

# 氯化胆碱的测定

(山东济南齐鲁动物保健品厂, 山东济南 250100)

刘晓华 孔 梅

中图分类号: S816.17 文献标识码: B 文章编号: 1004-0084(2002)04-27-02

胆碱是生物体内不可缺少的基本组分之一, 通常被认为是 B 族维生素类的一种(也称为维生素 B<sub>4</sub>)。虽然天然饲料原料中都存在胆碱, 但其数量不足以满足动物每天生长需要, 必须在饲料中添加。在饲料工业中, 胆碱通常以氯化胆碱的形式添加, 目前我国氯化胆碱添加剂主要是 50% 的粉剂, 另外还有 60% 的粉剂和 70% 的水剂, 但最常用的是 50% 的粉剂。该产品执行 GB10818-89, 含量测定为高氯酸滴定法, 测定原理是先用甲醇将氯化胆碱萃取出来, 将溶剂蒸发掉, 然后用乙酸汞将氯化胆碱转化为乙酸盐和难电离的氯化汞, 在乙酸介质中用高氯酸对生成的乙酸盐进行滴定。对于真正的氯化胆碱, 用该法测出的氯化胆碱含量准确、可靠。但最近几年随着市场的供大于求, 一些不法厂家在压低价格的同时, 在氯化胆碱中掺入其它低成本物质如氯化物、铵盐或三甲胺原料等, 这种掺假的氯化胆碱用国标方法检测无法发现问题, 若使用于饲料中, 会给饲料厂家的饲料质量信誉度带来极大的负面影响, 并使养殖户蒙受经济上的损失。因此如何有效识别氯化胆碱的掺假, 得出氯化胆碱的真实含量对于饲料厂来说具有重要的现实意义。笔者根据工作实践, 参考有关资料, 在这面积累了一定经验, 进行以下总结。

目前国内通常有四种测定 50% 氯化胆碱粉剂

收稿日期: 2002-03-18

中氯化胆碱含量的方法: ①非水滴定法; ②银量法; ③定氮法; ④四苯硼钠重量法。

## 1 方法介绍

### 1.1 非水滴定法(GB10818-89)

称取 80℃ 下干燥 3 小时的样品 0.7g(称准至 0.0002g), 置于 250mL 三角瓶中, 加甲醇 40mL, 充分摇动 30 分钟后过滤, 再分别用 20、15、15mL 甲醇洗涤沉淀三次, 将滤液和洗液合并, 在水浴上蒸发至干, 备用。在上述三角瓶中加入 20mL 冰乙酸使溶解, 再加 2mL 乙酸酐, 10mL 乙酸汞试液和两滴结晶紫指示液, 摇匀, 用高氯酸标准溶液滴定至溶液呈纯蓝色。同时做空白试验。

### 1.2 银量法(莫尔法)

称取样品 1.4g(称准至 0.0002g), 置于 100mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 放置 20 分钟, 过滤, 弃去初滤液, 准确量取续滤液 50mL 于 250 mL 三角瓶中, 加铬酸钾指示液 0.5mL, 用 0.1mL 硝酸银标准溶液滴定至呈红色即为终点。同时进行空白试验。

### 1.3 定氮法

第一, 称取样品 3g(称准至 0.0002g), 置于 250mL 干燥的三角瓶内, 加水 100mL, 充分振荡 15 分钟, 过滤, 吸取滤液 10mL, 按凯氏定氮法先消化再蒸馏测其总氮量(N<sub>d</sub>)。

第二, 另取滤液 10mL 于消化管内, 加水 20mL, 加 400g/L 的 NaOH 溶液 20mL, 直接在定

糖蛋白质复合物与霉菌毒素结合, 从而减少毒素在肠道的吸收; 同时酵母能提供多种酶, 这些酶在一定程度上使霉菌毒素分解, 减少霉菌毒素对动物的毒害作用。

霉菌毒素的危害还远没有被饲料企业和养殖场深刻地理会, 每年给我国的饲料企业及养殖场带来

了很大的经济损失。因此各地(特别是南方地区)要加强对霉菌毒素危害的认识, 从饲料原料入手, 在饲料生产的各个环节加强管理, 并加强对饲料中霉菌及其霉菌毒素污染的监测, 科学地选择防霉剂及霉菌毒素吸附剂, 从而最大限度地减轻霉菌毒素对畜禽养殖业乃至人类健康的毒害作用。

氮仪上蒸馏,测定其含氮量( $N_0$ )。

第三、再取滤液 10mL 于消化管内,加 400g/L 的 NaOH 溶液 5mL,在电炉上蒸馏至无碱性气体跑出(pH 试纸呈中性),按凯氏定氮法先消化再蒸馏测其含氮量( $N_1$ )。

