

# 乳粉中烟酸和烟酰胺含量测定能力验证 结果与分析

韩奕奕, 王霞, 马颖清, 张维谊, 杨晓君, 朱春燕, 丰东升\*

(上海市农产品质量安全中心, 农业农村部食品质量监督检验测试中心(上海), 上海 201708)

**摘要:** **目的** 设计组织乳粉中烟酸、烟酰胺含量测定能力验证项目, 评价实验室检测配方乳粉中烟酸、烟酰胺的技术能力和水平。**方法** 考核样品中的烟酸、烟酰胺在  $P < 0.05$  显著水平时是否均匀, 且在整个计划周期内稳定、满足能力验证的要求。通过实施本次能力验证计划, 采用 Z 比分法对来自 20 个省(自治区)、直辖市的 49 家实验室的测定结果和检测能力进行评价。**结果** 在参加实验室中, 烟酸、烟酰胺初测满意率为 91.8%, 补测后总体满意率为 100%。**结论** 所有参加实验室检测能力结果满意, 表明乳粉中烟酸、烟酰胺检测水平总体良好。对离群结果进行技术分析, 可以帮助实验室查找原因并进行整改。

**关键词:** 能力验证; 乳粉; 烟酸; 烟酰胺

## Results and analysis of proficiency testing for the determination of nicotinic acid and nicotinamide content in milk powder

HAN Yi-Yi, WANG Xia, MA Ying-Qing, ZHANG Wei-Yi, YANG Xiao-Jun, ZHU Chun-Yan, FENG Dong-Sheng\*

(Shanghai Center of Agri-Products Quality and Safety, Food Quality Supervision and Testing Center of the Ministry of Agriculture (Shanghai), Shanghai 201708, China)

**ABSTRACT: Objective** To design a proficiency test project for organizing the determination of niacin and nicotinamide in milk powder, and to evaluate the laboratory's technical ability and level to detect niacin and nicotinamide in formula milk powder. **Methods** The uniform at the significant level of  $P < 0.05$  and the stability in the whole planning period of the amount of nicotinic acid and nicotinamide, meeting the requirement of capability verification in the samples were investigated. Through the implementation of the capability verification plan, the measurement results and testing capability of 49 laboratories from 20 provinces (autonomous regions) and municipalities directly under the central government were evaluated the Z-score method. **Results** In all of the laboratories participated in the determination of nicotinic acid and nicotinamide, the first satisfactory rate was 91.8%, while the total satisfactory rate was 100 % after the last testing. **Conclusion** All the participant laboratories pass the test with satisfactory results, indicating that the determination of nicotinic acid and nicotinamide in milk powder shows an overall good level. Analyzing the outlier results can help laboratories find the reasons and carry out rectification.

基金项目: 上海市科技兴农项目(沪农科推字(2019)第1-2号)

Fund: Supported by Shanghai Agriculture Applied Technology Development Program, China (Grant No.T 20190102)

\*通讯作者: 丰东升, 硕士, 主要研究方向为食品质量安全。E-mail: dosfeng@qq.com

\*Corresponding author: FENG Dong-Sheng, Master, Shanghai Center of Agri-products Quality and Safety, Shanghai 201708, China. E-mail: dosfeng@qq.com

**KEY WORDS:** proficiency testing; milk powder; nicotinic acid; nicotinamide

## 1 引言

烟酸(也称维生素 B<sub>3</sub>)和烟酰胺总称为维生素 PP 或抗癞皮病维生素,不易被热、氧、光、碱、酸破坏,是人体必需的 13 种维生素之一。烟酸在动物体内可转化为具有生物活性的烟酰胺,烟酰胺是辅酶 I、辅酶 II 的组成部分<sup>[1]</sup>。烟酸和烟酰胺有同样的生理功能,后者是合成烟酰胺腺嘌呤二核苷酸(nicotinamideadenine dinucleotide)和烟酰胺腺嘌呤二核苷酸磷酸(nicotinamide adenine dinucleotide phosphate)的重要物质,这 2 种辅酶在氧化还原反应中具有递氢的作用,在体内的能量代谢反应中具有重要作用,在维持人体皮肤、消化和神经系统正常功能方面具有关键作用<sup>[2,3]</sup>,是人体正常代谢无法或缺的一种重要的营养元素。烟酸和烟酰胺也是乳粉中常见的水溶性维生素,对婴幼儿的生长和发育尤其重要,常用作食品原辅料,其用量应控制在规定范围内,为食品安全国家标准中乳粉质量检测的重要指标<sup>[4-6]</sup>。

