·调查报告与分析·

中国疾控系统乳制品中维生素 B_1、B_2 质控考核结果分析

孙丽翠[1], 杜玉萍[1], 张雪松[1], 高文超[2], 杨秋[1], 万丽葵[1]

【摘 要】**目的** 评价中国疾控系统实验室检测乳制品中维生素 B_1、B_2 的技术能力和水平，促进各参加实验室对该类测试项目检测能力的提高。**方法** 于 2017 年 6 — 11 月面向全国 35 家疾病预防控制中心检测实验室发放维生素 B_1、B_2 质控考核样品，要求维生素 B_1、B_2 参照国家标准中相关方法测定。**结果** 共收到 33 家实验室上报的结果，其中包括维生素 B_1 考核结果 32 项（低浓度组和高浓度组各 16 项），维生素 B_2 考核结果 33 项（低浓度组 16 项，高浓度组 17 项）。维生素 B_1 低浓度组检测结果的最大值为 0.747 mg/100 g，最小值为 0.507 mg/100 g，变异系数为 8.92 %；16 家参加实验室中，14 家结果为满意，满意率为 87.5 %；高浓度组检测结果的最大值为 0.968 mg/100 g，最小值为 0.550 mg/100 g，变异系数为 14.08 %；16 家参加实验室中，15 家结果为满意，满意率为 93.8 %。维生素 B_2 低浓度组检测结果的最大值为 1.190 mg/100 g，最小值为 0.853 mg/100 g，变异系数为 8.94 %；16 家参加实验室中，15 家结果为满意，满意率为 93.8 %；高浓度组检测结果的最大值为 1.400 mg/100 g，最小值为 0.686 mg/100 g，变异系数为 15.53 %；17 家参加实验室中，13 家结果为满意，满意率为 76.5 %。**结论** 维生素 B_1、B_2 考核结果总体满意率较高，但部分实验室的检测能力有待进一步提升。

【关键词】维生素 B_1；维生素 B_2；质控考核；高效液相色谱法；疾控系统

中图分类号:R 151.4 **文献标志码:**A **文章编号:**1001-0580(2018)11-1552-04 **DOI:**10.11847/zgggws1117949

Quality control assessment on detections of vitamin B_1 and B_2 in dairy products for laboratories in disease prevention and control institutions in China

SUN Li-cui*, DU Yu-ping, ZHANG Xue-song, et al (*_Department of Quality Control, National Institute for Nutrition and Health, Chinese Center for Disease Control and Prevention, Beijing_ 100050, China)

【**Abstract**】 **Objective** To evaluate the ability for the detection of vitamin B_1 and vitamin B_2 in dairy products in laboratories of disease prevention and control institutions across China for improving the laboratories′ ability for such detections. **Methods** Assessment samples for vitamin B_1 and vitamin B_2 detection were distributed to 35 laboratories of disease prevention and control institutions at province or municipality level between June and November, 2017. Then the laboratories were required to detect vitamin B_1 and vitamin B_2 of the samples with national standard method described in GB 5009 series. **Results** Of the laboratories involved in the study, 32 reported results of vitamin B_1 detection (16 for low concentration samples and 16 for high concentration samples) and 33 reported those of vitamin B_2 detection (16 for low and 17 for high concentration samples). For low concentration vitamin B_1 sample detections, the reported maximum and minimum concentration are 0.747 mg/100 g and 0.507 mg/100 g; the variation coefficient is 8.92%; and 87.5% (14) of the laboratories reported satisfactory results. For high concentration vitamin B_1 sample detections, the reported maximum and minimum concentration are 0.968 mg/100g and 0.550 mg/100 g; the variation coefficient is 14.08%; and 93.8% (15) of laboratories reported satisfactory results. For low concentration vitamin B_2 detections, the reported maximum and minimum concentration are 1.19 mg/100 g and 0.853 mg/100 g; the variation coefficient is 8.94%; and 93.8% (15) of the laboratories reported satisfactory results. For high concentration vitamin B_2 detections, the reported maximum and minimum concentration are 1.40 mg/100 g and 0.686 mg/100 g; the variation coefficient is 15.53%; and 76.5% (13) of the laboratories reported satisfactory results. **Conclusion** The results are generally satisfactory for the quality assessment on detections of vitamin B_1 and B_2 in dairy products for laboratories in disease prevention and control institutions at different administrative levels in China and the detection ability for some of the laboratories needs to be improved.

