



# 中华人民共和国食品安全国家标准

GB ××××—××××  
代替GB/T 5413.13—1997

## 婴幼儿食品和乳品中维生素B<sub>6</sub>的测定

Determination of vitamin B<sub>6</sub> in foods for infants and young children,

raw milk and dairy products

(征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国卫生部 发布

## 前 言

本标准代替GB 5413.13-1997《婴幼儿配方食品和乳粉 维生素B<sub>6</sub>的测定》。

本标准与GB 5413.13-1997相比，主要变化如下：

——完善了维生素B<sub>6</sub>含量的计算。

本标准附录A为资料性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 5413-1985、GB 5413.13-1997。

# 婴幼儿食品和乳品中维生素B<sub>6</sub>的测定

## 1 范围

本标准规定了婴幼儿食品和乳品中维生素 B<sub>6</sub> 的测定方法。

本标准适用于婴幼儿食品和乳品中维生素 B<sub>6</sub> 的测定。

本标准的检出限为：吡哆醇 15μg/kg、吡哆醛 13μg/kg、吡哆胺 16μg/kg。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

## 3 原理

试样经热水萃取等前处理后，经C<sub>18</sub> 色谱柱分离，荧光检测器检测，外标法定量维生素 B<sub>6</sub>（吡哆醇、吡哆醛、吡哆胺）的含量。

## 4 试剂和材料

除非另有规定，本方法所用试剂均使用为分析纯或以上规格，水为 GB/T 6682 规定的三级水。

4.1 淀粉酶：酶活力≥1.5U/mg。

4.2 辛烷磺酸钠：优级纯。

4.3 冰乙酸：优级纯。

4.4 无水甲醇：色谱纯。

4.5 三乙胺：色谱纯。

4.6 盐酸溶液：c(HCl) 为 5.0mol/L, 0.1mol/L。

4.7 氢氧化钠溶液：c(NaOH) 为 5.0mol/L, 0.1mol/L。

4.8 标准溶液

4.8.1 维生素 B<sub>6</sub>（吡哆醇、吡哆醛、吡哆胺）标准贮备液，浓度为 1mg/mL。

精确称取 0.0500g 维生素 B<sub>6</sub> 标准品于 50mL 容量瓶中，用水溶解定容。

4.8.2 维生素 B<sub>6</sub>（吡哆醇、吡哆醛、吡哆胺）标准中间液，浓度为 20μg/mL。

取标准贮备液（4.8.1）1mL加水定容50mL。

4.8.3 维生素 B<sub>6</sub>（吡哆醇、吡哆醛、吡哆胺）标准工作液，浓度为 0.4μg/mL。

取标准中间液（4.8.2）1mL加水定容50mL。

## 5 仪器和设备

5.1 超声波振荡器。

5.2 高效液相色谱仪：带荧光检测器。

5.3 分析天平：感应量 0.1 mg。

5.4 酸度计。

## 6 分析步骤

### 6.1 试样预处理

#### 6.1.1 含淀粉的试样

称取固体试样约 5.0g，液体试样 20g（精确到 0.1mg）混合均匀的试样，放入 150mL 锥形瓶中，加入 0.5g 淀粉酶（4.1），固体试样加入 25mL 45~50℃ 的蒸馏水，混合均匀后，用

氮气排除瓶内空气，盖上瓶塞，置 45℃烘箱内 30min，取出冷却至室温。

#### 6.1.2 不含淀粉的试样

称取固体试样约 5.0g，液体试样 20g（精确到 0.1mg）混合均匀的试样，放入 150mL 锥形瓶中，固体试样加入 25mL60℃的蒸馏水，振摇，静置 5~10min，充分溶解，并冷却至室温。

#### 6.2 测定液的制备

6.2.1 用盐酸溶液（4.6）慢慢调节试样溶液的 pH 值至 1.70，放置约 1min，再用氢氧化钠溶液（4.7）调节试样溶液的 pH 值至 4.50。

6.2.2 将试样溶液转移至 50mL 容量瓶中，用蒸馏水反得冲洗锥形瓶，洗液合并于 50mL 容量瓶中，并用水定容至 50mL。

6.2.3 把上述容量瓶放入超声波水浴（5.1）中，振荡 10min。

6.2.4 另取 50mL 容量瓶，上面放入三角漏斗和滤纸，把试样溶液倒入其中，自然过滤。滤液再经 0.45 μm 微孔滤膜加压过滤，用试管收集，即为试样待测液。

#### 6.3 参考色谱条件

流动相：体积分数为 5.0% 的甲醇（4.4）、0.20g/100mL 辛烷磺酸钠（4.2）、体积分数为 0.25% 的三乙胺（4.5）水溶液，用乙酸（4.3）调 pH=3.00，再经 0.45 μm 微孔滤膜加压过滤。