近年来,随着我国乳品产业不断发展,乳品安全问题引起了全社会的关注,国家、行业、企业急需提高有关检测机构的能力水平,保障检测结果的有效性。能力验证是利用实验室间比对确定实验室的校准/检测能力或检验机构的检测能力,是判断和监控实验室能力的有效手段<sup>[7]</sup>。参加能力验证计划为实验室提供了一个评估和证明其检测数据可靠性的客观手段。本研究设计组织乳粉中烟酸、烟酰胺含量测定能力验证项目,对来自 20 个省(自治区)、直辖市的 49 家实验室的测定结果和检测能力进行评价,了解国内实验室在乳粉中烟酸和烟酰胺含量检测的整体水平,识别和掌握实验室间存在的差异,验证和加强相关实验室检测能力,促使其保持和提高乳粉中烟酸和烟酰胺检测能力,保障乳制品的质量安全,进一步为政府部门食品质量监督提供技术参考。

## 2 材料与方法

### 2.1 样品制备

本次能力验证样品采用“分割水平”制备。以优质工业全脂乳粉为基质,添加一定含量的烟酰胺标准溶液,预热、均质、杀菌、浓缩、喷雾干燥成粉末。按照 GB/T 15000《标准样品的工作导则》<sup>[8]</sup>要求,反复混匀,分装,抽去空气,密封。同法制备四组不同烟酸、烟酰胺含量的考核样品,形成样品 A、B、C 和 D,其中一组为干扰样,分别分装于 20 g 的铝箔袋中,抽去空气,密封,常温保存,如图 1 所示。



图 1 样品包装及标签

Fig.1 Package and label of the sample

### 2.2 检测方法

食品中烟酸和烟酰胺的检测方法主要包括超临界流体色谱法<sup>[9]</sup>、离子色谱法<sup>[10]</sup>、液相色谱法<sup>[11-14]</sup>、液相色谱串联质谱法<sup>[15,16]</sup>和微生物法<sup>[12,17]</sup>等。本次能力验证采用 GB 5009.89-2016《食品安全国家标准 食品中烟酸和烟酰胺的测定》<sup>[12]</sup>第二法(高效液相色谱法)和 SN/T 4258-2015《出口食品中水溶性维生素的测定方法》<sup>[18]</sup>作为推荐检测方法,各参加实验室可根据自身条件选择或调整,实验室采用的样品前处理方法和标准物质相关信息在结果报告单中详细说明。

### 2.3 统计方法与结果评价

本次能力验证依据 GB/T 28043-2011《利用实验室间比对进行能力验证的统计方法》<sup>[19]</sup>和 CNAS-GL 002:2018《能力验证结果的统计处理和评价指南》<sup>[20]</sup>标准规范进行统计、评价。采用国际比较通用的迭代稳健(Robust)技术处理,即采用算法 A:稳健平均值和稳健标准差进行处理,充分减少极端结果对平均值和标准差的影响。

本次能力验证评价的参数为 Z 值,Z 值定义为  $Z = \frac{X - x^*}{s^*}$ ,  $x^*$  为稳健平均值, mg/100 g;  $s^*$  为能力评定标准差(稳健标准差); Z 比分数的大小代表各参加实验室的检测结果 X 与稳健平均值  $x^*$  的偏离程度,符号“+”和“-”代表中稳健平均值的偏离方向。

Z 比分数可以衡量检测结果在一组数据中相对于中位值的偏离程度,Z 值绝对值越小,表明该结果的偏离程度越低。结果判定原则如下:  $|Z| \leq 2$  为满意结果;  $2 < |Z| < 3$  为可疑结果,鼓励实验室复查;  $|Z| \geq 3$  为离群结果。

## 3 结果与分析

### 3.1 参加实验室概况

全国共有 49 家实验室参加了本次能力验证,分布于

20 个省市, 其中: 上海市 14 家、广东 5 家、湖南 3 家、江苏、广西、黑龙江、海南、内蒙古、山东及湖北各 2 家、其余新疆、浙江、四川、福建、河南、天津、吉林、贵州及江西 1 家。分布情况和数目见图 2。

