中华人民共和国农业行业标准

《饲料原料 葡萄糖胺盐酸盐》

编制说明

（送审稿）

上海市兽药饲料检测所

《饲料原料　葡萄糖胺盐酸盐》标准编制组

二〇一八年十二月

标准项目名称：《饲料原料 葡萄糖胺盐酸盐》

标准项目计划编号：农财发（2015）49 号 2015-10

承担单位：上海市兽药饲料检测所

编制组主要成员：黄士新、商军、曹莹、陆淳、华贤辉、张浩然、张亦菲、田恺、孙冰清、王博

目　录

一、标准制定背景及任务来源 1

（一）标准制定背景 1

（二）任务来源 1

二、主要工作过程 1

（一）成立标准编制小组 1

（二）查询国内外相关标准和文献资料 2

（三）确定标准制定技术路线，制定原则 2

（四）开展企业及市场调研、进行论证实验，确定了葡萄糖胺盐酸盐的技术要求 2

（五）编写标准征求意见稿 2

（六）组织专家进行预审 3

（七）修改征求意见稿，形成送审稿 3

三、葡萄糖胺盐酸盐的生产及样品采集情况 3

（一）生产工艺 3

（二）样品采集情况 4

四、标准编制原则和主要技术内容确定的依据 5

（一）标准编制原则 5

1 以科学为依据 5

2 以保障饲料质量安全、保护人民健康为原则 5

3 体现适用性 6

4 与国际标准接轨 6

（二）主要技术内容确定的依据 6

1 与国内外相关标准的对比情况 6

2 标准编写格式的依据 10

3 外观与性状 10

4 鉴别试验 11

5 理化指标 22
5.1 葡萄糖胺盐酸盐含量的测定 22
5.2 水分的测定 24
5.3 比旋光度的测定 28
5.4 粗灰分的测定 30
5.5 pH 值 33
5.6 氯化物（以 Cl 计）测定 34
6 卫生指标 36
6.1 总砷的测定 36
6.2 铅的测定 36
6.3 铬的测定 36
6.4 氟的测定 37
6.5 霉菌总数 37
6.6 细菌总数 37
6.7 沙门氏菌 37
7 保质期的确定 38
8 葡萄糖胺盐酸盐测定结果汇总及评价 38
五、采用国际标准 41
六、与有关现行法律、法规和强制性标准的关系 41
七、重大分歧意见的处理经过和依据 41
八、作为强制性标准或推荐性标准的建议 41
九、贯彻标准的要求和措施建议 42
十、废止现行有关标准的建议 42
十一、其他应予说明的事项 42
参考文献 43
附件 43
附件 1 征求意见汇总处理表 44

附件 2　预审审查意见 50
附件 3　加速稳定性试验数据汇总 52
附件 4　国外标准文献资料 56

《饲料原料　葡萄糖胺盐酸盐》
农业行业标准制定的编制说明

一、标准制定背景及任务来源

（一）标准制定背景

葡萄糖胺盐酸盐是壳聚糖和壳质结构的一部分，由甲壳类动物和其它节肢动物的外骨骼经水解制备或由粮食（如玉米或小麦）发酵生产，作为允许使用的饲料原料产品收载于农业部公告第 1773 号《饲料原料目录》中，但目前该产品未有相关的国家或行业标准，不利于对该产品的市场监管，规范市场行为及公平贸易。为此，需制定该产品的国家或行业标准。饲料安全即食品安全的概念在世界范围内已成为共识。饲料原料是饲料的核心，饲料原料的质量安全直接影响饲料产品的质量安全。为此，通过制定《饲料原料 葡萄糖胺盐酸盐》的行业标准，可科学介定该产品的技术要求，确保该产品的安全性，对动物食品的安全具有十分重要意义。

（二）任务来源

根据农业行业标准化管理委员会国标委综合[2014]67 号文《农业行业标准委关于下达 2014 年第一批农业行业标准制修订计划的通知》，上海市兽药饲料检测所承担了《饲料原料　葡萄糖胺盐酸盐》农业行业标准制定工作[项目编号：农财发（2015）49 号 2015-10]，该标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

二、主要工作过程

（一）成立标准编制小组

2017 年 10 月，上海市兽药饲料检测所接到《饲料原料　葡萄糖胺盐酸盐》行业标准制定项目任务后，对该标准的具体工作进行了认真研究，确定了总体工

作方案，并组建了标准编制组。

（二）查询国内外相关标准和文献资料

2017 年 11 月～12 月，本标准编制组成员查询和收集了国内外相关标准和文献资料，确立了建立标准的指导思想，制定了标准的技术路线，形成了开题报告和标准草案，并制定了初步的实验方案。

（三）确定标准制定技术路线，制定原则

2018年1月～2018年3月，上海市兽药饲料所召开了标准开题论证会，会上标准编制组介绍了对国内外相关分析方法的研究，标准制定的技术路线和技术难点，以及拟开展的主要工作等内容。

（四）开展企业及市场调研、进行论证实验，确定了葡萄糖胺盐酸盐的技术要求

2018 年 4 月～2018 年 7 月，在查询、收集国内外相关标准、文献和技术资料的基础上，对国内主要葡萄糖胺盐酸盐生产企业进行了调研，听取了相关生产企业在标准制定过程中的建议和意见，并在结合目前国内市场产品的实际情况，初步确定了产品的质量技术指标和相应的试验方法，形成了标准草案。之后，工作组对标准草案进行了多次讨论研究，同时对标准中采用的试验方法进行了对比验证工作，积累了检验数据。经认真研究分析，初步完成了标准文本及编制说明的征求意见稿。