#### 1.4 四苯硼钠重量法

精确称取样品 1g(称准至 0.0002g),置于 100mL 容量瓶内,加水 80mL 充分摇动 20 分钟,用水定容,过滤,弃去初滤液,准确量取续滤液 10mL 于 100mL 烧杯中,加水 20mL,1 滴 10%  $AlCl_3$  溶液,20mL 2% 四苯硼钠溶液,振荡 30 分钟,在预先称好重量的 G4 砂芯漏斗上过滤,置 105℃ 恒温干燥箱中烘至恒重。计算:氯化胆碱重量  $W_1$  = 残渣重(g)  $\times 0.3298 \times 100/10$

氯化胆碱含量(%) =  $W_1 \times 100/\text{样品重}$

#### 2 实验室测氯化胆碱的真实含量

上述四种检测方法中前三种都不是针对氯化胆碱的特定结构或特异理化性质而建立的,四苯硼钠法会受到  $K^+$ 、 $NH_4^+$  干扰,对于不同的掺假物,用其中一种方法检测不一定能够识别,因此在具体检测中不同样品应具体对待。下面就如何利用各检测方法进行氯化胆碱粉剂原料的掺假识别进行总结。

##### 2.1 高氯酸滴定法

虽然不是氯化胆碱的特异性反应,但在用此法检测时,对于真正的氯化胆碱粉剂原料,溶剂蒸发完后,三角瓶瓶壁附着物呈半透明的结晶物,冰乙酸溶解后溶液澄清,滴定终点明显。若瓶壁附着物为较厚的一层不透明物,冰乙酸溶解后溶液混浊,且滴定终点不明显,尽管最终也能变成终点的颜色,但不是在一滴之间突然飞跃,对该样品的真实性就值得怀疑。

##### 2.2 定氮法

对于上述方法检测可疑的样品,用定氮法进行检测。根据氯化胆碱的分子式  $C_5H_{14}NClO$ (其分子量为 139.63),理论上 50% 的粉剂原料含氮量为 5%,因此若含氮量  $N_0$  很低,可以断定为掺假样品。正常情况下  $N_0$  很低,一般不超过 0.1%,相当于一般试验的空白值,  $N_1 \approx N_0$ 。若不是这样,则为掺假样品。下面是笔者在日常工作中所遇到的一些样品定氮法的检测情况,见表 1。

样品 1 中,  $N_0 \approx N_1$ ,说明样品中几乎全是三甲胺、铵盐或其它可与氢氧化钠反应产氨的含氮物,

为假的氯化胆碱;样品 2 中,  $N_0$  较高,说明该样品中三甲胺残留较高,为不合格的氯化胆碱;样品 3 中,  $N_1 \approx N_0$ ,可以断定该样品中没有掺入铵盐、三甲胺或其它可以与氢氧化钠反应产氨的含氮物。对于此样品,需进一步用重量法测定。我们曾遇到一个样品,用定氮法、银量法测定含量均正常,用高氯酸法滴定时滴定终点不太明显,这三种方法测定结果均在 55% 左右,但用重量法测定时氯化胆碱含量只有 27.1%,为掺假样品。

表 1 一些样品定氮法的检测情况

在检测中我们还发现用重量法、高氯酸法、银量法检测合格,用定氮法却发现为掺假样品。  $N_0$  很高,  $N_0 \approx N_1$ 。

#### 3 结论

目前市场上利用国家标准检测氯化胆碱含量方法的局限性,掺假现象五花八门。针对不同的掺假情况,用上述其中一种方法不一定都能识别,通常用不同方法逐步排除。因此对于一个氯化胆碱粉剂原料,不能根据国家标准检测合格就算完事,还需用不同的方法进一步验证。特别是在一个样品用高氯酸滴定终点不明显时,更需认真对待,用其它几种方法进行验证。只有四种方法检测结果一致,才能下合格的结论,保证检验结果的准确性。

### 奶牛为龙头 致富有奔头

山西省畜牧局国营忻定原良种奶牛总场下设八个奶牛分场,因城区规划,现决定出售大小黑白花奶牛 1000 头,任客户在奶牛场自由选购,以质论价,先货后款,本场免费定胎、检疫和一切奶牛所需手续,必要时可带技术员一名,挤奶工两名随车路途护理,保送到家,指导、传授技术,欢迎来人来电咨询考购。忠告:本场未委托任何人在任何地方设接待站,见场长身份证为准。

场址:山西省太原市北郊鑫台路 53 号

场长:王文财

畜牧师:罗树林

咨询电话:0350-3670028(办兼传真)