### 3.2 均匀性测试结果

依据 CNAS-GL 003: 2018《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》<sup>[21]</sup>的要求, 采用  $F$  检验对测试结果进行评价, 只有当每个水平样品的  $F$  值小于  $F_{\alpha(f_1, f_2)}$  时, 才认为样品是充分均匀的。本次能力验证测试样品 A、B、C、D 的均匀性检验结果分别见表 1。均匀性检验计算的  $F$  值 < 临界值  $F_{\alpha(f_1, f_2)}$ , 表明在 0.05 显著水平时, 样品 A、B、C、D 中烟酸、烟酰胺含量是均匀的。

### 3.3 稳定性测试结果

依据 CNAS-GL003:2018《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》<sup>[21]</sup>的要求, 稳定性检验的统计方法通常用  $t$  检验法, 用于比较一个平均值与标准值/参考值之间或 2 个平均值之间差异是否有统计学意义。2 个平均

值之间的一致性, 若  $t$  值 < 显著水平  $\alpha$  (通常  $\alpha=0.05$ ) 自由度为  $n_1+n_2-2$  的临界值  $t_{\alpha(n_1+n_2-2)}$ , 则 2 个平均值之间差异无统计学意义。本次能力验证考察了时间对样品的稳定性影响。以 25 d 为一个间隔, 分别设置为第 1、26、51、76 d 来考察样品的稳定性, 采用  $t$  检验法对检测结果进行统计分析, 测试样品 A、B、C、D 的稳定性检验结果见表 2。 $t$  临界值=2.024, 计算所得的  $t$  值均小于  $t$  临界值, 表明在 0.05 显著性水平时, 样品中的烟酸和烟酰胺含量是稳定的。

另外, 考察了环境温度对样品稳定性的影响。从制备的各水平样品中分别抽取 10 个样品, 分别在常温下、40 °C 和 60 °C 条件下保存 3 d 后进行测试。不同温度下的稳定性试验测试结果详见表 3。 $t$  临界值=2.024, 计算所得的  $t$  值均小于  $t$  临界值, 表明在 0.05 显著性水平时, 样品中的烟酸和烟酰胺含量是稳定的, 环境温度对样品的稳定性无影响。经统计分析, 本次能力验证的测试样品稳定性检验结果均符合要求, 表明样品均具有足够的稳定性, 能够保证在规定的时间内用于能力验证。

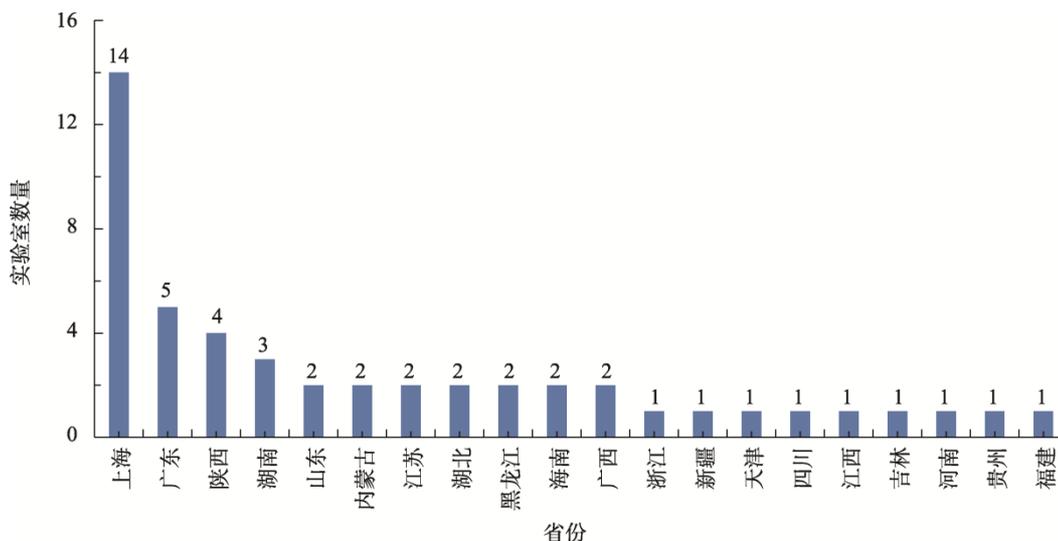


图 2 参加实验室地域分布情况  
Fig.2 Area distribution of participating laboratories

表 1 样品中烟酸和烟酰胺均匀性测试分析结果  
Table 1 Homogeneity testing results of nicotinic acid and nicotinamide in sample

