

《保健食品中硫胺素、核黄素、吡哆醇、烟酸、烟酰胺和咖啡因的测定》国家标准（征求意见稿）

编制说明

一、工作简况

1. 任务来源

根据《国家标准化管理委员会关于下达 2023 年第二批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》（国标委发〔2023〕37 号），《保健食品中硫胺素、核黄素、吡哆醇、烟酸、烟酰胺和咖啡因的测定》（计划号 20230859-T-424）列入修订计划，由全国特殊食品标准化技术委员会归口，由中国食品发酵工业研究院有限公司等单位共同组织完成起草修订工作。

2. 主要工作过程

2023 年 8 月~2023 年 10 月，成立标准修订组，确定标准制修订方案和工作计划，并开展了方法学验证。

2023 年 11 月，全国特殊食品标准化技术委员会秘书处在北京召开《14 项保健食品分析方法标准启动会》修订工作启动会，会上讨论了《保健食品中硫胺素、核黄素、吡哆醇、烟酸、烟酰胺和咖啡因的测定》的修订方案。

2023 年 11 月~2024 年 1 月，开展实验室内方法验证的工作。

2024 年 1 月，开展新修订保健食品中硫胺素、核黄素、吡哆醇、烟酸、烟酰胺和咖啡因测定方法的实验室间方法验证工作。

2024 年 1 月，起草工作组在前期工作基础上形成标准征求意见

稿，并开始广泛征求意见。

二、国家标准编制原则、主要内容及其确定依据

1. 标准编制原则

本标准是根据 GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》进行编写。

2. 标准主要内容及其确定依据

主要内容见标准文本。

2.1 样品制备的要求

根据试样的剂型，新增并细化了不同剂型样品的制备方法，保证样品的代表性及均匀性。

2.2 试样前处理条件的选择和优化

2.2.1 样品称样量的选择

原标准中未明确样品具体称样量，在本次修订过程中明确了样品的取样量，固体或半固体取样量 0.2-2 g，液体试样 1.0 mL 或 1.0 g，同时注明操作者可根据试样中组分的含量，适当增加或减少稀释倍数，使组分浓度处于标准曲线测定范围内。

2.2.2 样品处理过程

因本次修订沿用了原标准的提取溶剂，并新增了核黄素的测定，因核黄素在提取溶剂中溶解性较差，仅超声处理，样品中核黄素得不到充分提取；借鉴《GB 5009.85-2016 食品安全国家标准 食品中维生素 B₂ 的测定》增加了 98±2℃水浴加热 30 min，因高温加热会造成溶剂的流失，因此在水浴及离心后，用提取溶剂补足失重，增加测定

结果的准确性。由表 1 结果可知，经过水浴加热后，本实验室核黄素测定结果与企业自测值及理论投料量基本一致。

表 1 不同处理过程的测定结果

组分	不加热	加热	企业自测值（加热）	理论投料量
核黄素（mg/片）	0.71	2.25	2.17	2.22
烟酰胺（mg/片）	7.54	7.47	7.49	7.50
吡哆醇（mg/片）	2.31	2.34	2.17	2.25
硫胺素（mg/片）	2.21	2.29	2.15	2.25

对于磷酸酯形式的维生素，样品经取样后，加入 10 mg 酸性磷酸酶及 20ml 提取溶剂（pH 调至 4.5）后，45℃ 酶解 16 h 后，离心、过膜后待进样。经验证，通过加酶处理后 VB₂ 磷酸钠检出含量显著提高，并处于标示范围内。经验证，在 pH=4.5 时酶的活力较 pH=2.0 强，同时在添加量超过 10mg（pH=4.5）后，核黄素的检出含量略有下降，因此确定酶的添加量为 10mg。

表 2 磷酸酯形式维生素不同处理过程的测定结果

组分	20%甲醇 -0.1%磷酸 (不加热)	20%甲醇 -0.1%磷酸 (加热)	20%甲醇 -0.1%磷酸 -45℃ 酶解 (pH2.0)	20%甲醇 -0.1%磷酸 -45℃ 酶解 (pH4.5)	标示值 (mg/100ml)
咖啡因	20.5	21.3	21.1	21.2	15.0-22.0
VB ₁ 硝酸盐	5.41	5.43	5.12	4.19	3.50-5.50
VB ₂ 磷酸钠	0.16	0.17	3.86	4.05	3.00-5.50
烟酰胺	19.4	19.2	18.4	18.0	18.0-22.0
VB ₆ 盐酸盐	5.11	5.13	4.88	4.92	4.50-7.50