（五）编写标准征求意见稿

2018年8月～2018年10月，征求发函了36个相关质检单位和企业，其中回函单位和企业33个，未回函3个；提出意见单位26个，无意见单位7个。共提出意见46条，采纳29条，部分采纳或不采纳17条。根据征求的相关质检单位和企业的意见基础上，对标准内容进行了补充完善，在此基础上，编写完成了《饲料原料 葡萄糖胺盐酸盐》标准文本及编制说明的征求意见稿。

（六）组织专家进行预审

2018年11月15日，上海市兽药饲料检测所组织专家对其负责起草的农业行业标准《饲料原料 葡萄糖胺盐酸盐》（征求意见稿）进行了预审查，共提出7条修改意见（见附件2）。与会专家一致同意标准按照预审意见对征求意见稿进行修改后，形成送审稿报全国饲料工业标准化技术委员会秘书处。

（七）修改征求意见稿，形成送审稿

2018年12月，根据预审查会专家组提出的修改意见，对征求意见稿进行了修改，形成了标准文本和编制说明的送审稿。修改的内容为：（1）删去“1范围”中“或由葡萄糖发酵”；（2）修改“3化学名称、分子式、相对分子质量和结构式”中化学名称为“D-葡萄糖胺盐酸盐”；（3）删去了“4.3卫生指标”中表2，并删去相应的6.10至6.12项；（4）在“6.3葡萄糖胺盐酸盐含量的测定”项目中增加了“电位滴定法”，并增加了相应的验证和测定数据；（5）删去了“7.2出厂检验”项目“细菌总数”。（6）删去了“8.5保质期”中，具体的保质日期；（7）完善了编制说明，并按GB/T 20001.10-2014和GB/T1.1-2009规范标准文本。

三、葡萄糖胺盐酸盐的生产及样品采集情况

（一）生产工艺

目前，国内外葡萄糖胺盐酸盐的传统生产方法有生物提取法和化学合成法两种，其中生物提取法为主要生产方法。生物提取法是指先从甲壳类动物和其它节肢动物的外骨骼中提取甲壳素或壳聚糖，再经盐酸水解而成葡萄糖胺盐酸盐。主要生产工艺见图1。

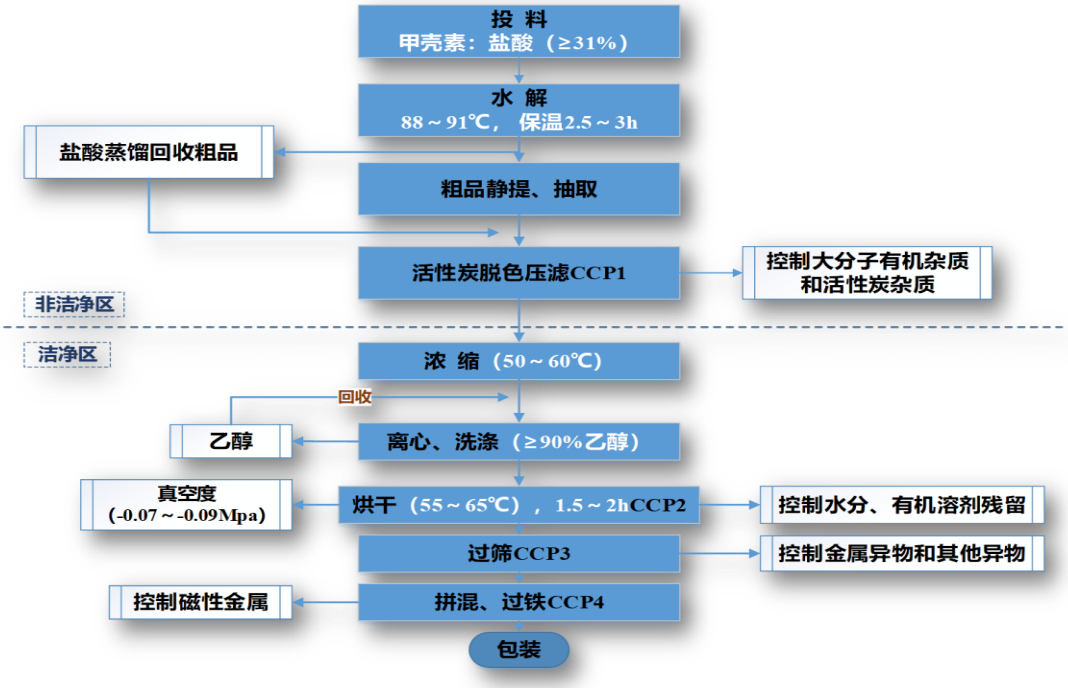


图 1　葡萄糖胺盐酸盐生产工艺流程图

（二）样品采集情况

国内生产葡萄糖胺盐酸盐一些典型的企业情况，见表 1；分别采集了福建石狮华宝集团公司、扬州日兴生物科技股份有限公司和江苏澳新生物工程有限公司生产的 10 批次的葡萄糖胺盐酸盐，具体见表 2。

表 1　一些企业生产葡萄糖胺盐酸盐的情况

企业名称	生产规模	产值	执行标准
福建石狮华宝集团公司	1800 吨/年	1.2 亿	BP、EP、 USP 及企业标准
扬州日兴生物科技股份有限公司	1500 吨/年	1 亿	BP、EP、 USP 及企业标准
江苏澳新生物工程有限公司	1200 吨/年	8 千万	BP、EP、 USP 及企业标准
浙江金壳药业有限公司	3100 吨/年	2 亿	BP、EP、 USP 及企业标准

表 2　样品采集情况

样品来源	企业编号	批号	样品编号
福建石狮华宝集团公司	企业 1	20180217	1
		20180322	2
		20180525	3
扬州日兴生物科技股份有限公司	企业 2	Y1710015	4
		Y1710023	5
		Y1803001	6
		Y1803002	7
江苏澳新生物工程有限公司	企业 3	20171102	8
		20180116	9
		20180429	10
浙江金壳药业有限公司	企业 4	M-SLAT-1811001	11
		M-SLAT-1811002	12
		M-SLAT-1811003	13

