

中国生物发酵产业协会团体标准

T/CBFIA 07001—2017

甜菜碱及其盐

Betaine and betaine salts

2017-05-02 发布

2017-06-01 实施



中国生物发酵产业协会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规格起草。

本标准由中国生物发酵产业标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：山东祥维斯生物科技股份有限公司、天津科技大学、吉林大学、宁夏伊品生物科技股份有限公司、江苏澳创生物科技有限公司。

本标准主要起草人：马兴群、刘雨、陈宁、王健、马吉银、杭文荣、赵春光、吴开水、张成林。

甜 菜 碱 及 其 盐

1 范围

本标准规定了甜菜碱及其盐的分类、技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于以氯乙酸、氢氧化钠与三甲胺、盐酸或磷酸为主要原料,通过化学反应合成的甜菜碱及其盐。

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 209 工业用氢氧化钠
 - GB 320 工业用合成盐酸
 - GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
 - GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
 - GB/T 2091 工业磷酸
 - GB 4789.2 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定
 - GB 4789.3 食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠菌群计数
 - GB 4789.4 食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验
 - GB 4789.10 食品安全国家标准 食品微生物学检验 金黄色葡萄球菌检验
 - GB 4789.15 食品安全国家标准 食品微生物学检验 霉菌和酵母计数
 - GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定
 - GB 5009.4 食品安全国家标准 食品中灰分的测定
 - GB 5009.15 食品安全国家标准 食品中镉的测定
 - GB 5009.17 食品安全国家标准 食品中总汞及有机汞的测定
 - GB 5009.75 食品安全国家标准 食品添加剂中铅的测定
 - GB 5009.76 食品安全国家标准 食品添加剂中砷的测定
 - GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和实验方法
 - GB/T 21515 饲料添加剂 天然甜菜碱
 - GB/T 23710 饲料中甜菜碱的测定 离子色谱法
 - GB/T 24770 工业用三甲胺
 - HG/T 3271 工业氯乙酸
 - JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则
 - NY 399 饲料级甜菜碱盐酸盐
- 定量包装商品计量监督管理办法(国家质量监督检验检疫总局令〔2005〕第75号)

3 分类

按组成为甜菜碱、一水甜菜碱、甜菜碱盐酸盐、甜菜碱磷酸盐。

4 技术要求

4.1 原辅料要求

4.1.1 工业氯乙酸

应符合 HG/T 3271 的规定。

4.1.2 工业用氢氧化钠

应符合 GB 209 的规定。

4.1.3 工业用三甲胺

应符合 GB/T 24770 的规定。

4.1.4 工业用合成盐酸

应符合 GB 320 的规定。

4.1.5 工业磷酸

应符合 GB/T 2091 的规定。

4.2 感官要求

应符合表 1 的规定。

CBFIA

表 1 感官要求

项目	要求
色泽	白色或类白色
气味	无味
组织形态	结晶性粉末
杂质	无正常视力可见外来杂质

4.3 理化指标

应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项目	指标			
	甜菜碱	一水甜菜碱	甜菜碱盐酸盐	甜菜碱磷酸盐
鉴别试验	通过试验			
主含量/%	≥ 98.0(以 $C_5H_{11}NO_2$ 计)	≥ 98.0(以 $C_5H_{11}NO_2 \cdot H_2O$ 计)	≥ 98.0(以 $C_5H_{11}NO_2 \cdot HCl$ 计)	≥ 96.0(以 $C_5H_{11}NO_2 \cdot H_3PO_4$ 计)
水分/%	≤ 1.0	≤ 15.0	≤ 1.0	≤ 2.0

表 2 (续)

项目	指标			
	甜菜碱	一水甜菜碱	甜菜碱盐酸盐	甜菜碱磷酸盐
灼烧残渣/%	≤ 1.0	1.0	1.0	—
pH	5.5~7.5	5.5~7.5	0.8~1.2	1~3
总游离胺/氮[以(CH ₃) ₃ N计]/(mg/kg) ≤	100			
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg) ≤	10			
砷(以 As 计)/(mg/kg) ≤	2			
汞/(mg/kg) ≤	0.1			
镉/(mg/kg) ≤	0.5			

