



中华人民共和国国家标准

GB 34461—2017

饲料添加剂 L-肉碱

Feed additive—L-carnitine

2017-10-14 发布

2018-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的第1章、第3章和第5章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)提出并归口。

本标准起草单位:上海市兽药饲料检测所、北京桑普生物化学技术有限公司。

本标准主要起草人:曹莹、王蓓、华贤辉、施文娟、陆淳、黄家莺、严凤、张鑫。



饲料添加剂 L-肉碱

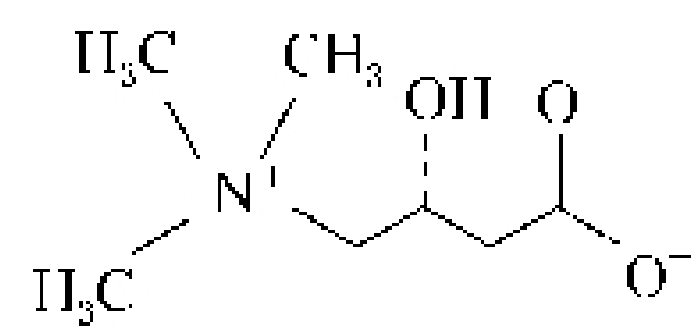
1 范围

本标准规定了饲料添加剂 L-肉碱产品的要求、试验方法、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于以化学合成法制得的饲料添加剂 L-肉碱。

化学名称:L-肉碱。

结构式:



分子式: $C_{17}H_{15}NO_3$ 。

相对分子质量:161.20(以 $C_{17}H_{15}NO_3$ 计,按 2007 年国际相对原子量表计算)。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则
- GB 10648 饲料标签
- GB/T 14699.1 饲料 采样

3 要求

3.1 外观和性状

白色或类白色结晶性粉末,略有鱼腥味,有吸湿性,在水中极易溶解。

3.2 技术指标

产品应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标
L-肉碱含量(以 C ₁₇ H ₁₅ NO ₃ 干基计)/%	97.0~103.0
比旋度[α] _D ²⁰ (以干物质计)/(°)	-29~-32
pH 值(5%水溶液)	6.5~8.5
干燥失重/%	≤4.0
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤10
总砷(As)/(mg/kg)	≤2
氯化物/%	≤0.4
氰化物	不得检出
灼烧残渣/%	≤0.5

4 试验方法

本标准的检验方法所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、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。

4.1 感官检验

取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下观察其色泽和状态,并嗅其味。

4.2 鉴别

4.2.1 试剂与溶液

- 4.2.1.1 二硫化碳溶液:含 2%硫。
- 4.2.1.2 乙酸铅。
- 4.2.1.3 乙酸铅溶液:称取乙酸铅 10.0 g,加新煮沸过的冷水溶解后,滴加冰乙酸使溶液澄清,再加新煮沸过的冷水使成 100 mL,即得。
- 4.2.1.4 乙酸铅试纸:取滤纸条浸入乙酸铅溶液中,湿透后取出,在 100 °C 干燥,即得。
- 4.2.1.5 甘油。

4.2.2 鉴别试验

称取试样约 50 mg,置于试管中,加二硫化碳溶液(4.2.1.1)1 滴,混合,在试管口盖上乙酸铅试纸(4.2.1.4),将试管置于 170 °C 左右的甘油(4.2.1.5)浴中,3 min~4 min 后,试纸上应出现黑色斑点。

4.3 L-肉碱含量

4.3.1 原理

以冰乙酸为溶剂,采用电位滴定法以高氯酸标准滴定溶液滴定本品结构中的碱性氮。

4.3.2 试剂与溶液

- 4.3.2.1 冰乙酸。
- 4.3.2.2 乙酸酐。
- 4.3.2.3 高氯酸。
- 4.3.2.4 高氯酸标准滴定溶液： $c(\text{HClO}_4)=0.1\text{ mol/L}$ 。按 GB/T 601 制备和标定。

4.3.3 分析步骤

取干燥至恒重的试样 0.3 g(精确至 0.1 mg),置于 250 mL 具塞三角瓶中,加 50 mL 冰乙酸(4.3.2.1),2 mL 乙酸酐(4.3.2.2),溶解,按照电位滴定法,用高氯酸标准滴定溶液(4.3.2.4)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。