四、标准编制原则和主要技术内容确定的依据

（一）标准编制原则

1 以科学为依据

以科学技术和实验数据为依据，结合产品实际生产情况，经过科学研究而制定。

2 以保障饲料质量安全、保护人民健康为原则

目前，我国葡萄糖胺盐酸盐产品的生产工艺日趋稳定并得到了不断完善，国内外贸易量不断增加。本标准的制定，有利于确保产品质量安全，保障饲料质量安全，保护消费者利益，使葡萄糖胺盐酸盐产品能健康发展，满足国内外贸易的

需求。

3 体现适用性

根据我国葡萄糖胺盐酸盐产品生产经营的现状，提出控制饲料原料葡萄糖胺盐酸盐的通用要求及指标。

4 与国际标准接轨

标准编制工作组对相关的国内外标准、技术资料进行分析、研究，参考了国内外最新的葡萄糖胺盐酸盐质量规格，同时结合国内产品的生产工艺、质量水平及检验水平的实际情况，本着使标准趋向科学性、先进性及合理适用的原则进行了标准制定工作。

（二）主要技术内容确定的依据

本标准的主要技术内容（包括技术要求和试验方法）说明如下：

1 与国内外相关标准的对比情况

本标准为首次制定，经查阅，目前尚无与葡萄糖胺盐酸盐相关的国内标准，与葡萄糖胺盐酸盐相关的国外标准主要有：《美国药典》（USP40-NF35）、《英国药典》（BP 2013）和《欧洲药典》（EP 9）。

饲料原料葡萄糖胺盐酸盐质量标准中技术指标和相应试验方法的对比情况见表 3～表 5。

表 3　葡萄糖胺盐酸盐质量标准理化指标对照表

项目 \ 标准	指　标			
	本标准	**USP 40**	**BP 2013**	**EP 9**
外观与性状	本品为白色或类白色结晶性粉末，无臭，味微甜。	本品为白色或类白色结晶性粉末，无臭，味微甜。	本品为白色或类白色结晶性粉末，无臭，味微甜。	本品为白色或类白色结晶性粉末，无臭，味微甜。
含量（$C_6H_{13}NO_5$・HCl，以干基计）/%	98.0～102.0	98.0～102.0	98.0～102.0	98.0～102.0
比旋光度 / [（°）・dm^2・kg^{-1}]	+70.0～+74.0	+70.0～+73.0	+70.0～+74.0	+70.0～+74.0
水分/%	1.0	1.0	0.5	0.5
澄清度与颜色	澄清、无色	—	澄清、无色	澄清、无色
pH 值	3.0～5.0	3.0～5.0	3.0～5.0	3.0～5.0
氯化物（以 Cl 计）/ %	≤17	—	—	—
粗灰分(灼烧残渣) / %	≤0.1	≤0.1	≤0.1	≤0.1

表 4　葡萄糖胺盐酸盐质量标准卫生指标对照表

项目 \ 标准	指　标			
	本标准	**USP 40**	**BP 2013**	**EP 9**
重金属（以 Pb 计）/ mg/kg	≤10	≤10	≤10	—
总砷（以 As 计）/ mg/kg	≤2	≤3	—	—
铬/ mg/kg	≤5	—	—	—
氟/ mg/kg	≤150	—	—	—
细菌总数/ (CFU /g)	$<2\times10^3$	—	$<2\times10^3$	$<2\times10^3$
霉菌总数/ (CFU /g)	$<2\times10^2$	—	$<2\times10^2$	$<2\times10^2$
大肠埃希菌	不得检出	—	不得检出	不得检出
沙门氏菌/ CFU/25g	不得检出	—	—	—

表 5　葡萄糖胺盐酸盐质量标准试验方法对照表

标准 项目	试验方法			
	本标准	**USP 40**	**BP 2013**	**EP 9**
鉴别试验	（1）红外鉴别 （2）HPLC 鉴别	（1）红外鉴别 （2）氯化物	（1）红外鉴别 （2）氯化物	（1）红外鉴别 （2）氯化物
含量（$C_6H_{13}NO_5 \cdot HCl$，以干基计）/%	HPLC 法	HPLC 法	酸碱滴定法（电位法）	酸碱滴定法（电位法）
比旋光度 / [（°）• dm^2 • kg^{-1}]	（1）100 mg/mL 溶液 （2）放置 3 h	（1）25 mg/mL 溶液 （2）放置 3 h	（1）100 mg/mL 溶液 （2）放置 3 h	（1）100 mg/mL 溶液 （2）放置 3 h
水分/%	在 103℃干燥 4h	在 105℃干燥 2 h	在 105℃干燥 2 h	在 105℃干燥 2 h
澄清度与颜色	100 mg/mL 溶液	—	100 mg/mL 溶液	100 mg/mL 溶液
pH 值	100 mg/mL 溶液	25 mg/mL 溶液	100 mg/mL 溶液	100 mg/mL 溶液
氯化物（以 Cl 计）/ %	$AgNO_3$ 滴定法	—	—	—
粗灰分(灼烧残渣) / %	550±20℃	600±50℃	600±25℃	600±25℃

2 标准编写格式的依据

按照 GB/T 1.1—2009《标准工作导则　第 1 部分：标准的结构和编写》、GB/T 20001.10-2014 《标准编写规则 第 10 部分：产品标准》和 GB/T 20001.4-2015 《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》中给出的规则起草，以增强标准结构和编写的规范性。