4.4 微生物限量

应符合表 3 的规定。

表 3 微生物限量

项目/(CFU/g)	指标
菌落总数	≤ 100
大肠杆菌	≤ 100
沙门氏菌	不得检出
金黄色葡萄球菌	不得检出
霉菌和酵母计数	≤ 100

4.5 净含量

应符合 JJF 1070 和《定量包装商品计量监督管理办法》的规定。

5 试验方法

5.1 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用确认分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验方法中所用标准滴定溶液、制剂及制品,在没注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

5.2 感官检验

取 10 g 样品置于白瓷盘中,在自然光线下,目测观察组织形态、色泽和杂质,嗅其气味。

5.3 鉴别试验

5.3.1 甜菜碱和一水甜菜碱

按 GB/T 21515 规定的方法测定。

5.3.2 甜菜碱盐酸盐

5.3.2.1 甜菜碱鉴别

按 GB/T 21515 规定的方法测定。

5.3.2.2 氯离子鉴别

按 NY 399 规定的方法测定。

5.3.3 甜菜碱磷酸盐

5.3.3.1 甜菜碱鉴别

按 GB/T 21515 规定的方法测定。

5.3.3.2 磷酸根鉴别

取 1 g 甜菜碱磷酸盐,溶于 10 mL 纯水中,加钼酸铵 5 g,浓硝酸 5 mL,水浴加热至 25 ℃~30 ℃,溶液出现黄色沉淀,加氨试液(40 mL 浓氨水稀释至 100 mL),沉淀快速全部溶解。

5.4 甜菜碱及其盐

甜菜碱(以 $C_5H_{11}NO_2$ 计)含量(%),按 GB/T 23710 规定的方法测定,设为 X_1 。

一水甜菜碱主含量 X_2 ,其数值单位以%表示,按式(1)计算:

$$X_2 = 1.1537 \times X_1 \quad \dots\dots\dots (1)$$

甜菜碱盐酸盐主含量 X_3 ,其数值单位以%表示,按式(2)计算:

$$X_3 = 1.3112 \times X_1 \quad \dots\dots\dots (2)$$

甜菜碱磷酸盐主含量 X_4 ,其数值单位以%表示,按式(3)计算:

$$X_4 = 1.8365 \times X_1 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

X_1 ——甜菜碱(以 $C_5H_{11}NO_2$ 计)含量,%;

X_2 ——一水甜菜碱主含量,%;

X_3 ——甜菜碱盐酸盐主含量,%;

X_4 ——甜菜碱磷酸盐主含量,%;

1.1537 ——一水甜菜碱相对分子质量与甜菜碱相对分子质量之比;

1.3112 ——甜菜碱盐酸盐相对分子质量与甜菜碱相对分子质量之比;

1.8365 ——甜菜碱磷酸盐相对分子质量与甜菜碱相对分子质量之比。

5.5 水分

甜菜碱、甜菜碱盐酸盐、甜菜碱磷酸盐按 GB 5009.3 规定的方法测定。

一水甜菜碱按附录 A 规定的方法测定。

5.6 灼烧残渣

按 GB 5009.4 规定的方法测定。

5.7 pH

取样品 2.5 g,溶于 10 mL 水中,pH 计检测。

5.8 总游离胺/氨[以 $(\text{CH}_3)_3\text{N}$ 计]

按附录 B 规定的方法测定。

5.9 重金属(以 Pb 计)

按 GB 5009.75 规定的方法测定。

5.10 砷

按 GB 5009.76 规定的方法测定。

5.11 汞

按 GB 5009.17 规定的方法测定。

5.12 镉

按 GB 5009.15 规定的方法测定。

5.13 微生物限量

5.13.1 菌落总数

按 GB 4789.2 规定的方法测定。

5.13.2 大肠杆菌

按 GB 4789.3 规定的方法测定。

5.13.3 沙门氏菌

按 GB 4789.4 规定的方法测定。

5.13.4 金黄色葡萄球菌

按 GB 4789.10 规定的方法测定。

5.13.5 霉菌和酵母计数

按 GB 4789.15 规定的方法测定。

6 检验规则

6.1 组批

原料不变,同一配方、同一工艺、同一生产周期,连续生产的产品为一个批次。

6.2 采样

样品于成品库中随机抽取,按批次抽取,所取样品总量不应少于 300 g。

6.3 出厂检验

出厂检验为感官要求、主含量、水分、灼烧残渣、pH、总游离胺/氨。检验合格方可出厂。

6.4 型式检验

型式检验项目为本标准 4.2~4.5 中的全部项目。型式检验每年进行一次。有下列情况之一,应进行型式检验:

- a) 原辅材料有较大改变时;
- b) 更改关键工艺或设备时;
- c) 新试制的产品或正常生产的产品停产 3 个月后,重新恢复生产时;
- d) 出厂检验与上次型式检验结果有较大差异时;
- e) 国家质量监督检验机构按有关规定需要抽检时。

6.5 判定规则

6.5.1 样品经检验,所有项目全部合格时,则判该批产品为合格。

6.5.2 感官要求、理化指标有 1 项不合格时,重新在该批产品中加倍取样复检,以复检结果为准。

6.5.3 微生物指标有 1 项不合格时,该批产品为不合格,不予复检。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

销售包装标志应标明产品名称、净含量、生产日期、保质期、产品标准号、制造者名称及地址。

7.2 包装

产品内包装均采用聚乙烯塑料袋,外包装采用塑料编织袋,每袋 25 kg 或根据客户要求,并应符合相应卫生标准的规定。

7.3 运输

运输过程不得与有毒、有害、有腐蚀性或其他污染物品混装、混运,保持包装的完整性;防日晒雨淋、防霉防潮;轻装轻卸。

7.4 贮存

应贮存在清洁、干燥、通风的地方,防止受潮、霉变、虫害、鼠害,避免与有毒、有害物质混合存放。

附录 A

(规范性附录)

一水甜菜碱水分含量的测定方法

A.1 仪器和设备

A.1.1 电热干燥箱

温度可控为 $160\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A.1.2 干燥器

用氯化钙或变色硅胶作干燥剂。

A.2 测定步骤

称取试样约 1 g(精确至 0.000 2 g),记为 m_1 ,置于已恒重的称样皿中,放入 $160\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热干燥箱中,打开称样皿盖,干燥 1 h。取出后盖好,放入干燥器中,冷却至室温,称量。再放入 $160\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热干燥箱中干燥 0.5 h,取出后盖好,放入干燥器中,冷却至室温,再称量。重复以上操作至恒重(前后两次质量差不超过 20 mg),记为 m_2 。

A.3 结果计算

水分的质量分数 w ,单位以%表示,按式(A.1)计算:

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

m_1 ——干燥前试样的质量,单位为克(g);

m_2 ——干燥后试样的质量,单位为克(g)。

A.4 允许差

在重复条件下获得的两次独立测试结果的相对偏差不大于 10%。

附录 B

(规范性附录)

总游离胺/氨[以 $(\text{CH}_3)_3\text{N}$ 计]的测定方法

B.1 原理

样品中游离铵盐、三甲胺等经碱化蒸馏使氨逸出,用过量的盐酸溶液吸收后,以甲基红-亚甲基蓝混合指示液为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液反滴定,计算总游离胺/氨的含量。

B.2 试剂和溶液

B.2.1 硫酸溶液:1+8。

B.2.2 氢氧化钠溶液:400 g/L。

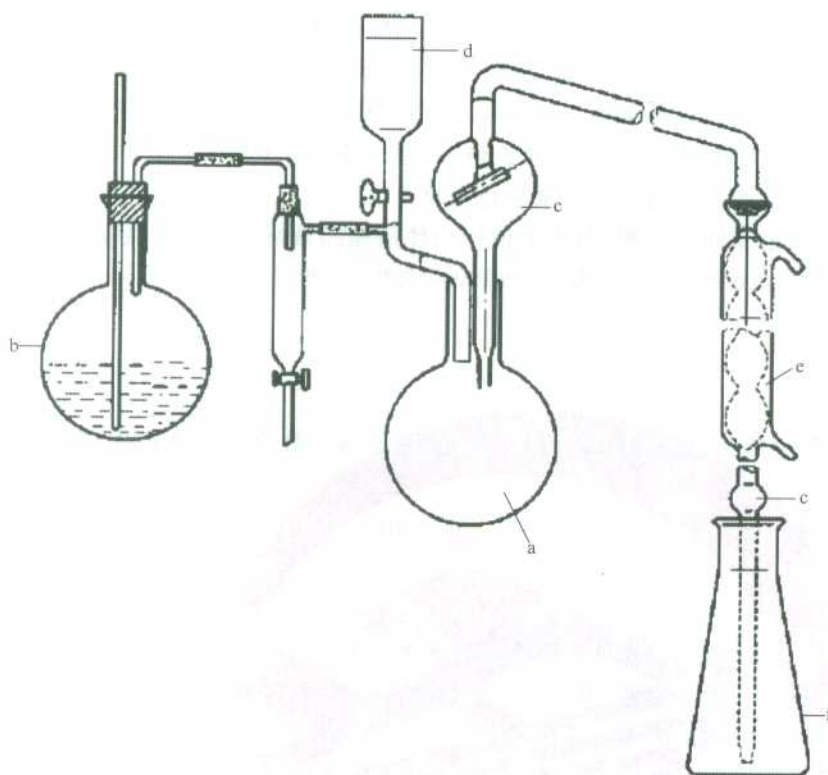
B.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.02 \text{ mol/L}$ 。