2.3 色谱条件的选择和优化

2.3.1 检测波长的确定

通过采用二极管阵列检测器考察了 6 种目标物的紫外吸收光谱图。结果显示硫胺素、核黄素、烟酸、烟酰胺在 260 nm 处有最大吸

收；咖啡因、吡哆醇在 280 nm 处有最大吸收。

2.3.2 流动相的选择

本标准中流动相 A: 5 mmol/L 癸烷磺酸钠溶液 (含 0.15%磷酸), 流动相 B: 5 mmol/L 癸烷磺酸钠-90%乙腈溶液 (含 0.15%磷酸), 采用梯度洗脱。原标准分为两套不同离子对流动相系统, 其中硫胺素测定采用硫酸月桂酯钠离子对系统, 盐酸吡哆醇、烟酸、烟酰胺及咖啡因采用癸烷磺酸钠离子对系统, 均采用等度洗脱; 本次修订沿用了癸烷磺酸钠离子对系统, 因硫胺素保留较强, 采用梯度洗脱程序。当流动相中磷酸浓度为 0.1%时, 烟酸色谱峰明显前沿, 将磷酸浓度提高为 0.15%时, 烟酸色谱峰呈正态分布, 且不影响其他物种组分色谱峰形。

三、试验验证的分析、综述报告

方法线性关系: 咖啡因、核黄素、烟酸、烟酰胺、吡哆醇和硫胺素在标准工作曲线浓度范围内, 相关系数 R^2 大于 0.999, 线性关系良好。方法准确度和精密度: 四种基质中咖啡因的三种浓度加标回收率在 97.0%~104.6%, 相对标准偏差 RSD 在 0.2%~3.2%; 核黄素的三种浓度加标回收率在 94.7%~102.9%, 相对标准偏差 RSD 在 0.2%~2.2%; 烟酸的三种浓度加标回收率在 99.0%~108.2%, 相对标准偏差 RSD 在 0.3%~4.5%; 烟酰胺的三种浓度加标回收率在 97.4%~107.1%, 相对标准偏差 RSD 在 0.1%~4.9%; 吡哆醇的三种浓度加标回收率在 98.5%~107.0%, 相对标准偏差 RSD 在 0.2%~3.1%; 硫胺素的三种浓度加标回收率在 97.3%~108.5%, 相对标准

偏差 RSD 在 0.2%~2.0 %，说明该方法准确度和精确度较好，能够满足保健食品中咖啡因、核黄素、烟酸、烟酰胺、吡哆醇和硫胺素的准确测定。方法重现性：方法验证基础上，起草工作组组织 5 家实验室进行验证，结果符合验证比对要求。

四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况

无。

五、以国际标准为基础的起草情况

本标准没有采用国际标准。

六、与有关法律、行政法规及相关标准的关系

本标准与现行法律、法规和强制性国家标准协调一致。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准制定过程中无重大分歧意见。

