



中华人民共和国国家标准

GB/T 23876—2009

饲料添加剂 L-肉碱盐酸盐

Feed additive—L-carnitine hydrochloride

2009-05-26 发布

2009-10-01 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

本标准的附录 A 为资料性附录。

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:上海市饲料质量监督检验站、上海市农业科学院农产品质量标准与检测技术研究所。

本标准主要起草人:赵志辉、林森、顾赛红、杨海锋、黄志英、雷萍、李明容、风懋熙。

饲料添加剂 L-肉碱盐酸盐

1 范围

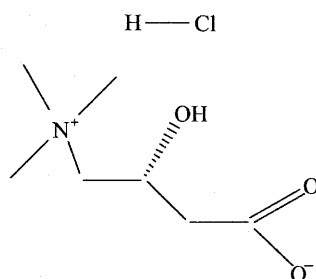
本标准规定了饲料添加剂 L-肉碱盐酸盐产品的要求、试验方法、检验规则及标签、包装、贮存、运输。

本标准适用于以环氧氯丙烷为起始原料制得的 L-肉碱盐酸盐。

分子式: $C_7H_{16}ClNO_3$

相对分子质量: 197.66 (2007 年国际相对原子质量)

结构式:



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 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 6439 饲料中水溶性氯化物的测定
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 10648 饲料标签
- GB/T 13079 饲料中总砷的测定
- GB/T 13084 饲料中氰化物的测定
- GB/T 14699.1 饲料 采样
- 《中华人民共和国药典》2005 年版二部

3 要求

3.1 性状

本品为白色或类白色结晶性粉末,微有鱼腥味,有吸湿性。本品在水中极易溶解,在无水甲醇、无水乙醇中易溶,在丙酮中微溶,在三氯甲烷中不溶,久置易结块。

3.2 技术指标

技术指标应符合表 1 规定。

表 1 L-肉碱盐酸盐主要技术指标

项 目	指 标
含量(以干物质计)/%	98.0~102.0
比旋度 $[\alpha]_D^{25}$ (以干物质计)/(°)	-21.3~-23.5
pH(1%水溶液)	2.5~2.9
干燥失重/%	≤0.5
氯化物(以 Cl^- 计)/%	17.0~18.5
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤10
砷盐(以 As 计)/(mg/kg)	≤2
氰化物	不得检出
灼烧残渣/%	≤0.3

4 试验方法

除非另有规定,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 中规定的三级用水;标准溶液和杂质溶液的制备应符合 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603。

4.1 试剂和材料

4.1.1 冰乙酸。

4.1.2 甘油。

4.1.3 甲醇:色谱纯。

4.1.4 磷酸二氢钾。

4.1.5 庚烷磺酸钠:色谱纯。

4.1.6 盐酸。

4.1.7 磷酸。

4.1.8 硫酸。

4.1.9 乙酸铅。

4.1.10 氢氧化钾。

4.1.11 高锰酸钾。

4.1.12 L-肉碱盐酸盐标准品:纯度≥99.5%。

4.1.13 二硫化碳溶液(含 2%硫)。

4.1.14 盐酸溶液:取盐酸 234 mL,加水稀释至 1 000 mL,摇匀。

4.1.15 乙酸铅溶液:称取乙酸铅(4.1.9)10.0 g,加新煮沸过的冷水溶解后,滴加冰乙酸(4.1.1)使溶液澄清,再用新煮沸过的冷水定容至 100 mL。

4.1.16 0.05 mol/L 磷酸二氢钾溶液(pH=2.5):称取 3.4 g 磷酸二氢钾(4.1.4)及 0.20 g 庚烷磺酸钠(4.1.5)溶于 500 mL 水中,用磷酸(4.1.7)调节至 pH 为 2.5,过 0.45 μm 滤膜(4.1.23)。

4.1.17 L-肉碱盐酸盐标准储备液:准确称取 1 g(精确至 0.000 2 g) L-肉碱盐酸盐标准品于 100 mL 容量瓶中,用水溶解并定容至刻度,得到浓度为 10.0 mg/mL 的标准储备液,4 °C 条件下储藏,有效期 2 个月。

4.1.18 L-肉碱盐酸盐标准工作液:准确吸取 0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL、40.00 mL L-肉碱盐酸盐标准储备液(4.1.17)于 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,摇匀。现配现用。

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

4.1.20 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。

4.1.21 结晶紫指示液。

4.1.22 红色石蕊试纸:取滤纸条浸入石蕊指示液中,加极少量的盐酸使滤纸条成红色。取出阴处晾干备用,变色范围 pH4.5~8.0 (红~蓝)。

4.1.23 滤膜(水系,0.45 μm)。

4.2 仪器和设备

4.2.1 实验室常用设备。

4.2.2 高效液相色谱仪(配紫外检测器或二极管阵列检测器)。

4.2.3 分析天平:精度为 0.000 1 g。

4.2.4 旋光仪。

4.2.5 pH 计。

4.3 鉴别

4.3.1 原理

本品结构中有一个仲醇基团,与硫磺能够发生氧化还原反应,产生硫化氢,硫化氢遇乙酸铅试纸产生黑色的斑点;本品结构中有一个季铵基团,在碱性条件下可被氧化产生氨气,使湿润的红色石蕊试纸变蓝。