4.3.4 结果计算与表示

4.3.4.1 结果计算

L-肉碱含量 X (以质量分数表示,数值以%计,按干基计)按式(1)计算:

$$X = \frac{(V - V_0) \times c \times 0.161\ 2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

- 式中:
- V ——滴定试样所消耗的高氯酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
 - V_0 ——空白试验所消耗的高氯酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
 - c ——高氯酸标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 - 0.161 2 ——与 1.00 mL 高氯酸标准溶液[$c(\text{HClO}_4)=1.000\text{ mol/L}$]以克表示的 L-肉碱的质量;
 - m ——试样质量,单位为克(g)。

4.3.4.2 结果表示

取平行测定的算术平均值为测定结果。结果表示至小数点后一位。

4.3.5 重复性

平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

4.4 比旋度

4.4.1 测定

称取干燥至恒重的试样,置 50 mL 量瓶中,加水溶解并定量制成每毫升中含 L-肉碱 100 mg 的溶液,并使溶液恒温至 20 ℃,用 1 dm 旋光管测定旋光度。

4.4.2 计算

使用 1 dm 旋光管在溶液温度为 20 ℃时测定旋光度,按式(2)计算:

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha_1 \times 50}{l \times m} \dots\dots\dots (2)$$

- 式中:
- $[\alpha]_D^{20}$ ——20 ℃时试样的比旋度,单位为度(°);
 - α_1 ——20 ℃时测得的试样溶液旋光度,单位为度(°);
 - l ——旋光管的长度,单位为分米(dm);

m ——称取干燥后的试样质量,单位为克(g)。

4.4.3 重复性

取平行测定的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.2°。

4.5 pH 值的测定

称取试样约 2.5 g(准确至 0.01 g),置于 50 mL 容量瓶中,加水溶解并定容至刻度,按照 GB/T 9724 测定。

4.6 干燥失重

4.6.1 测定

称取试样约 2 g(准确至 0.1 mg),精密称定,置于在 105 °C 干燥恒重的称量瓶中,于 60 °C 干燥箱中预烘 1 h 后,将干燥箱温度升至 105 °C,干燥至恒重。

4.6.2 结果计算与表示

4.6.2.1 结果计算

干燥失重 X_1 (以质量分数表示,数值以 % 计)按式(3)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 + m_2 - m_3}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——称量皿质量,单位为克(g);

m_2 ——试样质量,单位为克(g);

m_3 ——称量皿加试样恒重后质量,单位为克(g)。

4.6.2.2 结果表示

取平行测定的算术平均值为测定结果。结果表示至小数点后一位。

4.6.3 重复性

平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

4.7 重金属

4.7.1 试剂与溶液

4.7.1.1 硫酸。

4.7.1.2 硝酸。

4.7.1.3 盐酸。

4.7.1.4 氨水。

4.7.1.5 氢氧化钠。

4.7.1.6 硫代乙酰胺。

4.7.1.7 甘油。

4.7.1.8 醋酸铵。

4.7.1.9 酚酞。

- 4.7.1.10 硝酸铅。
- 4.7.1.11 氢氧化钠溶液：取氢氧化钠(4.7.1.5)4 g，加水溶解使成 100 mL，摇匀。
- 4.7.1.12 氨水溶液(10%)：取氨水(4.7.1.4)，按 GB/T 603 制备。
- 4.7.1.13 盐酸溶液 I：取盐酸(4.7.1.3)63 mL，加水适量使成 100 mL，摇匀。
- 4.7.1.14 盐酸溶液 II：取盐酸(4.7.1.3)18 mL，加水适量使成 100 mL，摇匀。
- 4.7.1.15 硫代乙酰胺溶液：取硫代乙酰胺(4.7.1.6)4 g，加水使溶解成 100 mL，置冰箱中冷藏保存。临用前取 1.0 mL 及混合液[由氢氧化钠溶液(4.7.1.11)15 mL、水 5.0 mL 及甘油(4.7.1.7)20 mL 组成]5.0 mL，置水浴上加热 20 s，混匀，冷却，立即使用。
- 4.7.1.16 醋酸盐缓冲液(pH3.5)：取醋酸铵(4.7.1.8)25 g，加水 25 mL 溶解，加盐酸溶液 I (4.9.1.13)38 mL，用盐酸溶液 II (4.7.1.14)或氨水溶液(4.7.1.12)准确调节 pH 值至 3.5(电位计指示)，用水稀释至 100 mL，摇匀。
- 4.7.1.17 酚酞指示液：按 GB/T 603 制备。
- 4.7.1.18 铅标准贮备溶液：取硝酸铅(4.7.1.10)0.160 g，置 1 000 mL 量瓶中，加硝酸(4.7.1.2)5 mL 与水 50 mL 溶解，用水稀释至刻度，摇匀，作为贮备液。(每 1 mL 相当于 100 μg 的 Pb)
- 4.7.1.19 铅标准工作溶液：量取铅标准贮备溶液(4.7.1.18)10.00 mL，置 100 mL 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。(每 1 mL 相当于 10 μg 的 Pb)

