

中华人民共和国国家标准

GB 14753—2010

食品安全国家标准
食品添加剂 维生素 B₆（盐酸吡哆醇）

2010-12-21 发布

2011-02-21 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

本标准代替 GB 14753—1993《食品添加剂 维生素 B₆》。

本标准与 GB 14753—1993 相比，主要变化如下：

——增加了红外光谱鉴别；

——维生素 B₆ 指标由 $\geq 98.0\%$ 修改为 $98.0\% \sim 100.5\%$ ；

——修改了重金属含量测定方法，指标由 $\leq 0.003\%$ 修改为 $\leq 10\text{mg/kg}$ ；

——增加了砷指标及测定方法。

本标准的附录 A 和附录 B 为规范性附录。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 14753—1993

食品安全国家标准

食品添加剂 维生素 B₆（盐酸吡哆醇）

1 范围

本标准适用于化学合成法制得的食品添加剂维生素 B₆。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

3 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

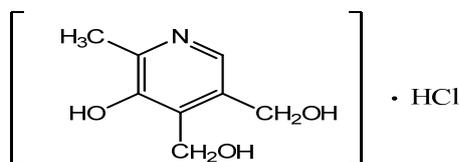
3.1 化学名称

6-甲基-5-羟基-3, 4-吡啶二甲醇盐酸盐

3.2 分子式

$C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$

3.3 结构式



3.4 相对分子质量

205.64（按 2007 年国际相对原子质量）

4 技术要求

4.1 感官要求：符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项 目	要 求	检验方法
色泽	白色或类白色	取适量样品置于清洁、干燥的试管中，在自然光线下，观察色泽和组织状态，嗅其气味。
气味	无臭	
组织状态	结晶或结晶性粉末	

4.2 理化指标：符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项 目	指 标	检验方法
维生素 B ₆ (C ₈ H ₁₁ NO ₃ ·HCl,以干基计), w /%	98.0~100.5	附录 A 中 A.4
干燥减量, w /% ≤	0.5	附录 A 中 A.5
灼烧残渣, w /% ≤	0.1	附录 A 中 A.6
pH (100g/L 溶液)	2.4~3.0	GB/T 9724
砷 (As) /(mg/kg) ≤	2	附录 A 中 A.7
重金属 (以 Pb 计) /(mg/kg) ≤	10	附录 A 中 A.8

附录 A

(规范性附录)

检验方法

A.1 安全提示

本实验方法中使用的部分试剂具有毒害性或腐蚀性，按相关规定操作，使用时应小心谨慎。若溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。在使用挥发性酸时，要在通风橱中进行。

A.2 一般规定

本标准所用试剂除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。

试验方法中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

A.3 鉴别试验

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 乙酸钠溶液：200g/L。

A.3.1.2 硼酸溶液：40g/L。

A.3.1.3 氯亚胺基-2, 6-二氯醌溶液：5g/L 乙醇溶液。

A.3.1.4 二氧化锰。

A.3.1.5 硫酸。

A.3.1.6 淀粉-碘化钾试纸。

A.3.2 分析步骤

A.3.2.1 显色反应

取约 10 mg 实验室样品，加 100 mL 水溶解后，各取 1 mL，分别置甲、乙两个试管中，各加 2 mL 乙酸钠溶液，甲管中加 1 mL 水，乙管中加 1 mL 硼酸溶液，混匀，各迅速加 1 mL 氯亚胺基-2, 6-二氯醌溶液，甲管中显蓝色，几分钟后即消失，并转变为红色；乙管中不显蓝色。

A.3.2.2 红外光吸收谱鉴别

采用溴化钾压片法，实验室样品的红外光谱应与对照的图谱一致（对照图谱见附录 B）。

A.3.2.3 氯化物鉴别

取约 0.5g 实验室样品，置试管中，加 0.5g 二氧化锰，混匀，加硫酸湿润，缓缓加热，即发生氯气，能使用水湿润的淀粉-碘化钾试纸显蓝色。

A.4 维生素 B₆ 的测定

A.4.1 方法提要

以结晶紫为指示剂，用高氯酸标准溶液滴定样品，根据用高氯酸标准滴定液的用量，计算以 C₈H₁₁NO₃·HCl 计的维生素 B₆ 含量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 冰乙酸。

A.4.2.2 乙酸汞溶液：取 5 g 乙酸汞，研细，加温热的冰乙酸使溶解成 100 mL。

A.4.2.3 结晶紫指示液：5 g/L 冰乙酸。

A.4.2.4 高氯酸标准滴定溶液： $c(\text{HClO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.4.3 分析步骤

