

中华人民共和国国家标准

GB 17787—1999

食 品 添 加 剂 左 旋 肉 碱

Food additive
Levocarnitine

1999-07-12 发布

2000-01-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

本标准非等效采用美国药典 23 版(1995 年)关于该品的质量控制项目、试验方法和指标,并参考《中华人民共和国药典》1995 年版二部附录,根据我国的生产工艺及对多批产品的质量分析结果,增设了外观、残留丙酮量、氰化物三项控制指标,删去钾的控制项目,鉴别法由红外法改为化学法,对含量测定方法进行了改进,改进后的方法快速、简便、经济,终点易确定,准确度高,精密度好,经过与美国药典 23 版(1995 年)关于该品的含量测定方法对同批样品的测定结果对照,结果一致,重金属和砷采用我国食品添加剂测定的通用方法,钠、氰化物、氯化物、灰分的测定按照《中华人民共和国药典》1995 年版二部附录之规定进行。

本标准由国家药品监督管理局提出。

本标准由中国医药工业公司组织起草。

本标准由天津药物研究院归口。

本标准由东北制药总厂负责起草。

本标准主要起草人:李玉琛、李忠梅、张艳秋、邵平、张海燕。

中华人民共和国国家标准

食 品 添 加 剂 左 旋 肉 碱

GB 17787—1999

Food additive
Levocarnitine

1 范围

本标准规定了食品添加剂左旋肉碱的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存的要求。本标准适用于以环氧氯丙烷为起始原料制得的左旋肉碱,可添加于食品中作为营养强化剂。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效,所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 8450—1987 食品添加剂中砷的测定方法

GB/T 8451—1987 食品添加剂中重金属限量试验法

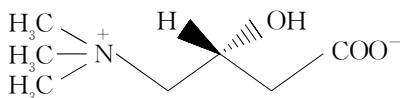
中华人民共和国药典(简称中国药典) 1995年版二部

3 化学名称、结构式、分子式、相对分子质量

化学名称:(R)-3-羧基-2-羟基-N,N,N-三甲基-1-丙胺氢氧化物 内盐

(R)-3-Carboxy-2-hydroxy-N,N,N-trimethyl-1-propanaminium hydroxide, innersalt

结构式:



分子式: $C_7H_{15}NO_3$

相对分子质量:161.20(按1995年国际相对原子量表计算)

4 要求

4.1 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,久置允许结块。

4.2 项目与指标

应符合表1规定。

表 1 项目与指标

项 目	指 标
左旋肉碱含量(以无水物计), %	97.0~103.0
比旋度 $[\alpha]_D^{20}$ (以无水物计), (°)	-29~-32
pH(5%水溶液)	5.5~9.5
水分, %	≤ 4.0
残留丙酮量, %	≤ 0.1
重金属(以 Pb 计), mg/kg	≤ 10
砷盐(以 As 计), mg/kg	≤ 2
钠盐(以 Na 计), mg/kg	≤ 1 000
氟化物	不得检出
氯化物(以 Cl ⁻ 计), %	≤ 0.4
灰分, %	≤ 0.5

5 试验方法

本标准所用试剂为分析纯试剂,水为蒸馏水或相应纯度的水,未指明的溶液为水溶液。试验中所用标准滴定溶液,在没有注明其他要求时,按《中国药典》1995年版二部附录 XV F 之规定制备。仪器、设备为一般实验室仪器设备。

5.1 鉴别

5.1.1 原理

本品结构中有一仲醇基团,将本品与硫熔融,将发生氧化还原反应,产生硫化氢,硫化氢遇乙酸铅试纸产生黑色的斑点。

5.1.2 试剂和溶液

- 2%硫的二硫化碳溶液;
- 甘油;
- 乙酸铅试纸:取滤纸条浸入乙酸铅试液中,湿透后,取出,在 100℃干燥,即得;
- 乙酸铅试液:取乙酸铅(HG/T3—974)10 g,加新沸过的冷水溶解后,滴加冰乙酸(GB/T 676)使溶液澄清,再加新沸过的冷水使成 100 mL,即得。

5.1.3 鉴别方法

取本品约 50 mg 置一小试管中,加 2%硫的二硫化碳溶液一滴,混合,加热片刻,在干试管口盖乙酸铅试纸,将试管悬于预热至 170℃左右的甘油浴中,3 min~4 min 后,纸上即出现黑色的斑点。

