 使完全溶解, 用异辛烷稀释至 100 mL, 摇匀, 作为储备溶液 I。量取上述溶液 5.0 mL, 置 50 mL 棕色容量瓶中, 用异辛烷稀释至刻度, 摇匀, 作为储备溶液 II。

A.3.4.2 系统适用性试验

量取储备溶液 I 5.0 mL, 置具塞玻璃瓶中, 通氮后密塞, 置 90℃ 水浴加热 1 h, 取出迅速冷却, 加正己烷 5.0 mL, 摇匀, 置 1 cm 具塞石英吸收池中, 在 2 支 8W 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, 色谱条件参考表 A.1。进样 5 次, 记录峰面积。计算维生素 D₃ 峰面积相对标准偏差不大于 2.0%; 前维生素 D₃ 峰与反式维生素 D₃ 峰以及维生素 D₃ 峰与速甾醇 D₃ 峰的分离度均应大于 1.0。前维生素 D₃、反式维生素 D₃、速甾醇 D₃ 与维生素 D₃ 相对保留时间分别约为 0.5、0.6、1.1。在 A.4.3 色谱条件下分析, 色谱图见图 C.1。

A.3.4.3 试样溶液的制备

称取维生素 D₃ 试样 25 mg (精确至 0.0001 g), 置 100 mL 棕色容量瓶, 加异辛烷 80 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。精密量取上述溶液 5.0 mL, 置 50 mL 棕色容量瓶中, 用异辛烷稀释至刻度, 摇匀, 此溶液作为试样溶液。在 A.4.3 参考色谱条件下分析。

A.3.4.4 测定

在 A.3.3 参考色谱条件下, 分别对标准溶液 II (A.3.4.1) 和试样溶液(A.3.4.3)进行色谱分析。记录标准溶液和试样溶液色谱图中维生素 D₃ 峰面积, 将相应的值分别记作 A_1 和 A_2 。按公式 (A.1) 计算出试样中维生素 D₃ 的含量。

A.3.5 结果计算

试样中维生素 D₃ 含量的质量分数 w , 数值以 % 表示, 按公式 (A.1) 计算:

$$w = \frac{m_1 \times A_2}{A_1 \times m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

m_1 ——标准溶液中维生素 D₃ 的进样量, 单位为微克 (μ g);

m_2 ——试样溶液中维生素 D₃ 的进样量, 单位为微克 (μ g);

A_1 ——标准溶液色谱图中维生素 D₃ 的峰面积值;

A_2 ——试样溶液色谱图中维生素 D₃ 的峰面积值;

结果计算以两次平行测定结果的算术平均值为准。在相同实验条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 2%。

A.4 比旋光度的测定

A.4.1 试剂和材料

无水乙醇。

A.4.2 仪器和设备

旋光仪。

A. 4. 3 测定

称取试样0.5 g（精确至0.0001g）。加入无水乙醇充分溶解并定容至100 mL制成每1.0 mL中约含5.0 mg试样的溶液。其他按GB/T 613规定的方法进行。

注：在溶液配制后30 min内测定完毕。

A. 4. 4 结果计算

比旋光度值 $\alpha_m(20^\circ\text{C}, D)$ ，数值以 $(^\circ)\cdot\text{dm}^2\cdot\text{kg}^{-1}$ 表示，按公式（A.2）计算：

$$\alpha_m(20^\circ\text{C}, D) = \frac{\alpha}{l \times \rho_\alpha} \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

式中：

α ——测得的旋光度，单位为度 $(^\circ)$ ；

l ——测定管的长度，单位为分米（dm）；

ρ_α ——溶液中维生素D₃的质量浓度，单位为克每毫升（g/mL）。

试样的比旋光值以两次平行测定结果的算术平均值为准。在相同实验条件下条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的5%。

A. 5 吸收系数的测定

A. 5. 1 试剂和材料

无水乙醇。

A. 5. 2 仪器和设备

紫外-可见分光光度计。

A. 5. 3 分析步骤

称取试样0.01 g（精确至0.0001 g），加入无水乙醇溶解并稀释定容至100 mL，摇匀作为储备液。再取10 mL储备液稀释定容至100 mL，制成每1.0 mL中约含10 μg 样品的溶液。取此试样溶液于1 cm比色皿，以无水乙醇做空白对照，用分光光度计在265 nm波长处测定其吸光度。

A. 5. 4 结果计算

吸收系数 $E_{1\text{cm}}^{1\%}(265\text{nm})$ ，按公式（A.3）计算：

$$E_{1\text{cm}}^{1\%}(265\text{nm}) = \frac{A}{c} \dots\dots\dots (\text{A.3})$$

式中：

A ——试样溶液的吸光度的数值；

c ——试样溶液的质量分数，单位为%。

试样溶液的吸光度值以两次平行测定结果的算术平均值为准。在相同实验条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的2%。

