

## 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

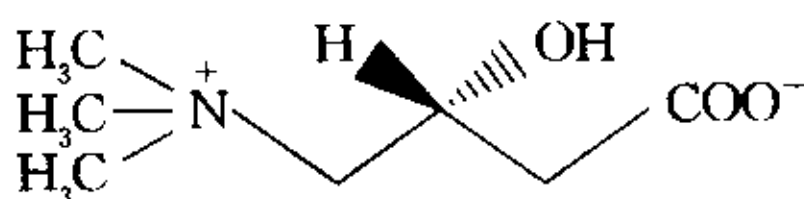
中华人民共和国药典(简称中国药典) 1995 年版二部

### 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    |
| 氰化物                                | 不得检出       |
| 氯化物(以 Cl <sup>-</sup> 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 VII 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℃, 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  $\mu\text{L}$ 、供试品溶液 4  $\mu\text{L}$  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, $\mu$ L;

$V_6$ ——对照品溶液的进样体积, $\mu$ 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  $\mu$ 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。