【**Key words**】 vitamin B_1; vitamin B_2; quality control assessment; high pressure liquid chromatography; disease prevention and control institutions

2010 — 2013 年中国居民营养与健康状况监测数据显示，在城市居民中，维生素 A、硫胺素、核黄素、钙、锌等微量营养素摄入不足，85 % 的人存在硫胺素（维生素 B_1）和核黄素（维生素 B_2）摄入不足的风险[1]。维生素 B_1 缺乏可引起多种神经炎症，如脚气病；维生素 B_2 缺乏常发生口角溃疡、舌炎、唇炎等疾病[2]。这一方面要求广大城市居民改善饮食结构，另一方面要求疾控系统的营养工作者加强维

作者单位:1. 中国疾病预防控制中心营养与健康所质量管理处，北京 100050；2. 中国食品药品检定研究院食品检定所理化检测室
作者简介:孙丽翠（1975 – ），女，山东烟台人，博士，副研究员，研究方向：营养与食品卫生学。
通信作者:万丽葵，E-mail：wanlk@ninh.chinacdc.cn
数字出版日期: 2018 - 05 - 21 11:01
数字出版地址: http://kns.cnki.net/kcms/detail/21.1234.R.20180521.1057.032.html

生素 B_1、B_2 的实验室检测工作。为全面了解全国疾控系统营养领域实验室的检验水平，促进全国疾控系统网络实验室的建设，受中国疾病预防控制中心委托，营养与健康所于 2017 年 6 — 11 月组织全国 31 个省市的 35 家疾病预防控制中心进行乳制品中维生素 B_1、B_2 的质量控制考核（简称质控考核），并对考核结果进行分析与评价，旨在正确认识各省级和市级疾病预防控制中心的维生素检验能力，有的放矢地提高实验室检验能力和水平[3－4]，促进营养工作的长足发展，增进人民健康。

1 对象与方法

1.1 对象　本次计划考核对象是全国 31 个省市的 35 家省市级疾病预防控制中心，共向 35 家检测实验室发放样品，收到 33 家实验室上报的结果，2 家实验室因自身原因退出，并提交了说明材料。1 家单位只参加维生素 B_2 项目的考核。

1.2 实验样品　本次能力验证计划向每个参加单位发放 1 个粉末状样品，每个样品约 40 g，采用棕色玻璃瓶封装，外包真空铝塑膜。各参加实验室代码为系统随机给出。代码为 103～381 实验室（17 家）发放低浓度（批号为 0031B）样品，代码为 408～988 实验室（18 家）发放高浓度（批号为 0031C）样品。每瓶样品中均含有待测组分维生素 B_1、维生素 B_2。样品发放前进行均匀性和稳定性检验。检验结果表明样品符合要求。因此，本次计划中出现的离群值不应该由样品差异所致。

1.3 方法与结果评价（表 1）　本次能力验证计划要求实验室按照日常检测程序进行检测。维生素 B_1 参照《GB 5009.84－2016 食品中维生素 B_1 的测定》第一法高效液相色谱法[5]，维生素 B_2 参照《GB 5009.85－2016 食品中维生素 B_2 的测定》第一法高效液相色谱法[6]。根据 GB/T 28043－2011 给出的参照值法，对照有证参考物质（certified reference material, CRM）的有证参照值来校准得到本次能力验证样品的指定值[7]。计算测得结果与指定值的相对偏差：$dr = \frac{x - X}{X} \times 100\%$。式中，dr 为参加者测定结果与指定值的相对偏差；x 为参加者的测定结果；X 为指定值。根据 GB/T 27404－2008 规定的测定值与真值的偏差指导范围对结果进行评价。dr 在允许的偏差范围内（表 1）的为满意结果，否则为不满意结果。