A. 6 有关物质

A. 6. 1 试剂和材料

同A.3.1。

A. 6. 2 仪器和设备

同A.3.2。

A. 6. 3 色谱参考条件

同A.3.3。

A. 6. 4 分析步骤

A. 6. 4. 1 标准溶液的制备

同A.3.4.1。

A. 6. 4. 2 系统适用性试验

同A.3.4.2。

A. 6. 4. 3 试样溶液的制备

同A.3.4.3。

A. 6. 4. 4 测定

在A.3.3参考色谱条件下，分别对标准溶液Ⅱ（A.3.4.1）和试样溶液(A.3.4.3)进行色谱分析。记录标准溶液和试样溶液色谱图峰面积，高效液相色谱图参见图C.1。

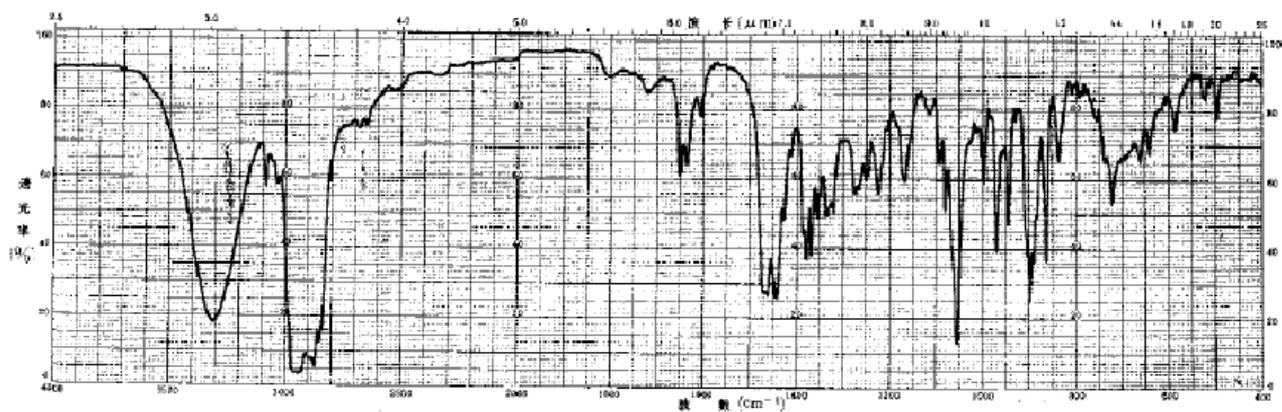
A. 6. 4. 5 结果

试样溶液的色谱图中如有杂质峰，除前维生素D₃峰外，单个杂质峰面积不得大于标准溶液主峰面积的0.5%；各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的1.0%。

附录 B

维生素 D₃ 的标准红外光谱图

维生素 D₃ 标准红外光谱图见图 B.1。



图B.1 维生素D₃的标准红外光谱图

附录 C

维生素D₃及相关物质标准色谱图

维生素 D₃ 及相关物质标准色谱图见图 C.1。

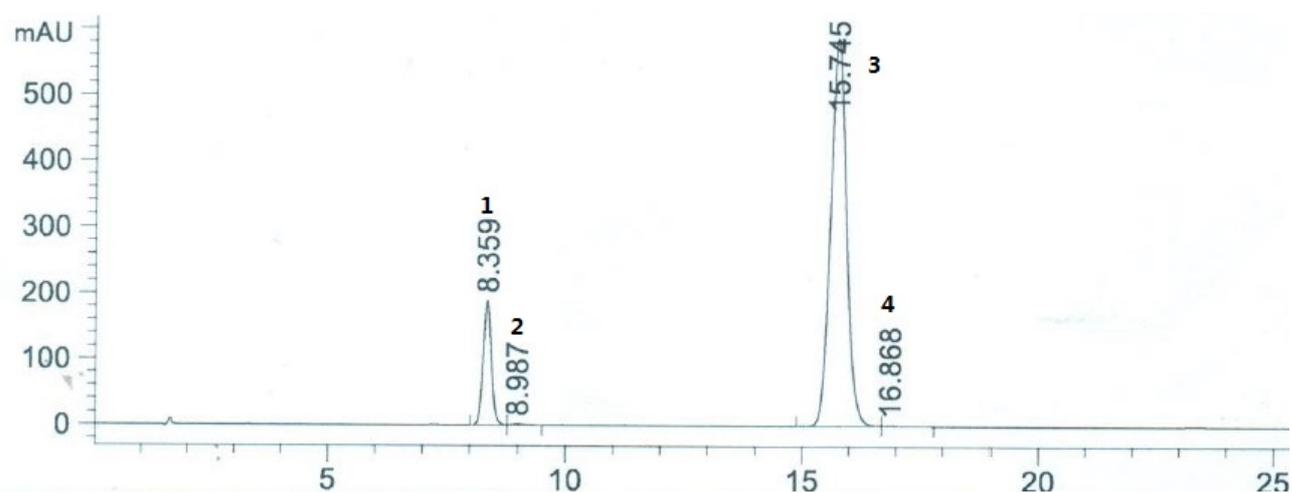


图 C.1 维生素D₃及相关物质标准溶液色谱图

表 C.1 各峰对应的组分名称

峰序	组分名称
1	前维生素D ₃
2	反式维生素D ₃
3	维生素D ₃
4	速甾醇D ₃