八、涉及专利的有关说明

本标准不涉及专利。

九、实施国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议

建议本标准发布 6 个月后实施，由归口单位组织行业相关单位积极开展宣贯工作。

十、其他应当说明的事项

无。

附件：方法学验证报告

附件

保健食品中硫胺素、核黄素、吡哆醇、烟酸、烟酰胺 和咖啡因的测定方法学验证

1. 特异性

配制产品空白辅料，按本含量测定方法配制对照品溶液、空白辅料溶液，在含量测定色谱条件下，注入液相色谱仪进行测定。典型色谱图见图1~6。

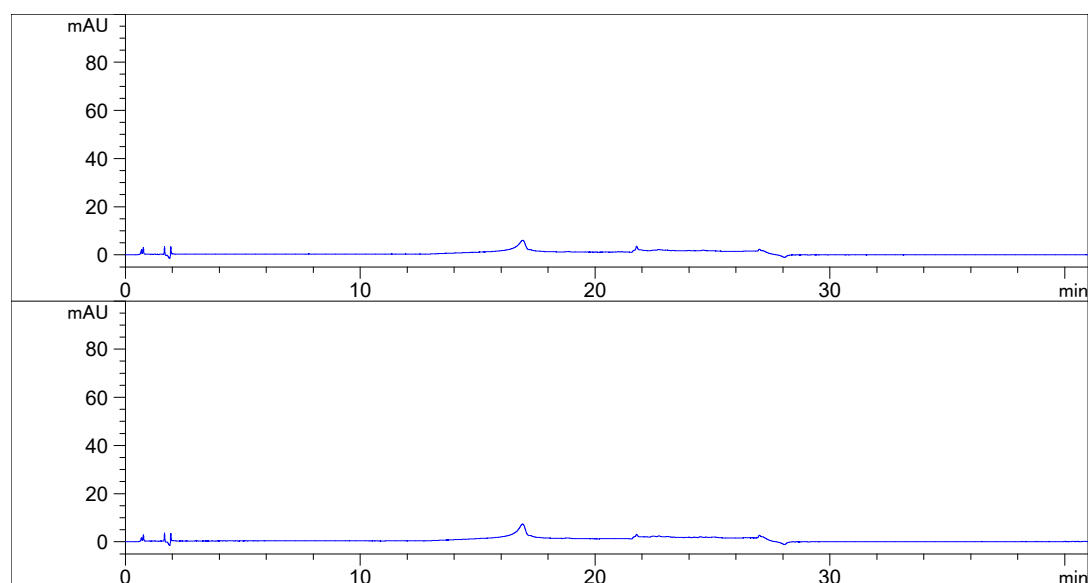


图1 空白溶剂液相色谱图

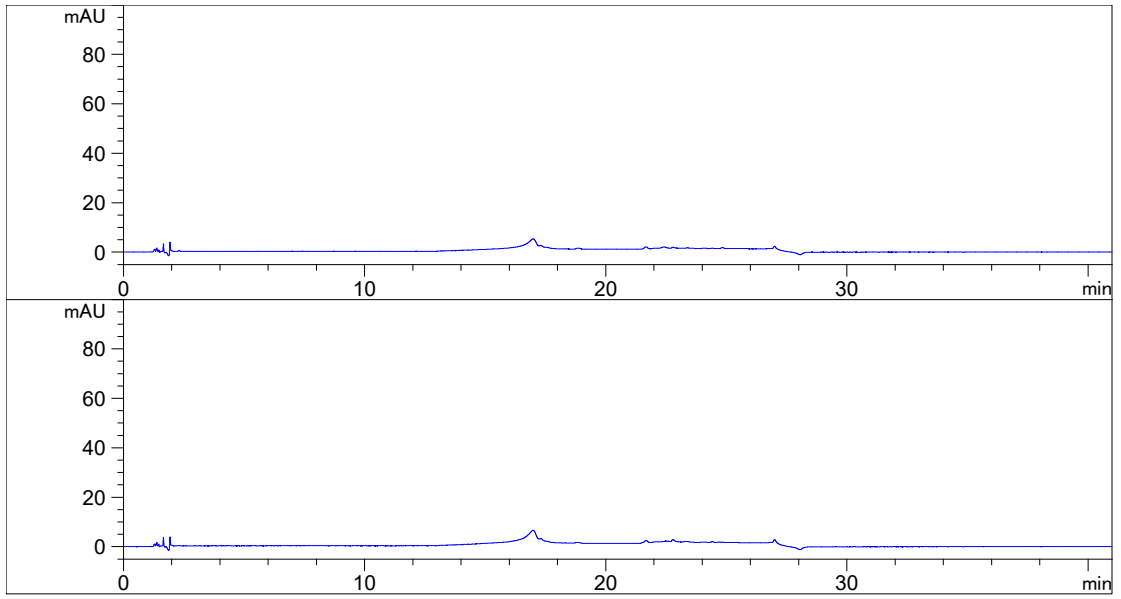


图 2 片剂空白基质液相色谱图

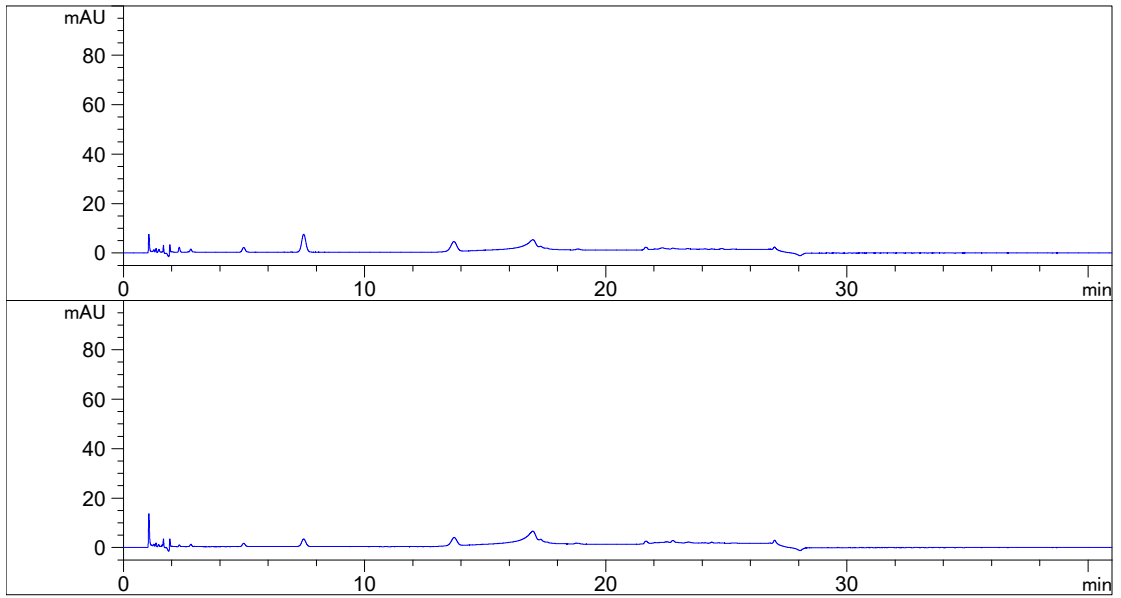


图 3 液体饮料空白基质液相色谱图

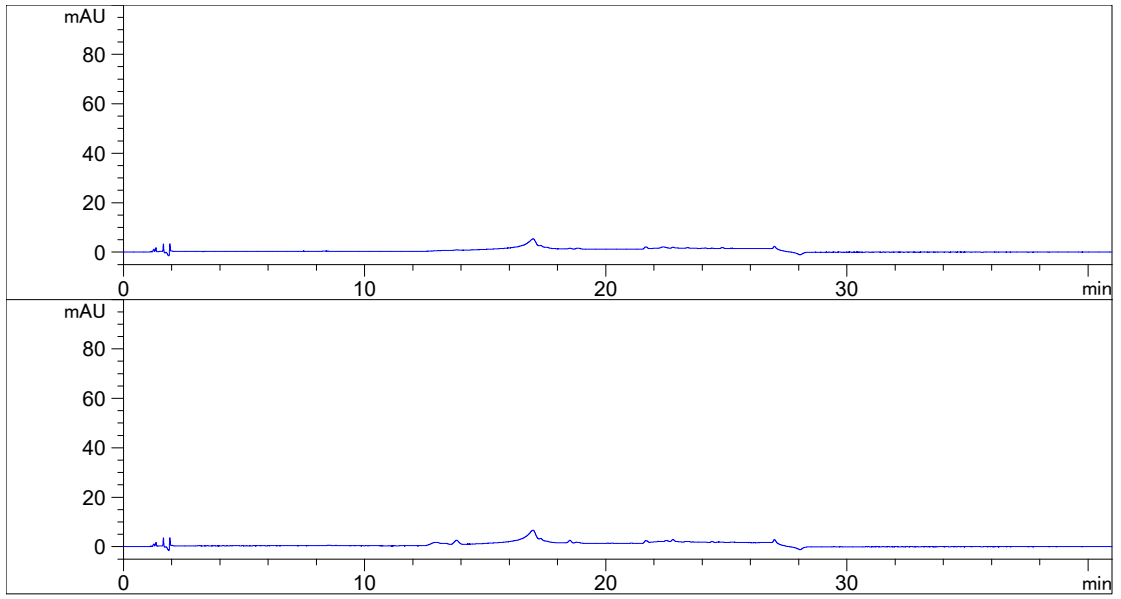


图 4 软胶囊空白基质液相色谱图

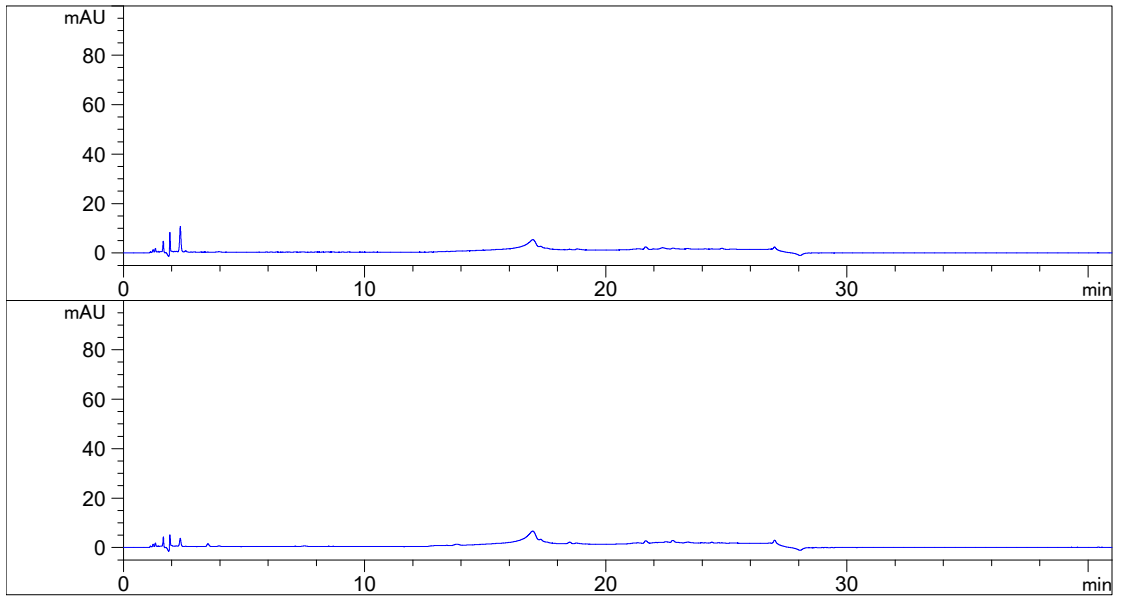


图 5 凝胶糖果空白基质液相色谱图

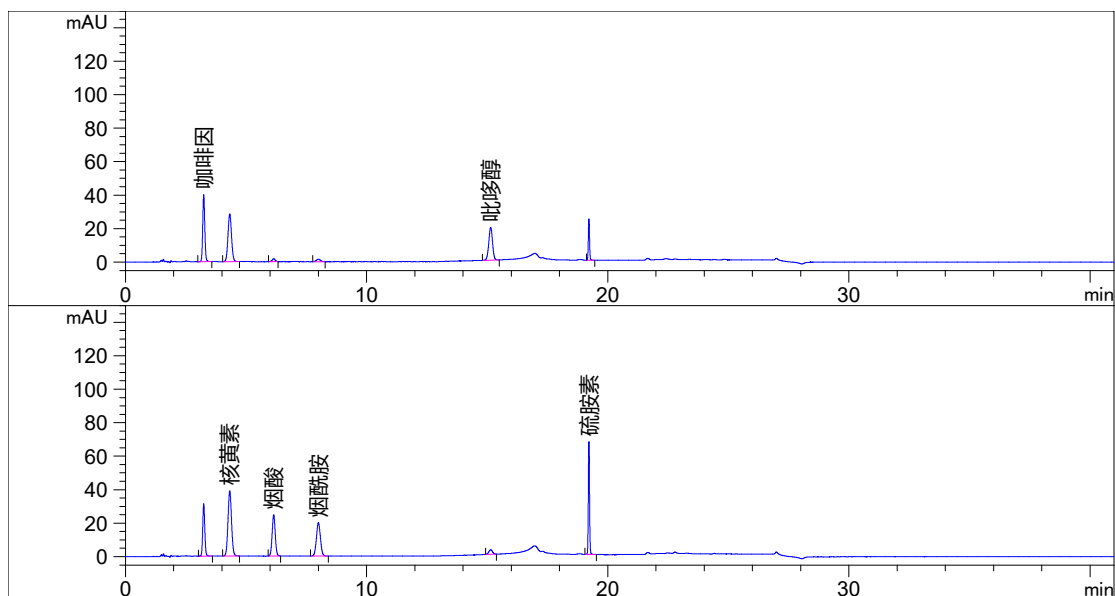


图 6 标准溶液的液相色谱图（咖啡因、核黄素、烟酸、烟酰胺、吡哆醇、磺胺素为 10 ug/mL）