5.2 含量的测定

5.2.1 原理

以冰乙酸为溶剂,结晶紫做指示剂,0.1 mol/L 高氯酸液做标准溶液滴定本品结构中的碱性氮。

5.2.2 试剂和溶液

- 冰乙酸(GB/T 676);
- 结晶紫指示液:0.5%的冰乙酸溶液;
- 高氯酸标准滴定溶液:0.1 mol/L 高氯酸的冰乙酸标准溶液。

5.2.3 测定方法

取本品约 0.1 g,精密称定,加冰乙酸 20 mL 溶解后,加结晶紫指示液一滴,用高氯酸液(0.1 mol/L)滴定至溶液显纯蓝色,并将滴定结果用空白试验校正。

5.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的左旋肉碱($C_7H_{15}NO_3$)含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c_1 \times 0.1612}{m_1(1 - X_2)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: V_1 ——滴定试验溶液所消耗的高氯酸标准溶液的体积, mL;

V_2 ——滴定空白溶液所消耗的高氯酸标准溶液的体积, mL;

c_1 ——高氯酸标准溶液的浓度, mol/L;

m_1 ——试样的质量, g;

X_2 ——样品中水分的百分含量, %;

0.1612——与 1.00 mL 高氯酸标准滴定溶液 [$c(\text{HClO}_4) = 1.00 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的左旋肉碱的质量。

5.2.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 平行测定结果的相对差值不大于 0.3%。

5.3 比旋度的测定

5.3.1 测定方法

取本品, 精密称定, 加水溶解并定量稀释制成每毫升中约含 100 mg 的溶液, 按照《中国药典》1995 年版二部附录 VI E 比旋度测定法测定计算。

5.3.2 允许差

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°。

5.4 pH 的测定

5.4.1 测定方法

取本品 0.5 g, 加水 10 mL 使溶解, 以玻璃电极为指示电极, 用酸度计进行测定。

5.4.2 分析结果的表述

同法在酸度计上读取三次, 取三次测定的平均数。

5.4.3 允许差

三次测定结果的绝对差值不大于 0.1。

5.5 水分

5.5.1 测定方法

取本品, 按照《中国药典》1995 年版二部附录 VIII M 水分测定法第一法测定。

5.5.2 允许差

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%。

5.6 残留丙酮量

5.6.1 试剂和仪器

a) 丙酮(GB/T 686);

b) 气相色谱仪。

5.6.2 测定方法

——系统适用性试验: 用直径 0.25 mm~0.18 mm 的苯乙烯、二乙烯苯共聚-102 为固定相, 柱温为 130°C, FID 检测器检测, 理论塔板数按丙酮峰计算不得低于 1 000。

——对照品溶液的制备: 取丙酮约 0.3 g, 精密称定, 置 100 mL 量瓶中, 用水溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得。

——供试品溶液的制备: 取样品约 1 g, 精密称定, 置 10 mL 量瓶中, 用水溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得。

——测定法: 取对照品溶液 4 μ L、供试品溶液 4 μ L 分别连续注样 3 次, 取 3 次计算的平均值作为结

果,供试品的丙酮含量不得过 0.1%。

5.6.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的残留丙酮量 X_3 按式(2)、(3)、(4)计算:

$$X_3(\%) = \frac{A_1 \times f}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

$$f = \frac{\frac{m_4}{V_4} \times V_6}{A_2} \quad \dots\dots\dots(3)$$

$$m_2 = \frac{m_3}{V_3} \times V_5 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: A_1 ——供试品在色谱图中的峰面积;

A_2 ——对照品在色谱图中的峰面积;

m_2 ——供试品的进样量, g;

m_3 ——供试品的称样量, g;

m_4 ——对照品的称样量, g;

V_3 ——供试品溶液的稀释体积, mL;

V_4 ——对照品溶液的稀释体积, mL;

V_5 ——供试品溶液的进样体积, μ L;