称取 0.15 g 实验室样品，精确至 0.000 2 g，加 20 mL 冰乙酸与 5 mL 乙酸汞溶液，温热溶解后，冷却至室温，加 1 滴结晶紫指示液，用高氯酸标准滴定溶液滴定，至溶液显蓝绿色，并将滴定结果用空白试验校正。

A.4.4 结果计算

维生素B₆（以C₈H₁₁NO₃·HCl计）的质量分数 w_1 ，数值以%表示，按公式（A.1）计算：

$$w_1 = \frac{(V - V_0) \times c \times M}{m \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots \text{(A.1)}$$

式中：

V —— 试验溶液消耗高氯酸标准滴定溶液（A.4.2.4）体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_0 —— 空白试验消耗高氯酸标准滴定溶液（A.4.2.4）体积的数值，单位为毫升(mL)；

c —— 高氯酸标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

m —— 试样质量的数值（以干品计），单位为克(g)；

M —— 维生素B₆（C₈H₁₁NO₃·HCl）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M=205.64$)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.5%。

A.5 干燥减量的测定

A.5.1 分析步骤

称取 1.0 g 实验室样品，精确至 0.000 2 g，按 GB/T 6284 方法测定。

A.5.2 结果计算

干燥减量的质量分数 w_2 ，数值以%表示，按式（A.2）计算：

$$w_2 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots \text{(A.2)}$$

式中：

m_2 —— 干燥前样品和称量瓶总质量，单位为克 (g)；

m_1 —— 干燥后样品和称量瓶总质量，单位为克 (g)；

m —— 试样质量，单位为克 (g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%。

A.6 灼烧残渣

A.6.1 试剂和材料

硫酸。

A.6.2 分析步骤

称取约 1.0 g 实验室样品，精确至 0.000 2 g，置已灼灼至恒重的坩埚中，缓缓灼烧至完全碳化，冷却至室温；加硫酸 0.5 mL~1 mL 使湿润，低温加热至硫酸蒸汽除尽后，在 750 °C±50 °C 灼烧使完全灰化，移至干燥器内，冷却至室温，精确称定后，再在 750 °C±50 °C 灼灼至恒重。

A.6.3 结果计算

灼烧残渣的质量分数 w_3 ，数值以%表示，按公式（A.3）计算：

$$w_3 = \frac{m_4 - m_3}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

m_4 ——残渣和坩埚的总质量的数值，单位为克（g）；

m_3 ——坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试样质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.02%。

A.7 砷的测定

称取1.0 g±0.01 g实验室样品，加10 mL水溶解作为试样液；量取2 mL±0.02 mL（含砷2.0 μg）砷（As）标准溶液制备限量标准。其他按GB/T 5009.76—2003砷斑法的规定进行。

A.8 重金属的测定

A.8.1 试剂和材料

A.8.1.1 硝酸。

A.8.1.2 甘油。

A.8.1.3 乙酸铵。

A.8.1.4 硝酸铅。

A.8.1.5 硫代乙酰胺。

A.8.1.6 盐酸溶液： $c(\text{HCl}) = 2 \text{ mol/L}$ 。

A.8.1.7 氨水溶液： $c(\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 5 \text{ mol/L}$ 。

A.8.1.8 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$ 。

A.8.1.9 盐酸溶液： $c(\text{HCl}) = 7 \text{ mol/L}$ 。

A.8.1.10 乙酸盐缓冲液（pH3.5）：

称取约25 g乙酸铵，精确至0.01 g，加25 mL水溶解后，加7 mol/L盐酸溶液38 mL，用2 mol/L盐酸溶液或5 mol/L氨水溶液准确调节pH至3.5（pH计），用水稀释至100 mL。

A.8.1.11 硫代乙酰胺试液：

称取约4 g硫代乙酰胺，精确至0.01 g，加水使溶解成100 mL，置冰箱中保存。临用前取5.0 mL混合液（由1 mol/L 15 mL氢氧化钠溶液、5.0 mL水及20 mL甘油组成），加上述1.0 mL硫代乙酰胺溶液，置水浴上加热20s，冷却，立即使用。

A.8.1.12 铅标准溶液：

称取约0.160 g硝酸铅，精确至0.000 2g，置于1000 mL容量瓶中，加5 mL硝酸与50 mL水溶解后，用水稀释至刻度，摇匀，作为贮备液。临用前，移取10 mL±0.02 mL贮备液，置于100 mL容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，即得（每1 mL相当于10 μg的Pb）。配置与贮存用的玻璃仪器均不得含铅。