B.2.4 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.02 \text{ mol/L}$ 。

B.2.5 甲基红-亚甲基蓝混合指示液:2 g/L 甲基红乙醇溶液+1 g/L 亚甲基蓝乙醇溶液,体积比 1:1。

B.3 仪器和设备

蒸馏仪器:可用下述组装的蒸馏装置或半微量水蒸气蒸馏装置,蒸馏仪器示意图(见图 B.1)。



说明:

- a——圆底烧瓶, 容积为 1 L;
- b——水蒸气发生瓶, 容积为 1 L;
- c——单球防溅球管;
- d——柱形滴液漏斗: 顶端开口, 容积为 100 mL;
- e——阿里因式冷凝管: 七球泡型, 容积为 100 mL, 导出管上端有一扩大的球泡, 下端为出口;
- f——接受器。

图 B.1 蒸馏仪器示意图

仪器的各部件可用橡皮塞和橡皮管连接, 或采用磨砂玻璃接口, 磨砂玻璃接口应用弹簧夹子夹住, 以保证不漏。若有老化或损坏现象的橡皮管或橡皮塞, 应予更换。

注: 也可以使用半自动或全自动定氮仪进行测定。

B.4 分析步骤

B.4.1 试样处理

称取约 10 g~20 g 试样, 精确至 0.01 g。试样置于圆底烧瓶中, 加水至体积约 300 mL。

B.4.2 测定步骤

如图 B.1 所示安装蒸馏仪器。

准确量取 50.0 mL 盐酸标准滴定溶液, 置于接受器中, 加入 2 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液, 并使冷凝管的下端插入液面之下, 必要时加水调节。

加 20 mL 氢氧化钠溶液于柱形滴液漏斗中, 开启漏斗活塞, 加氢氧化钠溶液于圆底烧瓶中, 当漏斗中氢氧化钠溶液剩余约 2 mL 时, 关闭活塞。

向水蒸气发生瓶中加水至总容积的 2/3 处,加 2 mL 硫酸溶液,使溶液呈酸性。开启水蒸气发生瓶的加热装置,用调压器控制加热速度,加热至沸,水蒸气通入圆底烧瓶内,调节水蒸气进入量,使圆底烧瓶中的内容物保持微沸,当蒸馏液收集至约 100 mL 时,稍稍移动接受器,使导出管靠在接受器器壁上。用广泛 pH 试纸检验馏出液,馏出液呈中性时,移去热源,用水冲洗冷凝管及其扩大的球泡,洗涤液收集在接受器中,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至灰绿色为终点。

在测定的同时,按与测定相同的步骤,对不加试样而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

注:使用半自动或全自动定氮仪测定时,可根据仪器使用说明调整测定步骤。

B.5 结果计算

以质量分数表示的总游离胺/氮[以 $(\text{CH}_3)_3\text{N}$ 计]的含量 X_5 ,数值以毫克每千克表示(mg/kg),按式(B.1)计算:

$$X_5 = \frac{c_1(V_1 - V_2)M \times 10^{-3}}{m_3} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中:

X_5 ——总游离胺/氮[以 $(\text{CH}_3)_3\text{N}$ 计]的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——空白消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——试样消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

M ——三甲胺的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), $M=59.1$;

m_3 ——试样质量,单位为克(g)。

B.6 重复性

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 10 mg/kg。

中国生物发酵产业协会团体标准

甜 菜 碱 及 其 盐

T/CBFIA 07001—2017

*

中国标准出版社出版发行

北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)

北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 22 千字
2017年6月第一版 2017年6月第一次印刷

*

书号: 155066·2-31737 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68510107



T/CBFIA 07001—2017