4.3.2 鉴别方法

4.3.2.1 称取试样约 50 mg(精确至 0.01 g),置于试管中,加二硫化碳溶液(4.1.13)一滴,混匀,在试管口盖上乙酸铅试纸(4.1.20),将试管置于 170 °C 左右的甘油(4.1.2)浴中,3 min~4 min 后,试纸上应出现黑色斑点。

4.3.2.2 称取试样约 0.5 g(精确至 0.01 g),加 5 mL 水溶解,加氢氧化钾(4.1.10)2 g,高锰酸钾(4.1.11)数粒,加热时放出氨能使润湿的红色石蕊试纸(4.1.22)变蓝。

4.4 含量测定

4.4.1 第一法 高效液相色谱法(仲裁法)

4.4.1.1 原理

用水提取样品中的 L-肉碱盐酸盐,过滤,在酸性流动相中与庚烷磺酸钠结合成疏水性离子对,经反相色谱分离,用紫外检测器检测,外标法计算 L-肉碱盐酸盐含量。

4.4.1.2 试样溶液的制备

称取干燥失重至恒重后的试样约 0.40 g(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,加水溶解并稀释定容,摇匀,过滤膜(4.1.23),供高效液相色谱仪分析。

4.4.1.3 色谱条件

色谱柱: C₈ 柱,长 250 mm,内径 4.6 mm,粒径 5 μm,或相当者。

柱温: 35 °C。

流动相: 磷酸二氢钾溶液(4.1.16)+甲醇(4.1.3)=95+5(体积比)。

流速: 1.0 mL/min。

检测波长: 210 nm。

进样体积: 10 μL。

4.4.1.4 试样测定

将 L-肉碱盐酸盐标准工作液(4.1.18)及试样溶液(4.4.1.2)分别按上述色谱条件进样分析,得到色谱峰面积响应值,计算出试样溶液中对应的 L-肉碱盐酸盐的浓度,用外标法定量。

4.4.1.5 结果计算

试样中 L-肉碱盐酸盐含量以质量分数 X_1 计,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{c_1 \times V_1 \times n}{m \times 1\,000\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c_1 ——试样溶液中对应的 L-肉碱盐酸盐的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V_1 ——试样液总体积,单位为毫升(mL);

n ——稀释倍数;

m ——试样质量,单位为克(g)。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留至小数点后两位。

4.4.1.6 重复性

同一实验室由同一操作人员使用同一台仪器完成的两个平行测定结果的相对偏差不大于 1%。

4.4.2 第二法 非水滴定法

4.4.2.1 原理

以冰乙酸为溶剂,结晶紫为指示剂,高氯酸为标准溶液滴定本品结构中的碱性氮。

4.4.2.2 测定方法

称取干燥失重至恒重后的试样约 0.3 g(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 具塞三角瓶中,加入 50 mL 冰乙酸(4.1.1),超声溶解,加结晶紫指示液一滴(4.1.21),用高氯酸标准溶液(4.1.19)滴定至溶液显纯蓝色,即为终点。同法另做空白试验。

4.4.2.3 结果计算

试样中 L-肉碱盐酸盐含量以质量分数 X_2 计,按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{(V_2 - V_0) \times c_2 \times M}{m \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_2 ——滴定试样所消耗的高氯酸标准滴定溶液(4.1.19)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_2 ——高氯酸标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样质量,单位为克(g);

M ——L-肉碱盐酸盐的相对分子质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

4.4.2.4 重复性

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,保留至小数点后两位。平行测定结果的绝对值之差不得大于 0.3%。

4.5 比旋度的测定

4.5.1 测定方法

精密称取干燥失重至恒重后的试样 10 g(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,加水溶解并定容至刻度,按照《中华人民共和国药典》2005 年版二部附录 VI E 旋光度测定法的规定执行。

4.5.2 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 0.02°。

4.6 pH 的测定

4.6.1 测定方法

称取试样 0.5 g(精确至 0.01 g),置于 100 mL 烧杯中,加 50 mL 水溶解,按照《中华人民共和国药典》2005 年版二部附录 VI H pH 值测定法的规定执行。