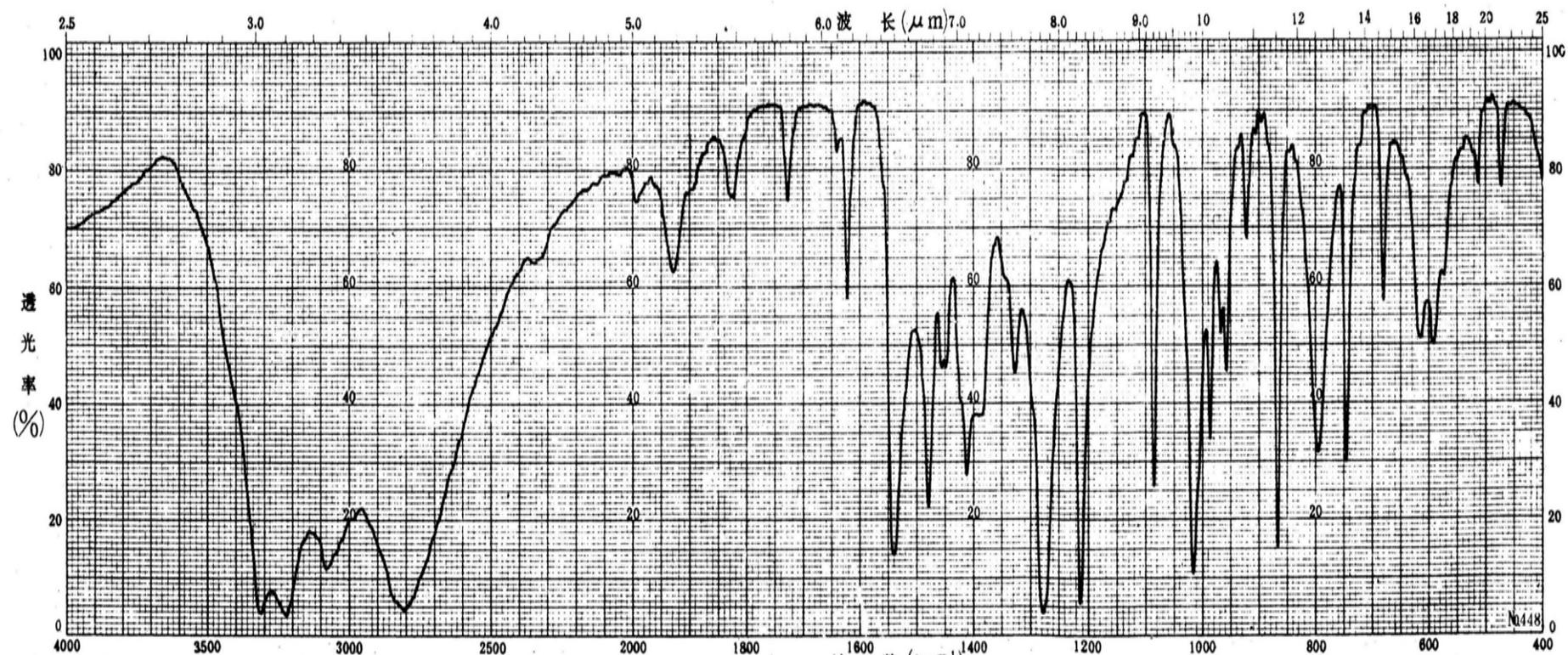
A.8.2 分析步骤

按《中华人民共和国药典》2005年版二部附录VIII H 重金属检查法第一法进行。方法如下：

取25 mL纳氏比色管两支，甲管中加入2 mL±0.2 mL（含铅20.0 μg）铅（Pb）标准溶液与2 mL乙酸盐缓冲液后，加水稀释成25 mL；另称取2.0 g实验室样品，精确至0.01 g，置于纳氏比色管乙

管中，加 20 mL 水溶解后，加氨溶液至遇石蕊试纸显中性反应，加 2 mL 乙酸盐缓冲液（pH3.5），用水稀释成 25 mL，若该溶液带颜色，可在甲管中滴加少量的稀焦糖溶液或其他无干扰的有色溶液，使之与乙管一致；再在甲乙两管中分别加硫代乙酰胺试液各 2 mL，摇匀，放置 2min，同置白纸上，自上向下透视，乙管中显出的颜色与甲管比较，不得更深。

附录 B
(规范性附录)
维生素 B₆ 红外光谱



注：引自《药品红外光谱集》第一卷（一九九五）

图B.1 维生素B₆红外光谱