色谱柱的选择:本方法中共考察了 6 根色谱柱（粒径 5.0 μm , 4.6 mm \times 150 mm）：Water XTERRA RP18 柱、微纯 MicroPulite XP RP18 Plus、月旭 Ultimate Polar-RPC18、月旭 Ultimate XB-C18、安捷伦 XDB C18、飞诺美 Fusion RP C18，结果发现 Water XTERRA RP18 柱、微纯 MicroPulite XP RP18 Plus、月旭 Ultimate Polar-RPC18 均能够对六种目标组分实现有效分离，其余色谱柱均存在流动相梯度峰干扰吡哆醇色谱峰这一现象。实验室间比对时，某实验室采用安捷伦 Poroshell 120Aq-C18 色谱柱（2.7 μm , 4.6 mm \times 100 mm）及安捷伦 Poroshell 120EC-C18 色谱柱（2.7 μm , 4.6 mm \times 100 mm），结果理想。

2. 检出限

本标准选择 4 种典型空白基质样品：片剂、软胶囊、凝胶糖果、液体，向空白基质样品中添加目标分析物，信噪比为 3 的添加浓度估算检出限；在此基础上，选取空白样品基质至少 20 个平行样，分别添加估算检出限浓度的目标分析物，当目标分析物的检出概率不低于

95%时，最终确定检出限：（1）固体或半固体试样：当取样量为 0.2 g 时，方法的检出限为：硫胺素 0.03 mg/g，核黄素 0.03 mg/g，吡哆醇 0.03 mg/g，烟酸 0.03 mg/g，烟酰胺 0.03 mg/g，咖啡因 0.03 mg/g；
（2）液体试样：当取样量为 1.0 mL 时，方法的检出限为：硫胺素 0.003 mg/mL，核黄素 0.003 mg/mL，吡哆醇 0.003 mg/mL，烟酸 0.003 mg/mL，烟酰胺 0.003 mg/mL，咖啡因 0.003 mg/mL。