	方差来源	总平均值/(mg/100 g)	平方和	自由度	均方	$F$	$F_{\alpha(9,10)}$	$F < F_{0.05(9,10)}$
A	样品间	1.958	0.05055	9	0.00562	2.352	3.02	满足
	样品内		0.02388	10	0.00239			
B	样品间	3.134	0.05014	9	0.00557	1.945	3.02	满足
	样品内		0.02865	10	0.00286			
C	样品间	4.145	0.03802	9	0.00422	0.950	3.02	满足
	样品内		0.04448	10	0.00445			
D	样品间	4.713	0.15396	9	0.01711	2.441	3.02	满足
	样品内		0.07009	10	0.00701			

表 2 样品中烟酸和烟酰胺稳定性测试分析结果  $t_{0.05(38)}$   
 Table 2 Stability testing results of nicotinic acid and nicotinamide in sample  $t_{0.05(38)}$

样品浓度	统计值	第 1 d	第 26 d	第 51 d	第 76 d	$t < t_{0.05(38)}$
样品 A	平均值/(mg/100 g)	1.958	1.986	1.995	1.997	2.014
	标准偏差	0.0626	0.0599	0.0810	0.0682	0.0934
	$t$ 值	/	1.438	1.585	1.871	0.668
样品 B	平均值/(mg/100 g)	3.134	3.165	3.085	3.125	3.144
	标准偏差	0.0644	0.0641	0.1943	0.0662	0.0779
	$t$ 值	/	1.516	1.063	0.478	0.819
样品 C	平均值/(mg/100 g)	4.145	4.156	4.082	4.121	4.081
	标准偏差	0.0659	0.1100	0.1507	0.0910	0.1077
	$t$ 值	/	0.396	1.702	0.944	1.266
样品 D	平均值/(mg/100 g)	4.713	4.675	4.693	4.711	4.754
	标准偏差	0.1086	0.1630	0.2398	0.1369	0.0996
	$t$ 值	/	0.869	0.355	0.054	1.118

注: 样品 A、B、C、D 自由度均为 10, 临界值  $t_{0.05(38)}$  为 2.024, 均满足  $t$  值  $< t_{0.05(38)}$ 。

表 3 环境温度对样品中烟酸和烟酰胺稳定性测试分析结果  $t_{0.05(38)}$   
 Table 3 Analysis results of environmental temperature on the stability of niacin and niacinamide in samples  $t_{0.05(38)}$

样品浓度	统计值	常温(25 °C)	40 °C	60 °C
样品 A	平均值/(mg/100 g)	1.958	1.922	1.946
	标准偏差	0.0626	0.0590	0.0560
	$t$ 值	/	1.89	0.677
样品 B	平均值/(mg/100 g)	3.134	3.070	3.163
	标准偏差	0.0644	0.1562	0.2176
	$t$ 值	/	1.694	0.581
样品 C	平均值/(mg/100 g)	4.145	4.086	4.098
	标准偏差	0.0659	0.1271	0.1011
	$t$ 值	/	1.837	1.728
样品 D	平均值/(mg/100 g)	4.713	4.644	4.693
	标准偏差	0.1086	0.1182	0.1782
	$t$ 值	/	1.942	0.442

注: 样品 A、B、C、D 自由度均为 10, 临界值  $t_{0.05(38)}$  为 2.024, 均满足  $t$  值  $< t_{0.05(38)}$ 。

### 3.4 总体能力统计结果

本次能力验证将所参加的实验室分两组发放样品, 将报名参加的实验室随机分为第一组和第二组。每个参加实验室获得带有唯一编号的测试样品 3 份, 其中一份为干扰样。初测时, 第一组发放样品为 A+B+C, 其中 C 为干扰样; 第二组发放样品为 B+C+D, 其中 D 为干扰样。补测时, 两组测试样品互换。干扰样品不参与实验室测试结果的统

计和能力评价。共收回 49 家实验室的数据, 对其进行统计分析, 包括中位值、稳健平均值  $X^*$ 、稳健标准偏差  $S^*$ 、最大值、最小值和极差等, 详见表 4 和表 5。

