厦门局和珠海局方法相对国家标准均有不同程度的偏离，详见下表。

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 待测物 | 国标方法 | | | | 厦门局方法摘要 | |
| 国标号 | 摘要 | 珠海局偏离之处 | 广州偏离之处 |
| 维生素A  （视黄醇） | GB 5413.9 | 试样经酶解淀粉，KOH皂化，石油醚萃取，浓缩，甲醇定容后，C18柱分离，UV检测。 | **1. 酶解过程：**  1）（含淀粉样）40℃酶解过夜  2）若含脂肪较高的样品，需加0.5g脂肪酶，除去脂肪。  **2. 皂化过程：**  1）没有添加还原剂维生素C  2）没有充氮排空气  3）没有磁力搅拌  **3. 石油醚提取过程：**  1）加入少量的饱和氯化钠水溶液，，有利于有机相和水相分层。  2）省去用水将石油醚水洗至中性的步骤  3）石油醚旋蒸浓缩过程没有充氮气保护，且旋蒸至干。  4）旋蒸浓缩后，用正己烷代替石油醚定容。  **4. 只检测维生素D3**（维生素D包括D2和D3） | **1. 酶解过程：**  1）（含淀粉样）60℃酶解30min  **2. 皂化过程：**  1）加2g维生素C  2）减少乙醇、氢氧化钾溶液的量  3）磁力搅拌改为80℃水浴振荡50min  **3. 石油醚提取过程：**  1）石油醚中加1%BHT。  2）用水转移皂化液改为用饱和NaCl  3）用100mL石油醚分三次提取，最后定容至100mL。  4）旋蒸浓缩后，用乙醇代替石油醚定容。  5）液质测定. | **内部工作指导书：**  试样经酶解淀粉，KOH皂化，石油醚和异丙醚混合液萃取，浓缩，甲醇定容后，C18柱分离，UV检测。 | |
| 维生素E  （α-生育酚） |
| 维生素D | 试样经酶解淀粉，KOH皂化，石油醚萃取，浓缩，正己烷定容，硅胶柱净化，浓缩，甲醇定容，C18柱分离，UV检测。 | **迪马公司推荐检测方案：**  试样经二甲基亚砜和甲醇混合液振荡提取，叔丁基甲醚和正己烷混合液萃取，离心取上清液，SPE柱（ProElut VDC）净化，C18柱分离，UV检测。 | |
| 维生素B1  (硫胺素) | GB 5413.11 | 试样在稀盐酸环境中水解，酶解，碱性铁氰化钾衍生，正丁醇萃取后，经C18柱分离，FLD检测。 | 无偏离 | 同厦门局 | **SN标准草案（进出口食品中水溶性维生素的测定方法）：**  试样中加入BHT溶液（抗氧化剂），加温水涡旋混匀，超声，调节PH至1.9，在调PH至4.7，离心取上清液后，LC-MS/MS内标法检测。 | |
| 维生素B2  (核黄素) | GB 5413.12 | 试样在稀盐酸环境中水解，酶解后，经C18柱分离，FLD检测。 | 无偏离 |
| 维生素B6  (吡哆醇、吡哆醛、吡哆胺) | GB 5413.13 | 试样经酶解，调PH到1.7，再调PH到4.5，定容，超声提取，过滤，C18柱分离，FLD检测。 | 无偏离 |
| 烟酸 | GB 5413.15 | 试样经酶解，超声提取，调PH到1.7，再调PH到4.5，定容，过滤，C18柱分离，FLD检测。 | 将“超声提取”步骤移至定容后。 |
| 维生素C  (抗坏血酸) | GB 5413.18 | 抗坏血酸在酸性活性炭环境中氧化成脱氢抗坏血酸，它与邻苯二胺反应生成荧光物质后，用荧光分光光度计测定。 | **偏离：**  1. 酶解过程没有充氮气排除空气。  **需注意的细节：**  1. 酸性活性炭的称取需准确，否则，少了会导致维生素C反应不完全，多了会导致维生素C反应过量。  2. 为了便于酸化和水洗，购买颗粒活性炭，酸化后，用玻璃器皿，研磨。 | 同厦门局，增加正己烷脱脂净化，LC-MS检测 | | **SN标准草案（进出口食品中水溶性维生素的测定方法）：**  试样加温水涡旋混匀，超声（加冰块控温），调节PH至1.9，在调PH至4.7，离心取上清液后，LC-MS/MS内标法检测。 | |