3. 定量限

本标准选择 4 种典型空白基质样品：片剂、软胶囊、凝胶糖果、液体，向空白基质样品中添加目标分析物，信噪比为 10 的添加浓度估算定量限，并用该浓度水平独立检测至少 6 次，最终确定定量限（1）固体或半固体试样：当取样量为 0.2 g 时，方法的定量限为：硫胺素 0.1 mg/g，核黄素 0.1 mg/g，吡哆醇 0.1 mg/g，烟酸 0.1 mg/g，烟酰胺 0.1 mg/g，咖啡因 0.1 mg/g；（2）液体试样：当取样量为 1.0 mL 时，方法的定量限为：硫胺素 0.01 mg/mL，核黄素 0.01 mg/mL，吡哆醇 0.01 mg/mL，烟酸 0.01 mg/mL，烟酰胺 0.01 mg/mL，咖啡因 0.01 mg/mL。

4. 测定范围

以目标化合物峰面积 Y 与其浓度 X 绘制标准曲线，结果见表 3。

表 3 目标组分线性范围

咖啡因	浓度($\mu\text{g/mL}$)	0	1	2	5	10	20	50
	峰面积	0	23.93	48.36	120.00	240.03	481.80	1201.76
	线性方程	$Y=24.039590X+0.057849$						
	相关系数	1.0000						
核黄素	浓度($\mu\text{g/mL}$)	0	1	2	5	10	20	50
	峰面积	0	39.75	79.23	200.45	399.95	799.55	2012.33
	线性方程	$Y=40.242286X-1.438136$						
	相关系数	1.0000						
酸烟	浓度($\mu\text{g/mL}$)	0	1	2	5	10	20	50