3 外观与性状

本标准的外观与性状要求包括了色泽、气味、形态及溶解性。

外观与性状要求为：本品为白色或类白色结晶性粉末，无臭，味微甜；本品在水中易溶，在乙醇中极微溶解。具体测定结果见表 6。

表 6　外观与性状测定结果

样品编号	外观与性状
1	白色结晶性粉末，无臭，味微甜；本品在水中易溶，在乙醇中极微溶解
2	白色结晶性粉末，无臭，味微甜；本品在水中易溶，在乙醇中极微溶解
3	白色结晶性粉末，无臭，味微甜；本品在水中易溶，在乙醇中极微溶解
4	白色结晶性粉末，无臭，味微甜；本品在水中易溶，在乙醇中极微溶解
5	白色结晶性粉末，无臭，味微甜；本品在水中易溶，在乙醇中极微溶解
6	白色结晶性粉末，无臭，味微甜；本品在水中易溶，在乙醇中极微溶解
7	白色结晶性粉末，无臭，味微甜；本品在水中易溶，在乙醇中极微溶解
8	白色结晶性粉末，无臭，味微甜；本品在水中易溶，在乙醇中极微溶解
9	白色结晶性粉末，无臭，味微甜；本品在水中易溶，在乙醇中极微溶解
10	白色结晶性粉末，无臭，味微甜；本品在水中易溶，在乙醇中极微溶解

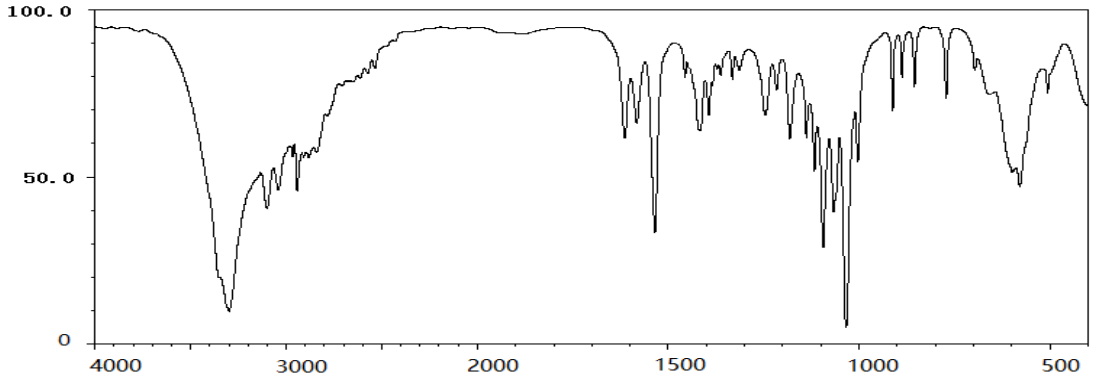
11	白色结晶性粉末，无臭，味微甜；本品在水中易溶，在乙醇中极微溶解
12	白色结晶性粉末，无臭，味微甜；本品在水中易溶，在乙醇中极微溶解
13	白色结晶性粉末，无臭，味微甜；本品在水中易溶，在乙醇中极微溶解

4 鉴别试验

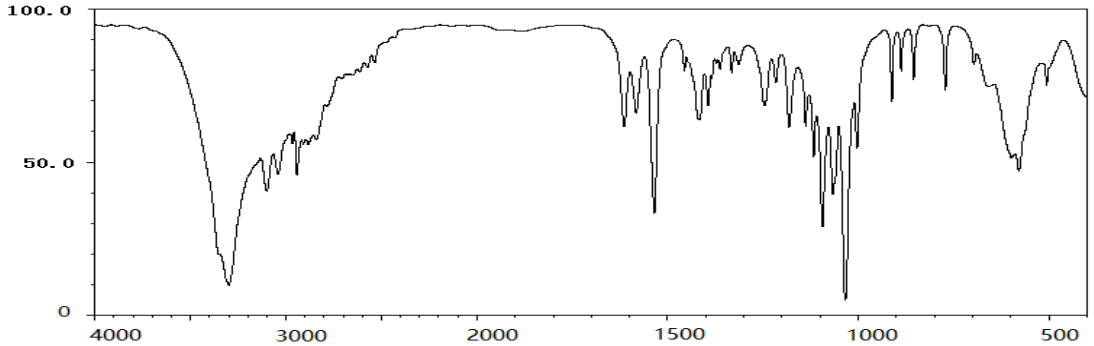
鉴别是确定物质真伪的一种必要手段，本标准鉴别试验分别采用红外鉴别法和 HPLC 法。红外鉴别法采用溴化钾压片法，样品的红外光吸收图谱应与对照的图谱一致；HPLC 法采用试样溶液主峰的相对保留时间应与标准溶液葡萄糖胺盐酸盐色谱峰的保留时间一致。具体测定结果分别见表 7、图 2 和表 8、图 3。

表 7　红外鉴别的测定结果

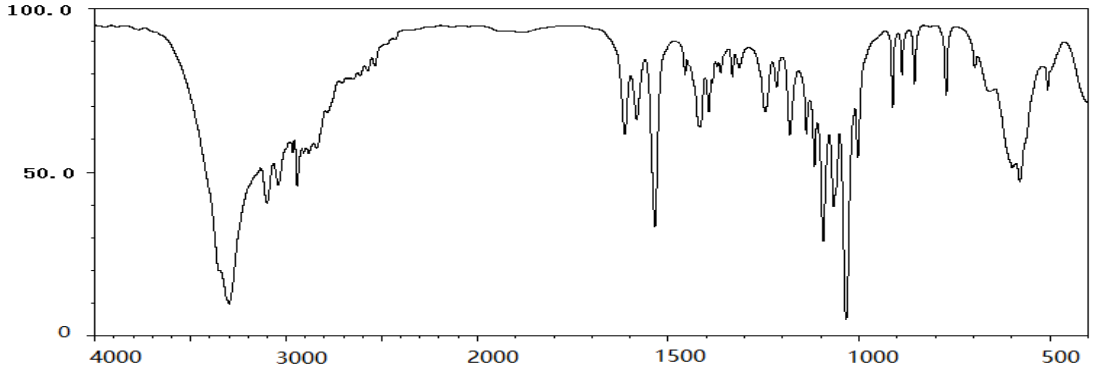
样品编号	鉴别结果
1	与标准品对照的图谱一致
2	与标准品对照的图谱一致
3	与标准品对照的图谱一致
4	与标准品对照的图谱一致
5	与标准品对照的图谱一致
6	与标准品对照的图谱一致
7	与标准品对照的图谱一致
8	与标准品对照的图谱一致
9	与标准品对照的图谱一致
10	与标准品对照的图谱一致
11	与标准品对照的图谱一致
12	与标准品对照的图谱一致
13	与标准品对照的图谱一致


