

# 《食品安全国家标准 食品维生素 B<sub>6</sub>的测定》（征求意见稿）

## 简要编制说明

### 一、标准起草基本情况

本标准于 2017 年立项（项目编号 spaq-2017-063），项目承担单位为浙江清华长三角研究院和河北省食品检验研究院。2017 年 11 月 6 日正式启动，2017 年 11 月 10 日召开食品安全国家标准项目启动会，2017 年 11 月 11 日至 2018 年 12 月 30 日，完成新方法开发、方法学验证及样品检测，并邀请 5 家专业机构对新增方法进行了实验室间验证，形成标准草案。2019 年 2 月至 2019 年 5 月，进行行业内征求意见，期间未收到重大分歧意见，2019 年 6 月形成《食品安全国家标准 食品中的维生素 B<sub>6</sub>的测定》草稿。2020 年 6 月 29 日，第四法微生物法经第二届食品安全国家标准审评委员会微生物检验方法与规程专业委员会第三次会议审查通过。2021 年 3 月 30 日，理化方法经第二届食品安全国家标准审评委员会理化检验方法与规程专业委员会第六次会议审查通过。

### 二、标准的主要技术内容

本标准规定了食品中维生素 B<sub>6</sub>的测定方法。第一法液相色谱-串联质谱法、第二法为液相色谱-质谱法为新增方法，针对维生素 B<sub>6</sub>的存在形式，分别优化了前处理条件、液相色谱条件及质谱条件等参数。第三法液相色谱法适用于食品中游离的 VB<sub>6</sub> 测定，优化了液相色谱条件，完善了标准文本。第四法微生物法，适用于食品中总维生素 B<sub>6</sub>的测定，增加了微孔板培养法，并对文本的语言表述做了规范。

第一法液相色谱-串联质谱法适用于食品中维生素 B<sub>6</sub>（吡哆胺、吡哆醛和吡哆醇）的测定；当固体试样称样量为 1.00 g 时，方法的检出限为：吡哆醇 0.03 mg/kg，吡哆醛 0.03 mg/kg，吡哆胺 0.03 mg/kg；定量限为：吡哆醇 0.10 mg/kg，吡哆醛 0.10 mg/kg，吡哆胺 0.10 mg/kg。液体试样：当液体试样称样量为 5.00 g 时，方法的检出限：吡哆醇 0.01 mg/kg，吡哆醛 0.01 mg/kg，吡哆胺 0.01 mg/kg；定量限为：吡哆醇 0.02 mg/kg，吡哆醛 0.02 mg/kg，吡哆胺 0.02 mg/kg。当维生素 B<sub>6</sub>（吡哆胺、吡哆醛和吡哆醇）的浓度在 0.100 ng/mL~20.0 ng/mL 范围内时，线性良好，平均加标回收率为 81.48 %~110.46 %，相对标准偏差为 1.00 %~8.36 %。

第二法液相色谱-质谱法适用于添加维生素 B<sub>6</sub>（吡哆胺、吡哆醛和吡哆醇）作为营养强化剂的调制乳粉、特殊膳食用食品、即食谷物、焙烤食品和饮料中的维生素 B<sub>6</sub>（吡哆胺、吡哆醛和吡哆醇）的测定：当试样称样量为 5.00 g 时，方法的检出限为：吡哆醇 0.15 mg/kg，吡哆醛 0.15 mg/kg，吡哆胺 0.15 mg/kg；定量限为：吡哆醇 0.40 mg/kg，吡哆醛 0.40 mg/kg，

吡哆胺 0.40 mg/kg。当维生素 B<sub>6</sub>(吡哆胺、吡哆醛和吡哆醇)的浓度在 10.0 ng/mL~250 ng/mL 范围内时, 线性良好, 平均加标回收率为 90.11 %~104.24 %, 相对标准偏差为 0.87 %~11.88 %。

第三法高效液相色谱-荧光检测法适用于添加维生素 B<sub>6</sub>(吡哆胺、吡哆醛和吡哆醇)作为营养强化剂的调制乳粉、特殊膳食用食品(特殊医学用途食品除外)、即食谷物、焙烤食品和饮料中的维生素 B<sub>6</sub>(吡哆胺、吡哆醛和吡哆醇)的测定: 当试样称样量为 5.00 g 时, 方法检出限为: 吡哆醇 0.15 mg/kg, 吡哆醛 0.15 mg/kg, 吡哆胺 0.15 mg/kg; 方法定量限为: 吡哆醇 0.40 mg/kg, 吡哆醛 0.40 mg/kg, 吡哆胺 0.40 mg/kg。当维生素 B<sub>6</sub>(吡哆胺、吡哆醛和吡哆醇)的浓度在 0.04 μg/mL~1.00 μg/mL 范围内时, 线性良好, 平均加标回收率为 89.21 %~109.64 %, 相对标准偏差为 4.29 %~9.78 %。