	峰面积	0	21.06	44.66	107.87	217.58	437.29	1093.48
	线性方程	Y=21.876376X-0.453670						
	相关系数	1.0000						
烟酰胺	浓度($\mu\text{g/mL}$)	0	1	2	5	10	20	50
	峰面积	0	23.34	47.00	114.98	230.46	460.01	1156.41
	线性方程	Y=23.116753X-0.296549						
	相关系数	1.0000						
吡哆醇	浓度($\mu\text{g/mL}$)	0	1	2	5	10	20	50
	峰面积	0	21.37	42.13	104.48	211.25	420.26	1054.97
	线性方程	Y=21.095138X-0.272820						
	相关系数	1.0000						
硫胺素	浓度($\mu\text{g/mL}$)	0	1	2	5	10	20	50
	峰面积	0	22.15	45.68	115.28	230.77	465.40	1168.49
	线性方程	Y=23.385260X-1.44737						
	相关系数	1.0000						

5. 正确度

本方法实验室内的正确度与精密度实验,以片剂、凝胶糖果、软胶囊、液体类保健食品为典型空白基质样品,添加不同浓度的硫胺素、核黄素、吡哆醇、烟酸、烟酰胺、咖啡因,每个浓度进行6次平行,目标物的测定结果汇总于表4~表6。

由表4可知低浓度加标实验中,四种基质中咖啡因的加标回收率在98.3~104.6%,相对标准偏差RSD在1.7~3.2%;核黄素的加标回收率在95.0~98.8%,相对标准偏差RSD在1.5~2.2%;烟酸的加标回收率在102.6~108.2%,相对标准偏差RSD在0.6~4.5%;烟酰胺的加标回收率在99.6~107.1%,相对标准偏差RSD在1.9~4.9%;吡哆醇的加标回收率在101.7~107.0%,相对标准偏差RSD在1.5~3.1%;硫胺素的加标回收率在97.3~108.5%,相对标准偏差RSD在0.4~2.0%。

由表5可知中浓度加标实验中,四种基质中咖啡因的加标回收率

在 97.0~101.9 %，相对标准偏差 RSD 在 0.2~3.0 %；核黄素的加标回收率在 94.7~98.2 %，相对标准偏差 RSD 在 0.3~1.9 %；烟酸的加标回收率在 99.7~104.6 %，相对标准偏差 RSD 在 0.5~0.9 %；烟酰胺的加标回收率在 98.6~103.9 %，相对标准偏差 RSD 在 0.4~3.0 %；吡哆醇的加标回收率在 99.2~103.5 %，相对标准偏差 RSD 在 0.3~0.7 %；硫胺素的加标回收率在 99.0~102.7 %，相对标准偏差 RSD 在 0.2~1.1 %。

由表 6 可知高浓度加标实验中，四种基质中咖啡因的加标回收率在 98.0~102.2 %，相对标准偏差 RSD 在 0.3~0.7 %；核黄素的加标回收率在 97.4~102.9 %，相对标准偏差 RSD 在 0.2~1.6 %；烟酸的加标回收率在 99.0~104.6 %，相对标准偏差 RSD 在 0.3~0.5 %；烟酰胺的加标回收率在 97.4~101.8%，相对标准偏差 RSD 在 0.1~1.0 %；吡哆醇的加标回收率在 98.5~103.4 %，相对标准偏差 RSD 在 0.2~0.4 %；硫胺素的加标回收率在 98.2~103.2 %，相对标准偏差 RSD 在 0.2~0.4 %。

综上所述，本法对不同样品中六种目标组分的测定均有较好的准确度与精密度。

表 4 低浓度加标回收结果 (n=6)

基质类型	组分名称	回收率结果 (%)						平均回收率 (%)	RSD (%)
		1	2	3	4	5	6		
片剂	咖啡因	102.98	102.13	99.55	101.11	105.36	104.24	102.6	2.1
	核黄素	93.19	98.35	95.61	94.66	94.22	97.85	95.6	2.2
	烟酸	104.10	106.37	110.54	110.39	108.25	109.69	108.2	2.4
	烟酰胺	104.45	103.16	106.15	108.71	109.44	110.74	107.1	2.8
	吡哆醇	105.74	108.98	107.65	111.00	101.18	107.29	107.0	3.1
	硫胺素	105.34	110.94	110.48	108.43	109.30	106.78	108.5	2.0
液体	咖啡因	102.25	104.94	101.52	99.92	100.81	101.24	101.8	1.7