### 3.5 结果评价

为便于每个实验室与其他实验室的能力进行比较, 本次能力验证计划制作了各组 Z 比分数柱状图(详见图 3~6), 柱状图中按照大小顺序显示出每个实验室的 Z 比

数, 直观显示各实验室的检测结果在本次计划中所处的水平。本次能力验证初测结果的 49 家实验室中, 结果满意的实验室共 45 家, 占实验室总数的 91.8%; 结果可疑的有 3 家, 占实验室总数的 4.1%; 结果离群的有 1 家, 占实验室总数的 4.1%。检测结果总体情况见表 6。说明参

加能力验证的绝大多数实验室可以准确检测乳粉中烟酸、烟酰胺, 具有较高的检测水平。考核结果可疑或者离群, 主要是由于仪器参数和分析条件未调整至最优化、未按照检测标准进行吸光度校正以及标准曲线浓度点设置不合理引起的。

表 4 主要稳健参数统计结果(A+B 样品)  
Table 4 Population statistics for proficiency testing (A&B)

样品	结果个数	中位值/(mg/100g)	稳健平均值 $\lambda^*$ /(mg/100 g)	稳健标准差 $S^*$	最大值/(mg/100 g)	最小值/(mg/100 g)	极差/(mg/100 g)
A	25	2.03	2.04	1.09	3.02	1.89	0.09
B	25	3.09	3.09	0.129	4.02	2.89	1.13

表 5 主要稳健参数统计结果(B+C 样品)  
Table 5 Population statistics for proficiency testing (B&C)

样品	结果个数	中位值/(mg/100 g)	稳健平均值 $\lambda^*$ /(mg/100 g)	稳健标准差 $S^*$	最大值/(mg/100 g)	最小值/(mg/100 g)	极差/(mg/100 g)
B	24	3.07	3.07	0.139	3.29	2.05	1.24
C	24	3.09	3.09	0.129	4.02	2.89	1.23

表 6 各实验室能力验证结果  
Table 6 Results of participated laboratories in proficiency testing

项目	结果总数	满意结果数	满意率/%	结果不满意(离群) $ Z  \geq 3$	结果可疑( $2 <  Z  < 3$ )	结果逾期
烟酸和烟酰胺	49	45	91.8	1	3	/

注: 因样品中烟酸易转换成烟酰胺, 不易分别统计含量, 故本次能力验证样品测试结果均以“烟酰胺”计。

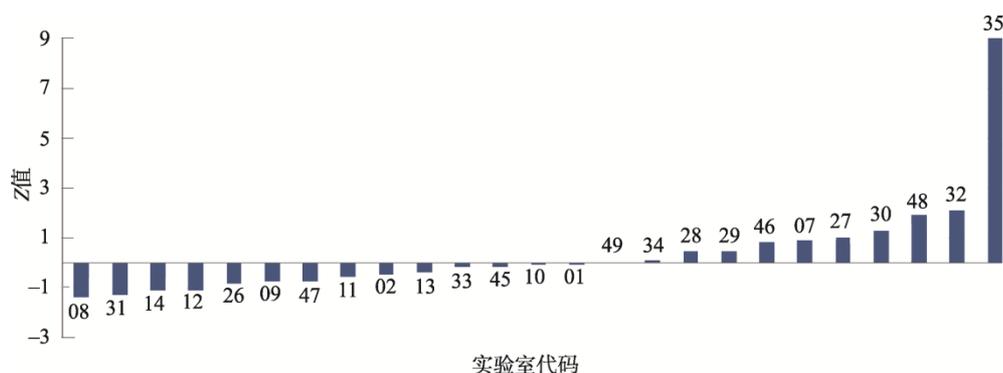


图 3 第一组实验室 A 样品 Z 比分数柱状图  
Fig.3 Z-score histogram of the first group of laboratory A samples

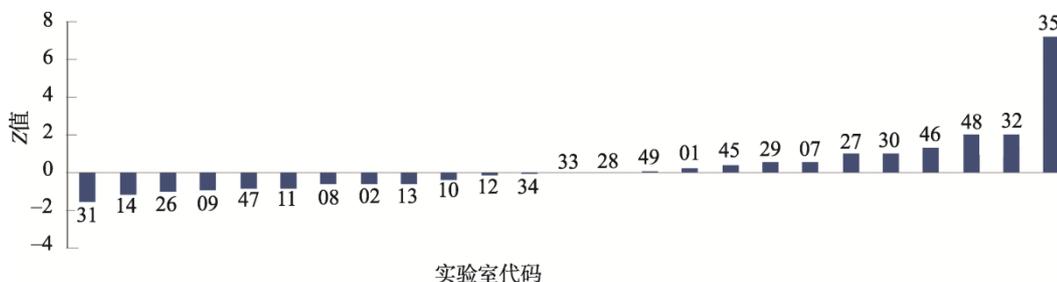


图 4 第一组实验室 B 样品 Z 比分数柱状图  
Fig.4 Z-score histogram of the first group of laboratory B samples