4.7.2 测定与结果判定

4.7.2.1 试样溶液制备

称取试样 1 g(精确至 0.01 g)，置瓷坩埚中，缓缓炽灼至完全炭化，放冷，加硫酸(4.7.1.1)0.5 mL~1 mL 使湿润，低温加热至硫酸蒸气除尽后，在 550 $^{\circ}\text{C}$ 炽灼使完全灰化，放冷，加硝酸(4.7.1.2)0.5 mL，蒸干至氧化氮蒸气除尽后，放冷，加盐酸(4.7.1.3)2.0 mL，置水浴上蒸干后加水 15 mL，滴加氨水溶液(4.7.1.12)至对酚酞指示液(4.7.1.17)显微红色，再加醋酸盐缓冲液(4.7.1.16)2.0 mL，微热溶解后，移置纳氏比色管，加水稀释成 25 mL，作为乙管。

4.7.2.2 标准比色溶液制备

另取制备试样溶液的试剂，置瓷坩埚中蒸干后，加醋酸盐缓冲液(4.7.1.16)2.0 mL 与水 15 mL，微热溶解后，移置纳氏比色管中，加铅标准工作溶液(4.7.1.19)1.00 mL，再用水稀释成 25 mL，作为甲管。

4.7.2.3 结果判定

在甲、乙两管中分别加硫代乙酰胺溶液(4.7.1.15)各 2.0 mL，摇匀，放置 2 min，同置白纸上，自上向下透视，观察比较甲管与乙管的颜色，如乙管所显颜色未深于甲管，则判定为符合规定。

4.8 总砷

4.8.1 试剂与溶液

- 4.8.1.1 盐酸。
- 4.8.1.2 醋酸。
- 4.8.1.3 硫酸。
- 4.8.1.4 氢氧化钠。
- 4.8.1.5 氧化镁。
- 4.8.1.6 硝酸镁。
- 4.8.1.7 碘化钾。

4.8.1.8 氯化亚锡。

4.8.1.9 酚酞。

4.8.1.10 醋酸铅。

4.8.1.11 脱脂棉。

4.8.1.12 无砷锌粒：以能通过 1 号筛的无砷锌为宜，如使用锌粒较大时，用量应酌情增加，反应时间延长至 1 h。

4.8.1.13 三氧化二砷。

4.8.1.14 盐酸溶液：取盐酸(4.8.1.1)18 mL，加水适量使成 100 mL，摇匀。

4.8.1.15 稀硫酸：取硫酸(4.8.1.3)105 mL，缓慢加入 200 mL 水中，冷却后加水至 1 000 mL，摇匀。

4.8.1.16 氢氧化钠溶液：取氢氧化钠(4.8.1.4)20 g，加水溶解并稀释至 100 mL，摇匀。

4.8.1.17 硝酸镁溶液：取硝酸镁(4.8.1.6)15 g，加水溶解使成 100 mL，摇匀。

4.8.1.18 碘化钾溶液：取碘化钾(4.8.1.7)16.5 g，加水溶解使成 100 mL，摇匀。本液应临用新配。

4.8.1.19 酸性氯化亚锡溶液：取氯化亚锡(4.8.1.8)20 g，加盐酸(4.8.1.1)使溶解成 50 mL，滤过，摇匀。本液使用期限为 3 个月。

4.8.1.20 醋酸铅溶液：取醋酸铅(4.8.1.10)10 g，加新沸过的冷水溶解，滴加醋酸(4.8.1.2)使溶液澄清，加新沸过的冷水至 100 mL，摇匀。