	核黄素	100.97	98.87	99.22	98.09	96.91	97.28	98.6	1.5
	烟酸	105.11	105.54	102.88	102.73	101.01	107.30	104.1	2.2
	烟酰胺	101.75	96.61	100.67	96.95	106.74	108.70	101.9	4.9
	吡哆醇	103.19	99.86	103.34	104.83	100.80	103.40	102.6	1.8
	硫胺素	105.34	100.81	101.18	99.92	100.52	100.76	101.4	1.9
软胶囊	咖啡因	104.14	96.25	96.47	98.20	95.66	99.28	98.3	3.2
	核黄素	96.42	92.99	95.11	93.38	96.82	95.11	95.0	1.6
	烟酸	94.73	109.06	103.95	101.95	103.39	102.81	102.6	4.5
	烟酰胺	100.29	103.03	104.75	103.62	98.62	100.71	101.8	2.3
	吡哆醇	103.35	102.10	105.52	104.39	101.51	104.90	103.6	1.5
	硫胺素	103.93	103.47	103.63	104.31	104.67	103.84	104.0	0.4
凝胶糖果	咖啡因	104.36	102.72	106.24	106.47	105.55	102.52	104.6	1.7
	核黄素	102.96	97.88	97.62	96.68	99.25	98.61	98.8	2.2
	烟酸	104.52	103.07	105.02	104.28	103.74	104.28	104.2	0.6
	烟酰胺	98.49	100.43	97.95	100.51	102.62	97.76	99.6	1.9
	吡哆醇	99.59	98.79	101.61	103.35	104.05	102.74	101.7	2.1
	硫胺素	96.20	98.29	96.49	97.92	97.81	96.82	97.3	0.9

表 5 中浓度加标回收结果 (n=6)

基质类型	组分名称	回收率结果 (%)						平均回收率 (%)	RSD (%)
		1	2	3	4	5	6		
片剂	咖啡因	99.93	97.85	96.93	96.77	96.75	96.87	97.5	1.3
	核黄素	98.64	98.29	98.30	97.78	97.76	98.26	98.2	0.3
	烟酸	102.87	104.45	104.95	104.26	104.41	104.80	104.3	0.7
	烟酰胺	102.09	104.09	104.69	103.78	104.01	104.62	103.9	0.9
	吡哆醇	101.77	103.33	103.48	102.98	103.47	103.50	103.1	0.7
	硫胺素	100.56	103.33	103.56	102.46	103.36	102.90	102.7	1.1
液体	咖啡因	101.08	101.32	101.24	100.91	100.70	100.89	101.0	0.2
	核黄素	97.95	94.14	93.97	93.81	93.37	95.23	94.7	1.8
	烟酸	101.33	103.11	102.54	102.25	103.10	103.35	102.6	0.7
	烟酰胺	96.14	101.44	100.45	104.79	100.13	103.40	101.1	3.0
	吡哆醇	100.96	101.42	101.86	101.71	102.23	101.65	101.6	0.4
	硫胺素	100.17	101.48	100.40	101.37	100.98	101.37	101.0	0.6
软胶囊	咖啡因	102.61	95.36	96.71	97.04	95.92	94.30	97.0	3.0
	核黄素	100.64	96.46	96.15	96.01	95.92	97.79	97.2	1.9
	烟酸	102.96	104.86	104.37	104.90	105.55	105.01	104.6	0.9
	烟酰胺	101.84	103.57	103.74	103.80	103.74	103.02	103.3	0.7
	吡哆醇	103.20	103.79	103.26	103.87	103.60	103.02	103.5	0.3
	硫胺素	100.84	102.36	102.65	102.35	102.42	102.11	102.1	0.6
凝胶糖果	咖啡因	100.88	102.05	101.99	102.26	102.11	102.07	101.9	0.5
	核黄素	100.11	98.02	97.77	97.78	97.91	97.69	98.2	1.0
	烟酸	99.88	99.16	99.15	100.15	99.64	100.21	99.7	0.5

烟酰胺	98.84	98.93	98.01	98.14	98.68	99.01	98.6	0.4
吡哆醇	99.51	99.03	99.76	98.93	99.26	98.74	99.2	0.4
硫胺素	98.91	99.10	99.18	98.91	99.09	98.70	99.0	0.2

表 6 高浓度加标回收结果 (n=6)

基质类型	组分名称	回收率结果 (%)						平均回收率 (%)	RSD (%)
		1	2	3	4	5	6		
片剂	咖啡因	101.18	101.86	102.04	101.90	101.90	102.01	101.8	0.3
	核黄素	102.08	102.82	103.08	103.11	103.12	103.18	102.9	0.4
	烟酸	101.17	101.99	102.22	101.96	102.09	102.03	101.9	0.4
	烟酰胺	100.70	101.78	101.88	102.08	102.04	102.27	101.8	0.5
	吡哆醇	101.37	101.95	102.26	102.28	102.32	102.25	102.1	0.4
	硫胺素	101.05	101.85	101.98	102.01	101.70	101.66	101.7	0.3
液体	咖啡因	98.52	99.96	99.97	99.90	100.08	100.13	99.8	0.6
	核黄素	99.32	99.98	99.71	99.88	99.95	99.87	99.8	0.2
	烟酸	98.32	99.27	98.32	99.19	99.35	99.48	99.0	0.5
	烟酰胺	95.58	98.00	97.66	97.84	97.70	97.94	97.5	1.0
	吡哆醇	98.30	98.77	98.55	98.89	98.92	98.83	98.7	0.2
	硫胺素	98.12	99.04	98.88	98.90	98.68	98.96	98.8	0.3
软胶囊	咖啡因	103.42	102.11	101.95	102.17	101.80	101.46	102.2	0.7
	核黄素	102.62	102.99	102.78	102.82	103.05	102.92	102.9	0.2
	烟酸	103.89	104.77	104.73	105.09	104.77	104.54	104.6	0.4
	烟酰胺	100.97	101.80	101.98	101.60	101.79	101.12	101.5	0.4
	吡哆醇	102.74	103.34	103.45	103.47	103.41	103.87	103.4	0.4
	硫胺素	102.74	103.67	103.57	103.19	103.55	102.66	103.2	0.4
凝胶糖果	咖啡因	99.06	98.33	97.60	97.75	97.50	97.51	98.0	0.6
	核黄素	100.49	97.12	96.88	96.73	96.51	96.43	97.4	1.6
	烟酸	98.45	99.09	99.16	99.19	99.34	99.25	99.1	0.3
	烟酰胺	97.35	97.50	97.44	97.36	97.39	97.46	97.4	0.1
	吡哆醇	98.22	98.44	98.72	98.81	98.54	98.43	98.5	0.2
	硫胺素	98.07	98.47	98.29	98.21	97.96	97.98	98.2	0.2