表 1 dr 的允许偏差范围

样品分组	指定值（mg/100 g）	相对偏差范围（%）
维生素B_1低	0.643	−20～＋10
维生素B_1高	0.680	−20～＋10
维生素B_2低	1.050	−15～＋15
维生素B_2高	1.280	−15～＋15

2 结　果

2.1 参加实验室地域分布情况　上报考核结果的 33 个实验室分别分布于北京、广东、山东、黑龙江、内蒙古和新疆等在内的 27 个省（自治区）、直辖市。除黑龙江省有 4 个实验室，广东、湖北和江苏各有 2 个实验室参加考核外，其他省市各有 1 个实验室参加本次质控考核。33 个参加单位中，共有 30 家为省级疾病预防控制中心，占参加者数量的 90.9 %，另外 3 家为地市级疾病预防控制中心。

2.2 维生素 B_1 和 B_2 检测结果汇总（表 2）　本次质控考核共收到 33 家实验室反馈的结果。33 家实验室反馈的维生素 B_1、B_2 含量检测结果统计汇总见表 2。

表 2 维生素 B_1 和 B_2 检测结果统计量汇总表

样品分组	样品数	指定值M（mg/100 g）	变异系数CV（%）	最大值（mg/100 g）	最小值（mg/100 g）	极差（mg/100 g）
维生素B_1低	16	0.643	8.92	0.747	0.507	0.240
维生素B_1高	16	0.680	14.08	0.968	0.550	0.418
维生素B_2低	16	1.050	8.94	1.190	0.853	0.337
维生素B_2高	17	1.280	15.53	1.400	0.686	0.714

2.3 检测结果总体情况满意度　从上报结果统计情况来看，维生素 B_1 低浓度组 16 家参加实验室中，14 家结果为满意，满意率为 87.5 %，2 家结果为不满意；高浓度组 16 家参加实验室中，15 家结果为满意，满意率为 93.8 %，1 家结果为不满意。维生素 B_2 低浓度组 16 家参加实验室中，15 家结果为满意，满意率为 93.8 %，1 家结果为不满意；高浓度组 17 家参加实验室中，13 家结果为满意，满意率为 76.5 %，4 家结果为不满意。

2.4 各参加实验室检测结果评价（图 1、2）　根据各实验室上报的维生素 B_1、B_2 测定结果，计算各反馈结果实验室的测得结果与指定值的相对偏差 dr，并对结果进行评价。为了清晰表示参加计划的结果，将 dr 值按大小顺序排列作柱状图，每一个柱条标有该实验室代码。从该柱状图上，每一家参加实验室很容易将其结果与其他参加实验室进行

比较，了解其结果在本次计划中所处的水平。将计入统计的实验室结果 Z 值按从小到大排列，形成柱状图，见图 1、2。从柱状图上看，维生素 B_1 和维生素 B_2 高浓度样品组的相对偏差偏低的较多。