4.8.1.21 酚酞指示液：按 GB/T 603 制备。

4.8.1.22 砷标准贮备液：精密称取 105 °C 干燥至恒重的三氧化二砷(4.8.1.13)0.132 g(准确至 0.1 mg)，置 1 000 mL 量瓶中，加氢氧化钠溶液(4.8.1.16)5 mL 溶解，用适量稀硫酸(4.8.1.15)中和，再加稀硫酸(4.8.1.15)10 mL，用水稀释至刻度，摇匀，作为贮备液。(每 1 mL 相当于 100 μg 的 As)

4.8.1.23 砷标准工作液：精密量取砷标准贮备液(4.8.1.22)1.00 mL，置 100 mL 量瓶中，加稀硫酸(4.8.1.15)10 mL，用水稀释至刻度，摇匀。(每 1 mL 相当于 1 μg 的 As)

4.8.1.24 溴化汞试纸：按 GB/T 603 制备，置棕色磨口瓶中保存。

4.8.1.25 醋酸铅棉花：取脱脂棉(4.8.1.11)，浸入醋酸铅溶液(4.8.1.20)与水的等体积混合液中，湿透后，沥去多余的溶液，并使之疏松，在 100 °C 以下干燥后，贮于磨口塞玻璃瓶中备用。

4.8.2 测定与结果判定

4.8.2.1 试样砷斑的制备

取试样 1.0 g(精确至 0.01 g)于瓷坩埚中，加硝酸镁溶液(4.8.1.17)10 mL 和氧化镁(4.8.1.5)1 g，混匀，浸泡 4 h，于低温或水浴上蒸干，用小火缓缓炽灼至完全碳化，放冷，在 550 °C 炽灼使完全灰化，加适量水湿润灰分，加酚酞指示液(4.8.1.21)1 滴，如显红色，滴加盐酸溶液(4.8.1.14)至红色褪去，再加盐酸(4.8.1.1)5 mL 与水 21 mL，移入锥形瓶中，加碘化钾溶液(4.8.1.18)5 mL 与酸性氯化亚锡溶液(4.8.1.19)5 滴，在室温放置 10 min 后，加无砷锌粒(4.8.1.12)2 g，立即将顶端平面放有溴化汞试纸(4.8.1.24)和装有醋酸铅棉花(4.8.1.25)的导气管密塞置于锥形瓶上，并将锥形瓶置于 25 °C~40 °C 水浴中，反应 45 min，取出溴化汞试纸，即得。

4.8.2.2 标准砷斑的制备

另取制备试样砷斑的试剂，置瓷坩埚中与试样同法处理后，加盐酸(4.8.1.1)5 mL 与水 21 mL，置锥形瓶中，再量取砷标准工作液(4.8.1.23)2.00 mL，按照试样砷斑制备(4.8.2.1)项下自“加碘化钾溶液”起同法操作。

4.8.2.3 结果判定

取出溴化汞试纸，肉眼比较砷斑颜色，如试样砷斑颜色未深于标准砷斑颜色，判定为符合规定。

4.9 氯化物

4.9.1 试剂与溶液

4.9.1.1 硝酸。

4.9.1.2 硝酸银。

4.9.1.3 氯化钠。

4.9.1.4 稀硝酸：取硝酸(4.9.1.1)10.5 mL，加水至 100 mL，摇匀，即得。

4.9.1.5 硝酸银试液：取硝酸银(4.9.1.2)1.75 g，加水溶解使成 100 mL，摇匀，即得。

4.9.1.6 氯化钠标准贮备液：取氯化钠(4.9.1.3)0.165 g，加水溶解并定容至 1 000 mL，摇匀，即得。（每 1 mL 相当于 100 μg 的 Cl）

4.9.1.7 氯化钠标准工作液：临用前，量取氯化钠标准贮备液(4.9.1.6)10.00 mL，置 100 mL 量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，即得。（每 1 mL 相当于 10 μg 的 Cl）

4.9.2 测定与结果判定

4.9.2.1 试样溶液的制备 取试样 1.0 g，加水溶解并稀释至 100 mL，量取 1.00 mL，置 50 mL 纳氏比色管中，加硝酸(4.9.1.1)使成酸性，再加稀硝酸(4.9.1.4)10 mL（溶液如不澄清，则滤过，取滤液，置 50 mL 纳氏比色管中），加水至 40 mL，摇匀，即得试样溶液。