V_6 ——对照品溶液的进样体积, μ L;

f ——校正因子。

5.6.4 允许差 平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

5.7 重金属测定

取本品 1.0 g,加水 23 mL 与乙酸盐缓冲液(pH3.5)2 mL 溶解,作为供试溶液,按 GB/T 8451 食品添加剂中重金属限量试验方法进行测定。

5.8 砷的测定

取本品 1.0 g,加水 23 mL 溶解后,加浓盐酸 5 mL 作为供试溶液,按 GB/T 8450 的砷斑法进行测定。

标准色斑的制备

用移液管移取 2 mL 砷标准溶液[1 mL 溶液含有 1 μ g 砷(As)],置于定砷器的广口瓶中,与试料同时同样处理。

5.9 钠的测定

5.9.1 标准氯化钠溶液的制备:按照《中国药典》1995 年版二部附录 VIII A 氯化物检查法项下的规定制备。

5.9.2 测定方法

取本品两份,每份 0.1 g,分别置 50 mL 量瓶中,各加水 10 mL 溶解后,一瓶中加水稀释至刻度,摇匀作为供试品溶液;另一瓶中加标准氯化钠溶液 15 mL,并用水稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。以下照《中国药典》1995 年版二部附录 IV D 原子吸收分光光度法中杂质检查法测定。

5.10 氰化物的测定

取本品 1.0 g,按照《中国药典》1995 年版二部附录 VIII F 氰化物检查法第一法测定。

5.11 氯化物的测定

取本品 0.5 g,加水 50 mL 使溶解,滤过,分取滤液 1 mL,按照《中国药典》1995 年版二部附录 VIII A 氯化物检查法测定,与标准氯化钠溶液 4.0 mL 制成的对照溶液比较。

5.12 灰分的测定

5.12.1 试剂

硫酸(GB/T 625)。

5.12.2 测定方法

取本品 1.0 g,按照《中国药典》1995 年版二部附录 VIII N 炽灼残渣检查法测定。

5.12.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的灰分 X_4 按式(5)计算:

$$X_4 = \frac{m_5 - m_6}{m_7} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中: m_5 ——坩埚与残渣总质量, g;

m_6 ——坩埚质量, g;

m_7 ——样品质量, g。

6 检验规则

6.1 本品应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准规定的项目,对每批产品进行全项检查。生产厂应保证所有出厂的左旋肉碱都符合标准的要求,每件产品都应附有产品合格证。

6.2 使用单位可按照本标准对所收到的产品进行质量检验。

6.3 取样方法

按照下述取样原则选取试样,每批袋数在 3 袋以下,袋袋取样;每批袋数在 4~300 袋,按 $\sqrt{N}+1$ 所示袋数取样;每批袋数在 300 袋以上,按 $\sqrt{N}/2+1$ 所示袋数取样。从选出的袋数中,用取样工具伸入每袋四分之三处取样,将取出的样品迅速混匀。按四分法缩分至相当于每批全检需要量的三倍量,分装于三个清洁、干燥、带磨口的广口瓶中,密封后,粘贴标签,注明产品名称、生产日期、批号、生产厂名称、取样日期及取样者姓名,送交化验室分析。

6.4 检验的结果中有一项指标不符合本标准的规定,应加倍取样件数,重新取样进行复验,复验结果有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格品。

6.5 供需双方对产品质量发生异议,可由双方协商选定仲裁单位按照本标准进行仲裁。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

包装上应有牢固清晰的标志,内容包括:产品卫生许可证号、标准编号、产品名称(标明“食品添加剂”字样)、批号、生产日期、产品的净含量、保质期、商标、生产厂名、厂址和贮存条件等。

7.2 包装

内包装采用符合食品卫生法要求的塑料袋,夹层中放一包硅胶干燥剂,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,并加盖密封。其性能和检验方法应符合有关规定。每桶净含量为 25 kg(负偏差不得大于 1%)、10 kg、5 kg、2 kg(后三种净含量负偏差不得大于 1.5%)或根据用户要求而定。

7.3 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混装、合运。

7.4 贮存

本品应贮存在干燥处,防止雨淋、受潮、受热。不得与有毒有害物品混贮。产品保存期自生产之日起为两年。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食 品 添 加 剂
左 旋 肉 碱

GB 17787—1999

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 11 千字

1999年11月第一版 1999年11月第一次印刷

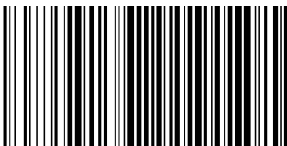
印数 1—1 000

*

书号: 155066·1-16198 定价 10.00 元

*

标 目 389—47



GB 17787-1999