4.6.2 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 0.1。

4.7 干燥失重的测定

4.7.1 测定方法

称取试样 1.0 g(精确至 0.000 2 g),按照《中华人民共和国药典》2005 年版二部附录Ⅷ L 干燥失重测定法的规定执行。

4.7.2 重复性

取平行测定结果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%。

4.8 氯化物的测定

按 GB/T 6439 的规定执行。

4.9 重金属(以 Pb 计)的测定

称取试样约 1.0 g(精确至 0.000 2 g),加盐酸溶液(4.1.14)1.5 mL,加水至 25 mL 作供试溶液。按《中华人民共和国药典》2005 年版二部附录Ⅷ 重金属检查法 第一法的规定执行。

4.10 砷的测定

按 GB/T 13079 的规定执行。

4.11 氰化物的测定

按 GB/T 13084 的规定执行。

4.12 灼烧残渣的测定

4.12.1 测定方法

称取试样 1 g(精确至 0.000 2 g),按照《中华人民共和国药典》2005 年版二部附录Ⅷ N 炽灼残渣检查法的规定执行。

4.12.2 重复性

取平行测定结果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 5%。

5 检验规则

5.1 出厂检验

饲料添加剂 L-肉碱盐酸盐应由生产企业的质量监督部门按本标准进行检验,本标准规定的所有指标为出厂检验项目,生产企业应保证所有 L-肉碱盐酸盐产品均符合本标准规定的要求。每批产品检验合格后方可出厂。

5.2 采样方法

采样方法按照 GB/T 14699.1 的规定进行。

抽样需有清洁、干燥、具有密闭性和避光性的样品瓶,瓶上贴有标签并注明生产厂家、产品名称、批号、取样日期。

抽样时,用清洁适用的取样工具插入料层深度四分之三处,将所取样品充分混匀,以四分法缩分,每批样品分两份,每份试样应为检验所需试样的 3 倍量,装入样品瓶中,一瓶供检验用,一瓶密封保存备查。

5.3 判定规则

若检验结果有一项指标不符合本标准要求时,应加倍抽样单元进行复验,复验结果仍有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品判为不合格品。

6 标签、包装、运输、贮存

6.1 标签

标签按 GB 10648 的规定执行。

6.2 包装

内包装采用符合食品卫生要求的塑料袋,夹层中放入干燥剂,两层分别用捆扎绳扎紧,或用与其相

当的其他方式封口。外包装采用铁桶或纸桶,并加盖密封。也可根据用户要求进行包装。

6.3 运输

本品在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮。不得与有毒、有害或其他有污染的物品及具有氧化性物质混装、混运。

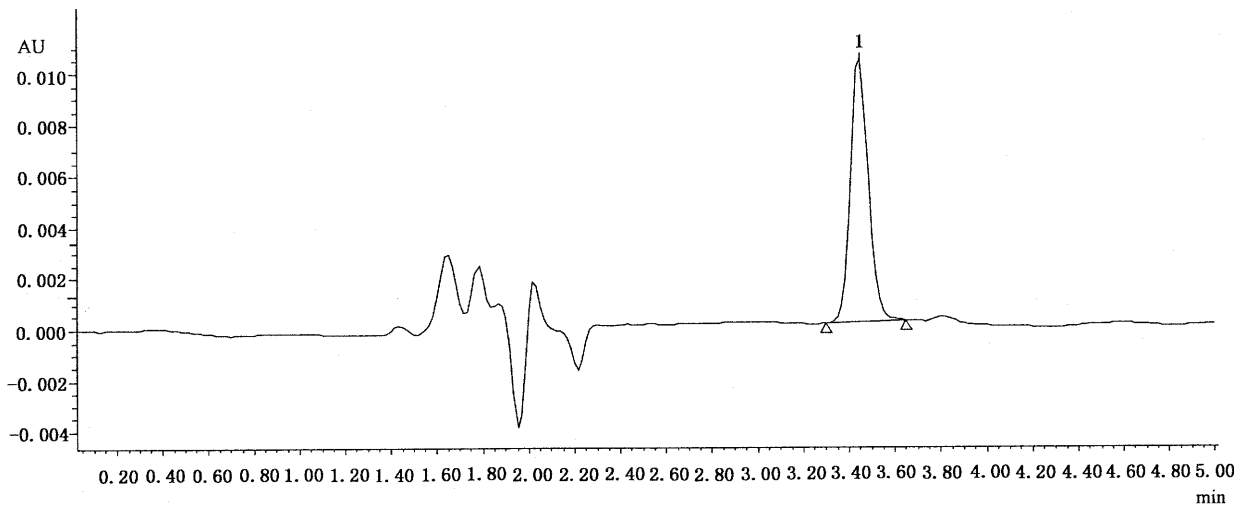
6.4 贮存

本品应贮存在通风、干燥、无污染、无有害物质的地方。本品在规定的贮存条件下保质期为24个月。

附录 A
(资料性附录)

L-肉碱盐酸盐标准品高效液相色谱图

L-肉碱盐酸盐标准品高效液相色谱图见图 A.1。



1——L-肉碱盐酸盐(L-carnitine hydrochloride)。

图 A.1 L-肉碱盐酸盐标准品高效液相色谱图