色谱柱：C<sub>18</sub>柱 150×4.6 mm，5μm，或同等性能的色谱柱。

荧光检测器：激发波长：293nm，发射波长：395nm。

进样量：10uL。

流速：1.00 mL/min。

#### 6.4 定量分析（外标法）

注射一定量的标准工作液（4.8.3）进入色谱仪，得到组分 i 的峰面积（或峰高）A<sub>i</sub>；注射等体积的试样待测液（6.2.4）进入色谱仪，得到组分 i 的峰面积高（或峰高）B<sub>i</sub>。

### 7 结果计算和表示

试样中维生素B<sub>6</sub>的含量，以质量分数微克每百克(ug/100g)表示，按式（1）计算：

$$X = X_{\text{醇}} + X_{\text{醛}} \times 1.012 + X_{\text{胺}} \times 1.006 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X——试样中维生素B<sub>6</sub>含量，单位为微克每百克(ug/100g)；

X<sub>醇</sub>——试样中吡哆醇含量，单位为微克每百克(ug/100g)；

X<sub>醛</sub>——试样中吡哆醛含量，单位为微克每百克(ug/100g)；

X<sub>胺</sub>——试样试样中吡哆胺含量，单位为微克每百克(ug/100g)；

1.012——吡哆醛的含量换算成吡哆醇的系数；

1.006——吡哆胺的含量换算成吡哆醇的系数。

注：试样中维生素B<sub>6</sub>含量以吡哆醇计。

其中试样中各组分含量，以质量分数微克每百克(ug/100g)表示，按式（2）计算：

$$X_i = \frac{c_{si} \times B_i \times V \times 100}{m \times A_i \times 1000} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

X<sub>i</sub>——试样中组分的含量，单位为微克每百克(ug/100g)；

B<sub>i</sub>——由6.4所得的试样待测液中组分的峰面积或峰高；

A<sub>i</sub>——由6.4所得的标准工作液中组分的峰面积或峰高；

C<sub>si</sub>——标准工作液中组分的质量浓度，单位为微克每毫升(ug/mL)；

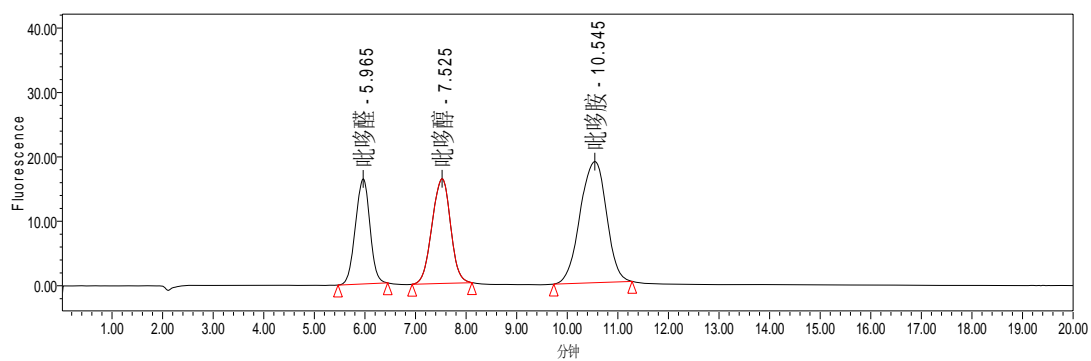
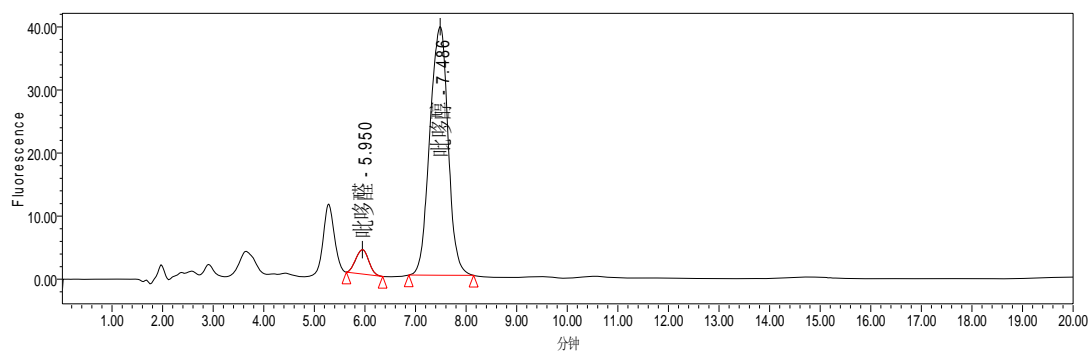
m——试样的质量，单位为克(g)；

V——试样溶液的体积，单位为毫升(mL)。

计算结果以二次独立测定结果的算术平均平均值表示结果保留到小数一位。

## 8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

附录 A  
(资料性附录)图 1 维生素 B<sub>6</sub> 标准色谱图图 2 试样中维生素B<sub>6</sub>测定色谱图