100.0
50.0
0
4000
3000
2000
1500
1000
500

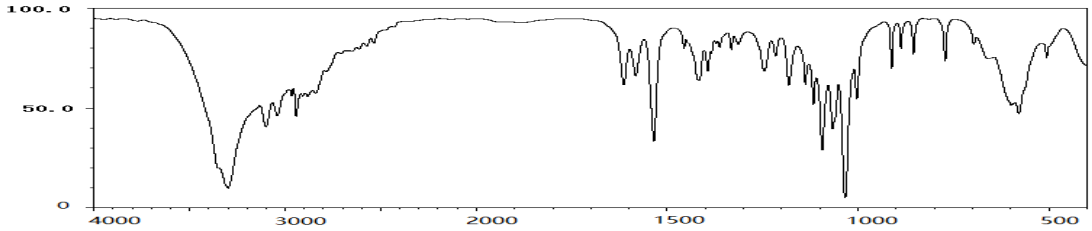
样品 1


100.0
50.0
0
4000
3000
2000
1500
1000
500

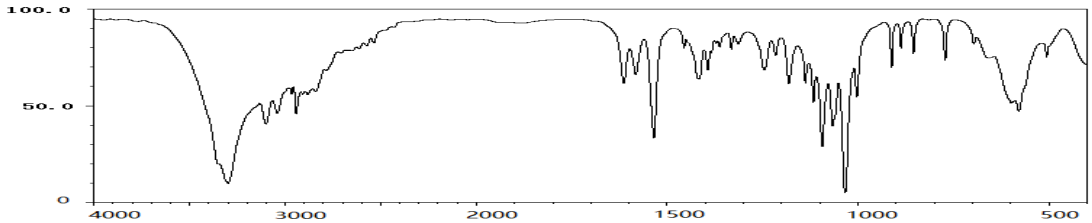
样品 2


100.0
50.0
0
4000
3000
2000
1500
1000
500

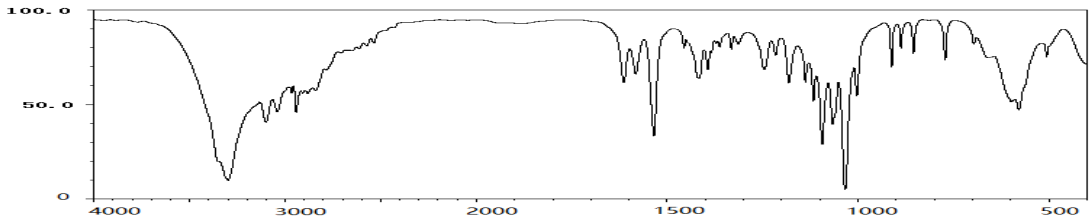
样品 3



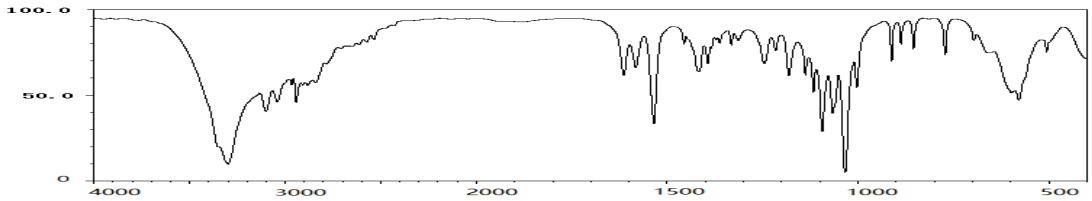
样品 4



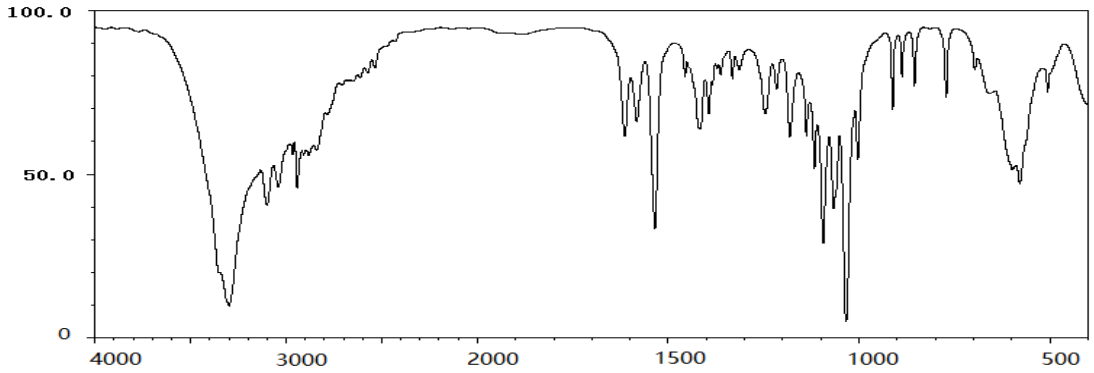
样品 5



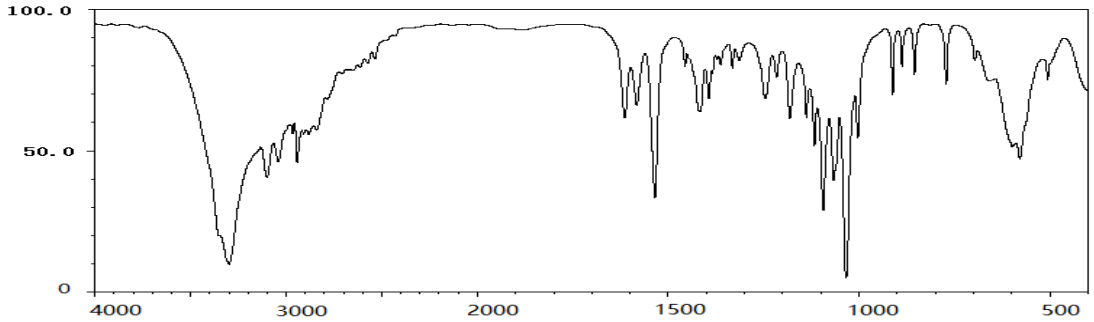
样品 6



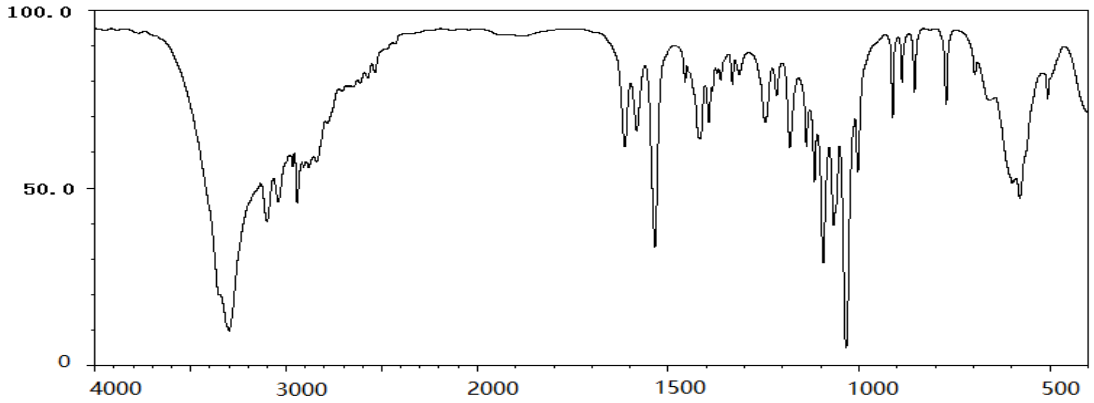
样品 7