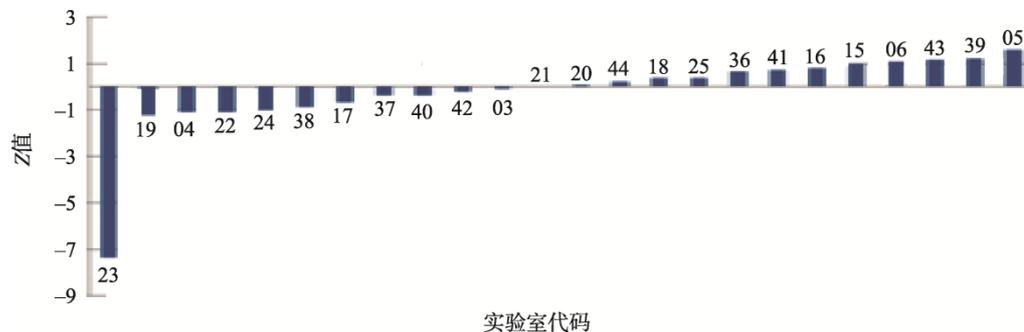


图 5 第二组实验室 B 样品 Z 比分数柱状图

Fig.5 Z-score histogram of the second group of laboratory B samples The group labs histogram of Z value distribution of sample B

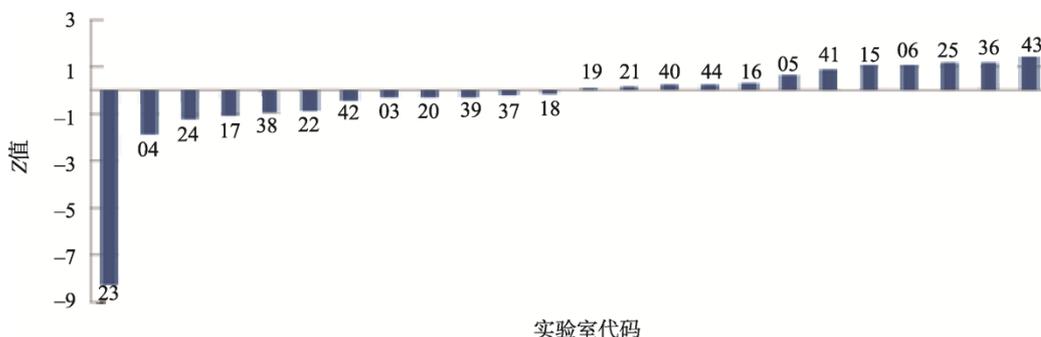


图 6 第二组实验室 C 样品 Z 比分数柱状图

Fig.6 Z-score histogram of the second group of laboratory C samples

### 3.6 技术分析与建议

#### 3.6.1 检测方法的差异

根据参加实验室反馈的结果和相关原始记录,本次能力验证 48 家实验室采用 GB 5009.89-2016《食品安全国家标准 食品中烟酸和烟酰胺的测定》第二法 高效液相色谱法进行奶粉中烟酸和烟酰胺含量的检测,1 家实验室采用 GB 5413.15-2010 标准方法检测,该标准已于 2017 年 6 月 23 日被 GB 5009.89-2016 代替。采用高效液相色谱法初测结果合格率为 91.8%。补测阶段,实验室根据检测标准和规范,结合自身的实际情况,提高了检测结果的准确性,在本次能力验证活动中,经过补测,采用该标准合格的实验室达到 100%。

#### 3.6.2 标准物质的影响

本次能力验证中 37 家实验室使用的标准物质来源于 Dr. E 公司,5 家来源于 Supelco 公司,3 家来源于 Sigma 公司,1 家来源于 Bepure 公司,1 家来源于 CNW 公司,其余来源于中国食品药品检定研究院和中国计量检定研究院。本次能力验证中个别实验室未按照标准方法要求,对烟酸和烟酰胺的标准溶液进行紫外校正,或校正操作的正确规范性以及紫外分光光度计的检定引入不确定度,导致结果离群或可疑。此外,标准溶液配制过程所用量器如容量瓶、移液枪、移液管均需要校准,否则同样会引入结果的测量