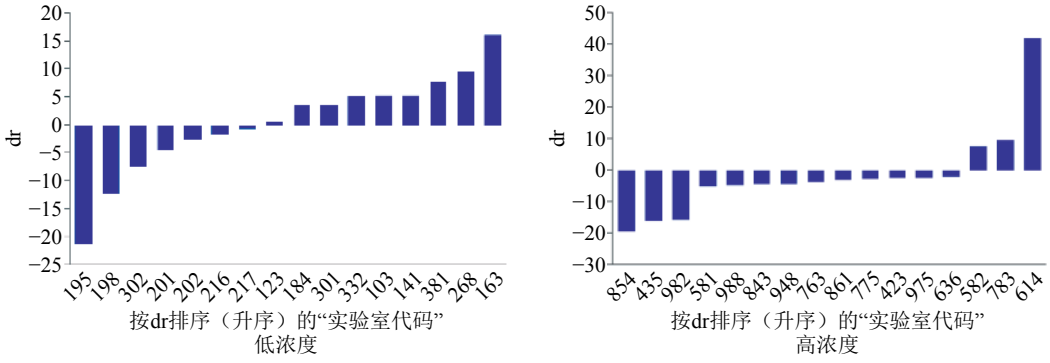


图 1 维生素 B_1 结果 dr 值分布柱状图

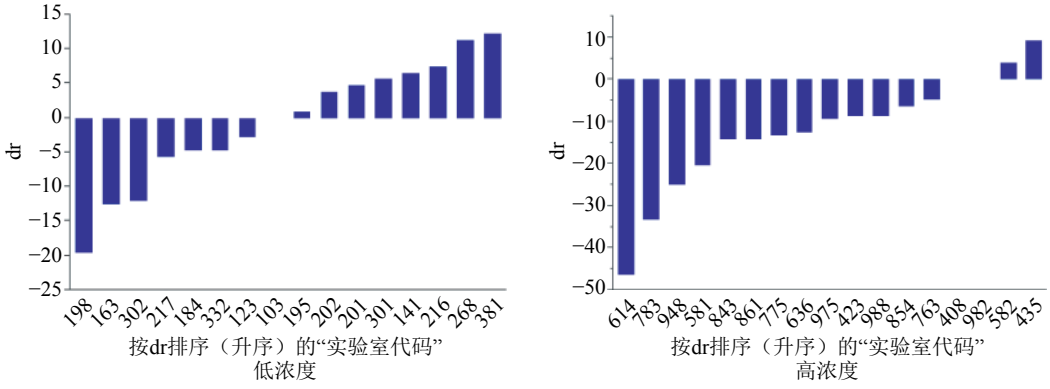


图 2 维生素 B_2 结果 dr 值分布柱状图

3 讨 论

质控考核是实验室间比对的常见方式之一，是目前评价实验室检测能力的重要措施，是促进检验机构检测能力持续提高的有效方法之一，是计量认证或实验室认可现场评审的重要补充形式。在食品安全和营养相关领域，Sylvia 等[8] 曾对复杂基质中蓖麻毒素的检测、鉴定和定量分析进行国际间不同实验室的质控考核与能力验证。国内不同省市包括疾控系统在内的一些机构也组织过盐碘、水碘和尿碘测定[9－10]、酱油和饮料中常见防腐剂和甜味剂含量测定[11]、生活饮用水中溶解性总固体检测[12]、日本血吸虫血清学检测[13] 等实验室间比对。但在全国范围内组织疾控系统营养领域实验室进行大规模的维生素 B_1、B_2 质控考核在国内尚属首次。

从本次质控考核的结果来看，各承检实验室结果一致性较高，整体实力相差不大。在提交考核结果的 33 家实验室中，有 30 家使用了高效液相色谱方法；1 家单位因为条件受限，使用荧光方法测定；1 家单位使用超高效液相色谱仪测定。在本次考核中我们也发现一些问题：一是本次能力验证提供的样品基质为乳粉，前处理提取不完全导致结果不准确。在此次考核中，部分实验室因为称样量偏大，出现影响定容体积、样品溶解不充分等情况。水解时间、水解温度不达标，酶解过程不充分等均能导致结合的维生素 B_1、B_2 不完全释放。有些品牌的淀粉酶、木瓜蛋白酶有较大本底，因此建议在实验中加做空白样品，以扣除本底影响。二是维生素 B_1、B_2 测定还需要准确调节水解液的 pH 值，pH 偏高或者偏低均不能出现悬浊液，加酶后酶解不充分影响最后的测定值。某些实验室在原始记录中没有记录调节最终 pH 值，难以进行溯源性核查和原因分析。三是维生素 B_1、B_2 测定过程需要全程避光，光照会影响测定结果。样品处理好后应立即上机测定，久置会降低测定结果。四是关于随行质控样品的使用问题。编号为 202、216、268 等 7 家单位在样品测定的同时均做了随行的质控样品，结果均为满意。因此随行测定质控样品对于实验室的自身质量控制具有重要的意义。另外，在本次考核中，还有一些实验室结果处于不满意区间，但从原始记录上未发现问题。建议有关实验室认真追溯实验过程，找出影响测试结果的真正原因。