第四法微生物法适用于食品中维生素 B<sub>6</sub>的测定。当称量为 1.00 g 时, 方法定量限为 0.02 mg/kg。当维生素 B<sub>6</sub>(吡哆胺、吡哆醛和吡哆醇)的浓度在 0 ~16 ng 范围内时, 线性良好。

实验室间方法验证结果显示, 方法灵敏度高、准确性好、精密度高, 可满足日常检测的要求。

### 三、国内外相关法规标准情况

我国标准 GB 14880-2012《食品安全国家标准 食品营养强化剂使用标准》的附录 B 允许使用的营养强化剂化合物来源名单中规定了维生素 B<sub>6</sub>的化合物来源为盐酸吡哆醇、5'-磷酸吡哆醛; 表 A.1 中规定, 调制乳粉中使用量为 1 mg/kg~22 mg/kg, 即食谷物, 包括碾轧燕麦(片)10 mg/kg~25 mg/kg, 烘焙食品 2 mg/kg~15 mg/kg, 饮料类 0.4 mg/kg~22 mg/kg;

GB 10765-2021《食品安全国家标准 婴幼儿配方食品》、GB 10766-2021《食品安全国家标准 较大婴儿配方食品》、GB 10767-2021《食品安全国家标准 幼儿配方食品》和 GB 25596-2010《食品安全国家标准 特殊医学用途婴儿配方食品通则》中, 维生素 B<sub>6</sub>指标为 8.5 μg/100kJ~45.0 μg/100kJ。国际食品法典 Codex Stan 72-1981《Standard For Infant Formula And Formulas For Special Medical Purposes Intended For Infants》(2015 修订版)中规定了婴儿配方食品和特殊医学用途婴儿配方食品中维生素 B<sub>6</sub>最低值为 8.5μg /100 kJ。

本标准增加的第一法-液相色谱-串联质谱法与AOAC 2015.14及ISO/CD 21470的方法等效。本方法目标是食品中三种VB<sub>6</sub>的检测, 比原标准拓宽了检测范围。增加的第二法液相色谱-质谱法, 可排除第三法液相色谱法可能发生的杂质干扰准确定量吡哆醛的问题。第三法高效液相色谱-荧光检测法与EN 14164-2014、EN 14663-2005检测方法基本等效, 前处理过

程略有不同。第四法 微生物法与AOAC 961.15、EN 14166-2009等效，利用微生物生长对VB<sub>6</sub>依赖性对目标物进行半定量测定。涉及到的国内外相关标准情况如表1 所示。

表1 国内外相关检测方法标准

序号	来源国家或组织	标准号	标准名称	分析方法	检测范围	与本标准的关系
1	中国	SNT0549-1996	出口蜂王浆及干粉中维生素 B <sub>6</sub> 检验方法	高效液相色谱法	蜂王浆及干粉	标准整合
2	ISO	ISO/CD 21470	LC-MS/MS 法测定维生素 B <sub>1</sub> 、B <sub>2</sub> 、B <sub>3</sub> 和 B <sub>6</sub> 含量	LC-MS/MS	婴幼儿配方奶粉及成人营养品	部分等效
3	AOAC	AOAC 2015.14 (First Action 2015) <sup>[1]</sup>	婴儿配方奶粉与相关营养品中总的维生素 B <sub>1</sub> 、B <sub>2</sub> 、B <sub>6</sub> 酶解与 LC-MS/MS	LC-MS/MS	婴儿配方奶粉及相关营养品	部分等效
4	AOAC	AOAC 985.32 (Final Action 1988) <sup>[2]</sup>	即食婴幼儿配方奶粉中的维生素 B <sub>6</sub> (吡哆醇, 吡哆醛, 吡哆胺)	微生物法	婴幼儿配方奶粉	部分等效
5	AOAC	AOAC 961.15 (Final Action 1975) <sup>[3]</sup>	食物提取物中的维生素 B <sub>6</sub> (吡哆醇, 吡哆醛, 吡哆胺)	微生物法	所有食品	部分等效
6	EN	EN 14164-2014 <sup>[4]</sup>	测定食物中的维生素 B <sub>6</sub> (不包括其糖基化的形式)	HPLC	所有食品	部分等效
7	EN	EN 14166-2009 <sup>[5]</sup>	测定食物中的维生素 B <sub>6</sub>	微生物法	所有食品	部分等效
8	EN	EN 14663-2005 <sup>[6]</sup>	测定食物中的维生素 B <sub>6</sub> (包括其糖基化的形式)	HPLC	所有食品	部分等效

#### 四、其他需要说明的事项

无