100.0
50.0
0
4000
3000
2000
1500
1000
500

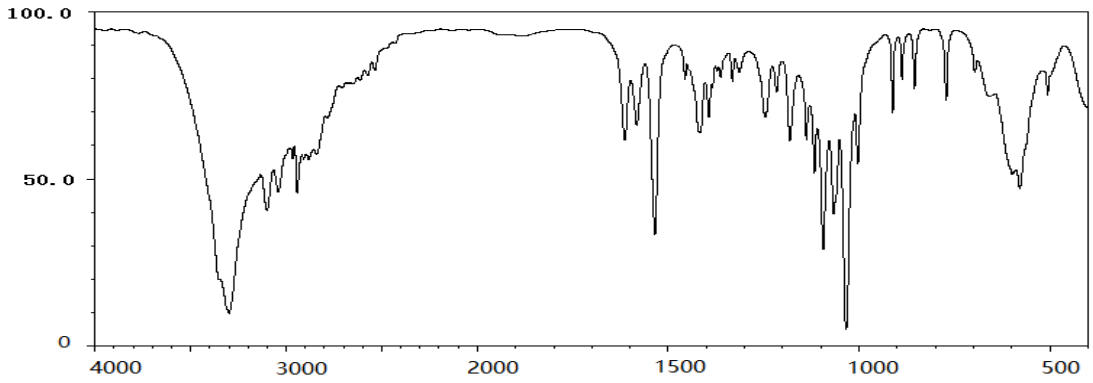
样品 8


100.0
50.0
0
4000
3000
2000
1500
1000
500

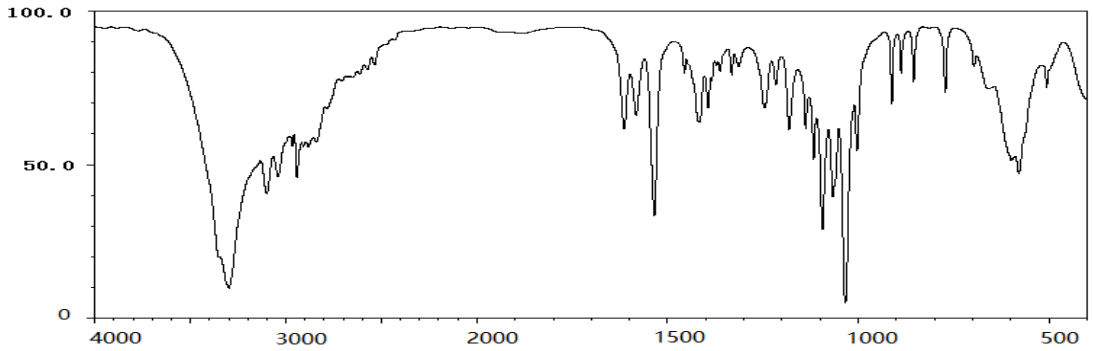
样品 9


100.0
50.0
0
4000
3000
2000
1500
1000
500

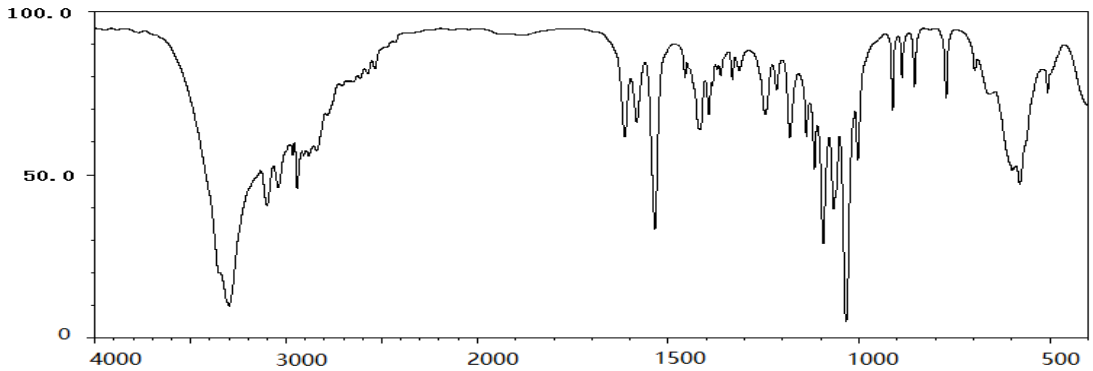
样品 10



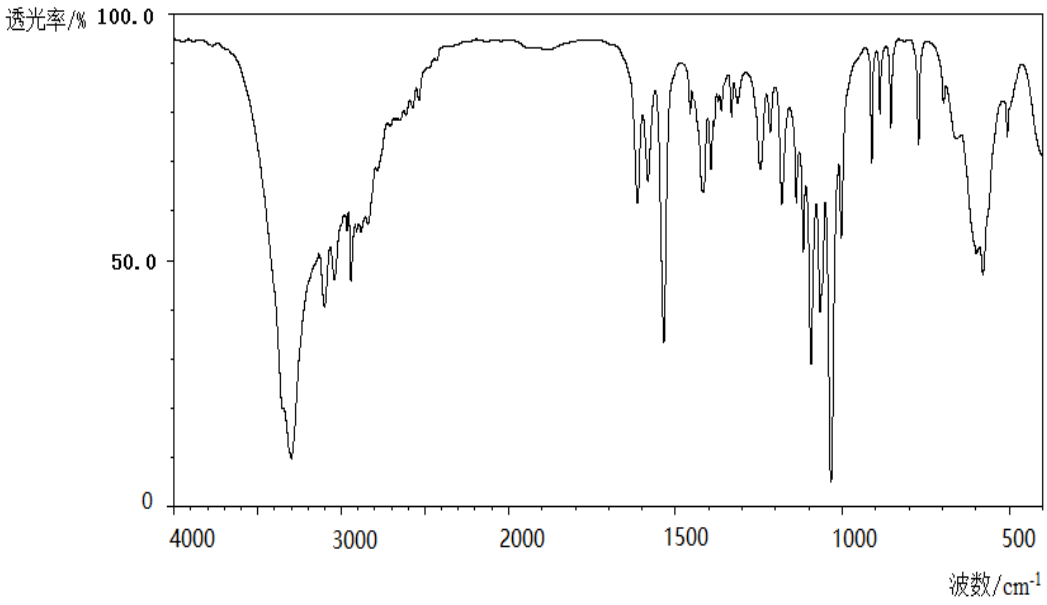
样品 11



样品 12



样品 13

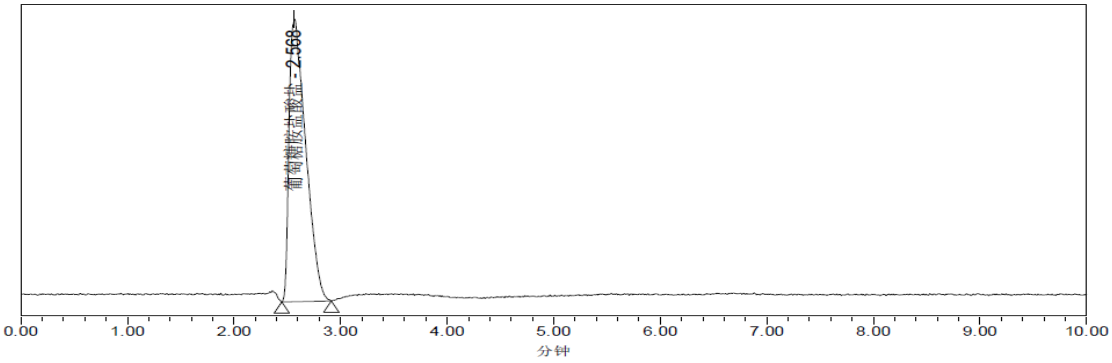


标准品对照的图谱

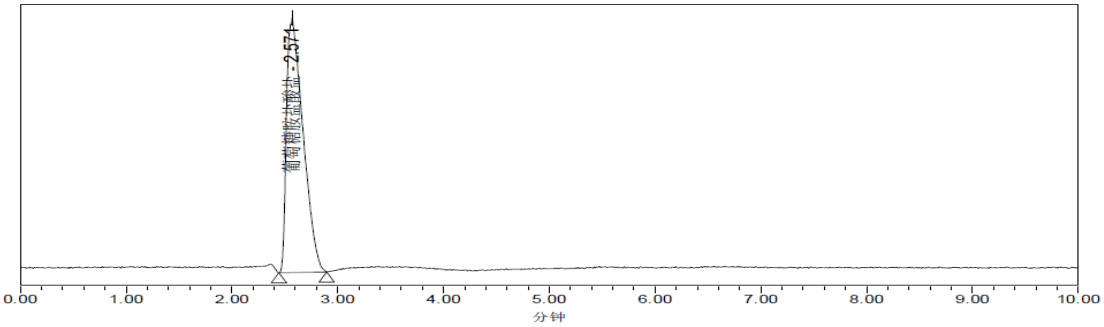
图 2　葡萄糖胺盐酸盐红外光谱鉴别试验图