4.9.2.2 对照溶液的制备 量取氯化钠标准工作溶液(4.9.1.7)4.00 mL，置 50 mL 纳氏比色管中，加稀硝酸(4.9.1.4)10 mL，加水至 40 mL，摇匀，即得对照溶液。

4.9.3 结果判定

于试样溶液与对照溶液中，分别加入硝酸银试液(4.9.1.5)1.0 mL，用水稀释成 50 mL，摇匀，在暗处放置 5 min，同置黑色背景上，从比色管上方向下观察、比较，试样溶液的浑浊度不得深于对照溶液的浑浊度。

4.10 氰化物

4.10.1 试剂与溶液

4.10.1.1 硫酸亚铁。

4.10.1.2 氢氧化钠。

4.10.1.3 酒石酸。

4.10.1.4 三氯化铁。

4.10.1.5 盐酸。

4.10.1.6 硫酸亚铁试液：取硫酸亚铁(4.10.1.1)8 g，加新沸过的冷水 100 mL 使溶解，本液应临用新配。

4.10.1.7 氢氧化钠试液：取氢氧化钠(4.10.1.2)4.3 g，加水溶解使成 100 mL，即得。

4.10.1.8 碱性硫酸亚铁试纸：临用前，取滤纸片，滴加硫酸亚铁试液(4.10.1.6)与氢氧化钠试液(4.10.1.7)各 1 滴，使湿透，即得。

4.10.1.9 酒石酸溶液：取酒石酸(4.10.1.3)10 g，加水溶解使成 100 mL，即得。

4.10.1.10 三氯化铁试液：取三氯化铁(4.10.1.4)9 g，加水溶解使成 100 mL，即得。

4.10.2 测定与结果判定

取试样 1.0 g，置锥形瓶中，加水 10 mL 与酒石酸溶液(4.10.1.9)3 mL，迅速将装有碱性硫酸亚铁试纸(4.10.1.8)的导气管密塞置于锥形瓶上，摇匀，小火加热，煮沸 1 min。取下碱性硫酸亚铁试纸(4.10.1.8)，

加三氯化铁试液(4.10.1.10)与盐酸(4.10.1.5)各 1 滴,15 min 内不得显绿色或蓝色。

4.11 灼烧残渣

4.11.1 试剂与溶液

硫酸。

4.11.2 测定

称取试样约 1 g(精确至 0.1 mg),置于已在 700 ℃~800 ℃灼烧至恒重的瓷坩埚中,用小火缓缓加热,至完全灰化,冷却后,加硫酸(4.11.1)0.5 mL~1 mL,使湿润,低温加热至硫酸蒸气除尽后,移入马福炉中,在 700 ℃~800 ℃下灼烧至恒重。

4.11.3 结果计算与表示

4.11.3.1 结果计算

灼烧残渣 X_2 (以质量分数表示,数值以 % 计)按式(4)计算:

$$X_2 = \frac{m_6 - m_4}{m_5} \times 100 \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- m_6 ——坩埚加残渣质量,单位为克(g);
- m_4 ——坩埚质量,单位为克(g);
- m_5 ——试样质量,单位为克(g)。

4.11.3.2 结果表示

取平行测定的算术平均值为测定结果。结果表示至小数点后一位。

4.11.4 重复性

平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

5 检验规则

5.1 组批

以相同材料、相同的生产工艺、连续生产或同一班次生产的均匀一致的产品为一批。

5.2 采样

按 GB/T 14699.1 的规定进行采样。

5.3 出厂检验

表 1 所列项目中,L-肉碱含量、比旋度、pH 值、干燥失重、灼烧残渣为出厂检验项目。

5.4 型式检验

型式检验项目为第 3 章的全部要求。产品正常生产时,每半年至少进行一次型式检验,但有下列情况之一时,亦进行型式检验:



- a) 产品定型时；
- b) 生产工艺或原料来源有较大改变,可能影响产品质量时；
- c) 停产 3 个月以上,重新恢复生产时；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时。

5.5 判定规则

检验结果有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

6 标签、包装、运输和贮存

6.1 标签

按 GB 10648 执行。

6.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮。

6.3 运输

运输中防止包装破损、日晒、雨淋,禁止与有毒有害物质共运。

6.4 贮存

贮存时防止日晒、雨淋,禁止与有毒有害物质混储。

7 保质期

在规定的运输、贮存条件下,保质期为 24 个月。