此次质控考核暴露出了部分疾控系统营养领域检测能力的不足，提示我们需要加强营养检测方面人员的培训和仪器设备的优化配置，揭示了开展营养领域质控考核的必要性。以后我们将通过定期开展质控能力考核和实验室间比对发现营养领域检测当中存在的问题，寻找实验室间检测能力的差距，及时整改完善，提高检测水平。同时通过质控考核满足计量认证和国家实验室认可的特定要求，促进实验室质量管理体系的进一步完善[14 – 15]。

参考文献

[1] 常继乐，王宇. 中国居民营养与健康状况监测 2010 年 — 2013 年综合报告 [M]. 北京：北京大学医学出版社，2016: 36 – 39.

[2] 张小云. 维生素缺乏对儿童健康的影响 [J]. 大家健康，2014, 8(6): 29.

[3] 李晨. 植物粉末中铅、锰、锌测定的质控考核结果分析 [J]. 中国卫生标准管理，2014, 5(3): 98 – 100.

[4] 张双凤. 植物干粉中铅测定的实验室间比对结果分析 [J]. 中国卫生检验杂志，2008, 18(12): 2761 – 2762.

[5] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会.GB 5009.84 – 2016 食品中维生素 B_1 的测定 [S]. 北京：中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会，2016.

[6] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会，国家食品药品监督管理总局.GB 5009.85 – 2016 食品中维生素 B2 的测定 [S]. 北京：中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会和国家食品药品监督管理总局，2016.

[7] 王丽玲. 能力验证、实验室间比对常用统计技术及评定方法 [J]. 中国卫生检验杂志，2006, 16(8): 985 – 986.

[8] Sylvia W, Martin S, Jennifer B, et al. An international proficiency test to detect, identify and quantify ricin in complex matrices[J]. Toxins, 2015, 7(12): 4987 – 5010.

[9] 王欣，张良，袭婕，等. 2016 年山东省碘缺乏病实验室外质控考核结果分析 [J]. 中华地方病学杂志，2017, 36(9): 688 – 691.

[10] 李业鹏，杨大进，方从容，等. 2004 年中国省级疾控中心食品检验质控考核结果与分析 —— 酱油和饮料中常见防腐剂和甜味剂含量测定 [J]. 中国食品卫生杂志，2006, 18(4): 331 – 333.

[11] 刘礼平，杨通，钟文，等. 广东省碘缺乏病实验室外质控考核结果分析 [J]. 中国公共卫生，2012, 28(12): 1668 – 1669.

[12] 杨姣兰，曹宁涛，李诗瑶，等. 我国省级疾病预防控制中心生活饮用水中溶解性总固体检测能力实验室间比对结果评价 [J]. 卫生研究，2014, 43(5): 842 – 844.

[13] 罗伟，王芳，周学文. 湖北省 2009 — 2015 年日本血吸虫血清学检测室间能力验证结果分析 [J]. 中国公共卫生，2017, 33(5): 764 – 767.

[14] 戴妙妙，马红青，王婷，等. 浅析实验室能力建设中的能力验证提供者认可 [J]. 标准科学，2017(1): 53 – 55.

[15] 冯育芳，邢进，付瑞，等. 实验动物金黄色葡萄球菌的实验室检测能力验证结果评价 [J]. 中国实验动物学报，2016, 24(2): 195 – 198.

收稿日期：2017 - 12 - 11　（郑新编校）