不确定度。标准物质是定量检测的基础,其计量溯源性非常重要。建议实验室优先选择国家有证标准物质,使用时应确保标准物质在有效期内并按照要求保存。

#### 3.6.3 检测过程的质量控制

本次能力验证中造成检测结果偏差的主要因素有:(1)未将液相色谱仪的参数或分析条件调整至最优化,色谱峰拖尾,导致检测结果偏差;(2)未按照检测标准进行吸光度校正,导致标准溶液浓度有偏差;(3)设置标准曲线浓度点不合理,检测数据结果未在标准曲线范围内;(4)样品前处理过程中,称量所用的分析天平,提取定容过程所用的分析天平、玻璃量器以及样品重复性测定均可能引入结果的测量不确定度。因此,在样品检测过程中应增加平行测定次数,同时进行质控试验,如质控样、添加回收试验等措施,在一定程度上保证样品的检测结果的可靠性和准确性。

#### 3.6.4 对作业指导书的理解

本次能力验证活动中大部分实验室能正确理解作业指导书,但是也存在部分实验室对作业指导书理解不到位的现象,比如样品存储条件、测试结果以母体或代谢物计算以及有效位数等方面的要求,导致检测结果偏离。建议实验室应加强对作业指导书内容的解读以及相关能力验证方面的人员培训。

## 4 结 论

能力验证考核可以反映参加实验室的检测水平, 本次结果在一定程度上反映了我国检验检测实验室对乳粉中烟酸和烟酰胺的检测能力。结果显示, 乳粉中烟酸和烟酰胺满意率较高, 表现出较高的水平, 为识别实验室间差异和提高 GB 5009.89-2016 标准的应用水平提供了支持。

## 参考文献

- [1] 黄伟乾, 吴芷欣, 吴俊发, 等. HPLC 法测定强化功能饮料中异烟酸、烟酸、烟酰胺、异烟酰胺、1-甲基烟酰胺氯化物、烟酸前体(色氨酸)的研究[J]. 食品科技, 2019, 44(6): 336-340.  
Huang WQ, Wu ZX, Wu JF, *et al.* Determination of nicotinic acid, isonicotinic acid, nicotinamide, isonicotinamide, 1-methyl nicotinamide chloride and nicotinic acid precursor (tryptophan) in fortified functional beverages [J]. Food Sci Technol, 2019, 44(6): 336-340.
- [2] 邱月琴, 杨雪芬, 王丽, 等. 烟酸调节动物肠道黏膜屏障功能的分子机制[J]. 动物营养学报, 2020, 32(2): 481-486.  
Qiu YQ, Yang XF, Wang L, *et al.* Molecule mechanism of niacin regulate intestinal epithelial barrier function of animals [J]. Chin J Anim Nutr, 2020, 32(2): 481-486.
- [3] 李红霞, 李硕, 李莉, 等. 婴幼儿配方乳粉中维生素 PP 含量测定盲样考核研究[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(1): 102-106.  
Li HX, Li S, Li L, *et al.* Analysis of blind sample test on determination of vitamin PP in infant formula [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(1): 102-106.
- [4] 郑彦峰. 城乡婴幼儿 B 族维生素营养状况及膳食营养素摄入情况分析[D]. 青岛: 青岛大学, 2013.  
Zheng YF. Analysis of B vitamins nutritional status and dietary intake among children aged 0-3 years old in a city and rural area, China [D]. Qingdao: Qingdao University, 2013.
- [5] 韩军花, 陈龙, 梁栋, 等. 我国婴幼儿配方食品标准中维生素适宜范围值探讨[J]. 食品科学技术学报, 2018, (3): 11-17.  
Han JH, Chen L, Liang D, *et al.* Study on appropriate values of vitamins in infant and follow-up formula standard of China [J]. J Food Sci Technol, 2018, (3): 11-17.
- [6] 胡玉霞, 汪立明, 王静, 等. 高效液相色谱法测定婴幼儿配方米粉和乳粉中烟酸和烟酰胺含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(2): 839-845.  
Hu YX, Wang LM, Wang J, *et al.* Determination of nicotinic acid and nicotinamide in infant formula milk powder and rice powder by high performance liquid chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2016, 7(2): 839-845.
- [7] 李彬, 王海燕, 侯俐南, 等. 饮料中乙酰磺胺酸钾含量测定能力验证结果分析[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(7): 2210-2215.  
Li B, Wang HY, Hou LN, *et al.* Analysis of proficiency testing results of content determination of acesulfame potassium in beverage [J]. J Food Saf Qual, 2020, 11(7): 2210-2215.
- [8] GB/T 15000 标准样品的工作导则[S].  
GB/T 15000 Guidelines for working with standard samples [S].
- [9] 郭亚东. 超临界流体色谱同时测定维生素 B<sub>2</sub>, B<sub>3</sub> 和烟酰胺[J]. 色谱, 2003, 21(6): 603-605.  
Guo YD. Simultaneous determination of riboflavin, nicotinic acid and nicotinamide by supercritical fluid chromatography [J]. Chin J Chromatogr, 2003, 21(6): 603-605.
- [10] Saccania G, Tanzia E, Mallozzia E, *et al.* Determination of niacin in fresh and dry cured pork products by ion experimental design approach for the