表 8　HPLC 鉴别的测定结果

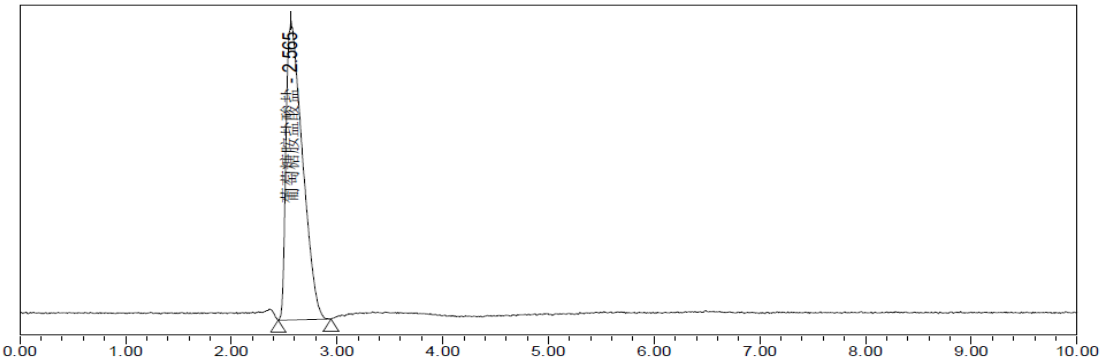
样品编号	鉴别结果
1	试样溶液主峰的相对保留时间与标准溶液葡萄糖胺盐酸盐色谱峰的保留时间一致
2	试样溶液主峰的相对保留时间与标准溶液葡萄糖胺盐酸盐色谱峰的保留时间一致
3	试样溶液主峰的相对保留时间与标准溶液葡萄糖胺盐酸盐色谱峰的保留时间一致
4	试样溶液主峰的相对保留时间与标准溶液葡萄糖胺盐酸盐色谱峰的保留时间一致
5	试样溶液主峰的相对保留时间与标准溶液葡萄糖胺盐酸盐色谱峰的保留时间一致
6	试样溶液主峰的相对保留时间与标准溶液葡萄糖胺盐酸盐色谱峰的保留时间一致
7	试样溶液主峰的相对保留时间与标准溶液葡萄糖胺盐酸盐色谱峰的保留时间一致
8	试样溶液主峰的相对保留时间与标准溶液葡萄糖胺盐酸盐色谱峰的保留时间一致
9	试样溶液主峰的相对保留时间与标准溶液葡萄糖胺盐酸盐色谱峰的保留时间一致
10	试样溶液主峰的相对保留时间与标准溶液葡萄糖胺盐酸盐色谱峰的保留时间一致
11	试样溶液主峰的相对保留时间与标准溶液葡萄糖胺盐酸盐色谱峰的保留时间一致