6. 标准储备液稳定性

为了考察标准溶液的稳定性,将储藏在 4℃-8℃冰箱中的硫胺素、核黄素、吡哆醇、烟酸、烟酰胺、咖啡因六种组分单标储备溶液分别于第 1 天,第 7 天,第 15 天,第 30 天,第 60 天,第 90 天配制成浓

度为 50 μ g/mL 混合对照溶液分别进样,记录目标组分的色谱峰面积,进行回归分析,|t| 的统计结果均小于 $t(0.05,5)=2.57$,说明 3 个月内单标储备溶液浓度变化无显著性差异,表明六种组分在 4°C-8°C 冰箱中可稳定储存三个月。标准储备液稳定性测试结果见表 7。

表 7 标准储备液稳定性结果

天数	咖啡因	核黄素	烟酸	烟酰胺	吡哆醇	硫胺素
1	1191.3	2072.4	1141.9	1164.7	1016.2	1107.9
7	1217.6	2134.3	1214.8	1215.3	1063.3	1151.1
15	1187.8	2078.3	1178.6	1157.9	1018.5	1106.5
30	1176.8	2067.0	1161.5	1137.1	1010.3	1112.6
45	1185.8	2069.9	1157.7	1162.3	1005.9	1116.3
60	1192.7	2076.6	1176.7	1175.1	1016.0	1119.7
90	1190.9	2057.9	1168.0	1158.8	1005.7	1118.1
平均值	1191.8	2079.5	1171.3	1167.3	1019.4	1118.9
RSD/%	1.05	1.21	1.95	2.06	1.96	1.35
t	0.61	1.42	0.26	0.62	1.4	0.23

7.再现性（实验间方法验证）

本方法经过杭州市疾病预防控制中心、江苏艾兰得营养品有限公司、上海市质量监督检验技术研究院、无锡市食品安全检验检测中心、浙江省食品药品检验研究院等单位,根据修订方法进行实验室间验证（包括检出限、定量限、测定范围、正确度和再现性）,测定结果符合要求,实际样品再现性比对结果见表 8。

表 8 实验室间比对结果

编号	指标	含量 (g/100g)					RSD(%)
		Lab1	Lab2	Lab3	Lab4	Lab5	
片剂	咖啡因	<0.03	<0.03	<0.03	<0.03	<0.03	/
	核黄素	0.458	0.459	0.448	0.486	0.480	3.45
	烟酸	<0.03	<0.03	<0.03	<0.03	<0.03	/
	烟酰胺	4.77	4.84	4.86	4.93	4.76	1.44
	吡哆醇	0.669	0.632	0.673	0.665	0.630	3.21

	硫胺素	0.536	0.492	0.477	0.504	0.449	6.55
软胶囊	咖啡因	<0.03	<0.03	<0.03	<0.03	<0.03	/
	核黄素	6.86	7.13	6.81	6.87	6.95	2.08
	烟酸	<0.03	<0.03	<0.003	<0.03	<0.03	/
	烟酰胺	34.3	30.3	33.6	32.7	32.5	4.62
	吡哆醇	7.01	7.16	7.36	7.05	7.48	2.20
	硫胺素	7.27	7.60	7.38	7.38	7.23	1.95
凝胶糖果	咖啡因	<0.03	<0.03	<0.03	<0.03	<0.03	/
	核黄素	0.0888	0.0964	0.0825	0.0780	0.0771	9.55
	烟酸	<0.03	<0.03	<0.03	<0.03	<0.03	/
	烟酰胺	0.959	0.922	0.908	0.935	0.870	3.60
	吡哆醇	0.142	0.131	0.135	0.137	0.131	3.41
	硫胺素	0.102	0.0916	0.0972	0.101	0.0870	4.81
液体样品	咖啡因	0.201	0.214	0.188	0.199	0.205	5.32
	核黄素	<0.003	<0.003	<0.003	<0.003	<0.003	/
	烟酸	0.0395	0.0430	0.0370	0.0393	0.0405	5.45
	烟酰胺	<0.003	<0.003	<0.003	<0.003	<0.003	/
	吡哆醇	0.00313	<0.003	<0.003	<0.003	<0.003	/
	硫胺素	<0.003	<0.003	<0.003	<0.003	<0.003	/