optimisation of nicotinic acid separation [J]. Food Chem, 2005, 92(2): 373-379.

- [11] Sangshetti JN, Aqeel M, Zaheer Z, *et al.* Development and validation of RP-HPLC method for determination of Atorvastatin calcium and nicotinic acid in combined tablet dosage form [J]. J Saud Chem Soc, 2016, 20: 328-333.
- [12] GB 5009.89-2016 食品安全国家标准 食品中烟酸和烟酰胺的测定[S].  
GB 5009. 89-2016 National food safety standard-Determination of nicotinic acid and nicotinamide in food [S].
- [13] 樊继鹏, 徐振东, 陈军, 等. 高效液相色谱法同时测定乳粉中烟酸、烟酰胺和维生素 B<sub>6</sub>[J]. 包装与食品机械, 2015, 33(3): 66-69.  
Fan JP, Xu ZD, Chen J, *et al.* HPLC determination of niacin, nicotinamide and itamin B<sub>6</sub> in milk power [J]. Pack Food Mach, 2015, 33(3): 66-69.
- [14] Roman L, Erkan FY, Rudolf E, *et al.* Quantitative Investigation of trigonelline, nicotinic acid, and nicotinamide in foods, urine, and plasma by means of LC-MS/MS and stable isotope dilution analysis [J]. Food Chem, 2008, 56(23): 11114-11121.
- [15] Cellar NA, McClure SC, Salvati LM, *et al.* A new sample preparation and separation combination for precise, accurate, rapid, and simultaneous determination of vitamins B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, B<sub>3</sub>, B<sub>5</sub>, B<sub>6</sub>, B<sub>7</sub>, and B<sub>9</sub> in infant formula and related nutritional by LC-MS/MS [J]. Anal Chim Acta, 2016, 93431: 180-185.
- [16] Daniel P, Carmen MD, Adriana F. Fast simultaneous analysis of caffeine, trigonelline, nicotinic acid and sucrose in coffee by liquid chromatography-mass spectrometry [J]. Food Chem, 2008, 110(4): 1030-1035.
- [17] Tadashi M, Isao K, Shuichi S. Rapid determination of nicotinic acid by immobilized lactobacillus arabinosides [J]. Anal Chim Acta, 1978, 99(2): 233-239.
- [18] SN/T 4258-2015 出口食品中水溶性维生素的测定方法[S].  
SN/T 4258-2015 Determination of water soluble vitamins in foods for export [S].
- [19] GB/T 28043-2011 利用实验室间对比进行能力验证的统计方法[S].  
GB/T 28043-2011 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons [S].
- [20] CNAS-GL 002:2018 能力验证结果的统计处理和评价指南[S].  
CNAS-GL 002:2018 Guidance on statistic treatment of proficiency testing results and performance evaluation [S].
- [21] CNAS-GL 003:2018 能力验证样品均匀性和稳定性评价指南[S].  
CNAS-GL 003:2018 Guidance on evaluating the homogeneity and stability of samples used for proficiency testing [S].

(责任编辑: 韩晓红)

## 作者简介



韩奕奕, 硕士, 高级畜牧师, 主要研究方向为食品质量安全。

E-mail: yiyi\_han@126.com



丰东升, 硕士, 主要研究方向为食品质量安全。

E-mail: dosfeng@qq.com