12	试样溶液主峰的相对保留时间与标准溶液葡萄糖胺盐酸盐色谱峰的保留时间一致
13	试样溶液主峰的相对保留时间与标准溶液葡萄糖胺盐酸盐色谱峰的保留时间一致


葡萄糖胺盐酸盐 - 2.568
0.00
1.00
2.00
3.00
4.00
5.00
6.00
7.00
8.00
9.00
10.00
分钟

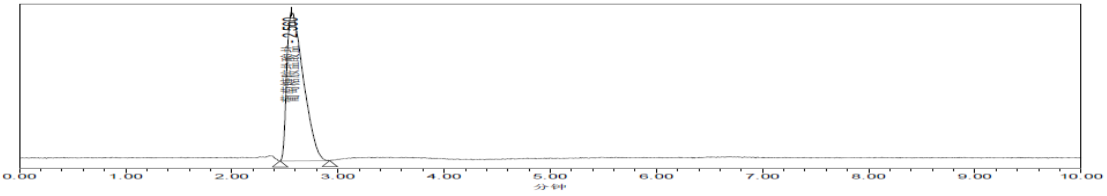
样品 1


葡萄糖胺盐酸盐 - 2.571
0.00
1.00
2.00
3.00
4.00
5.00
6.00
7.00
8.00
9.00
10.00
分钟

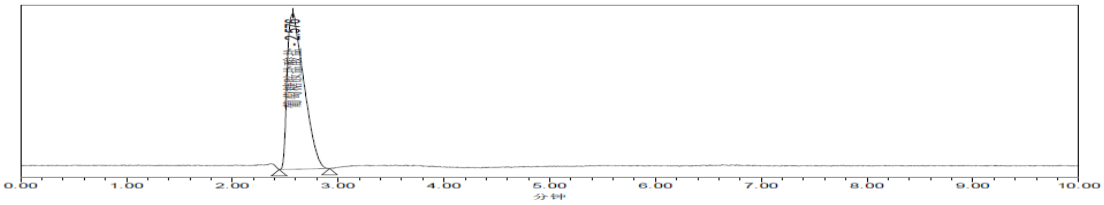
样品 2


葡萄糖胺盐酸盐 - 2.565
0.00
1.00
2.00
3.00
4.00
5.00
6.00
7.00
8.00
9.00
10.00

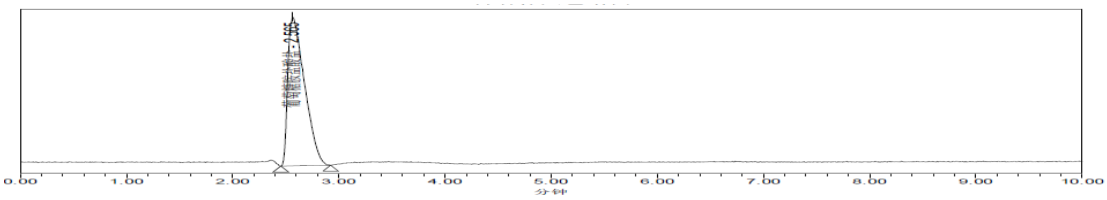
样品 3



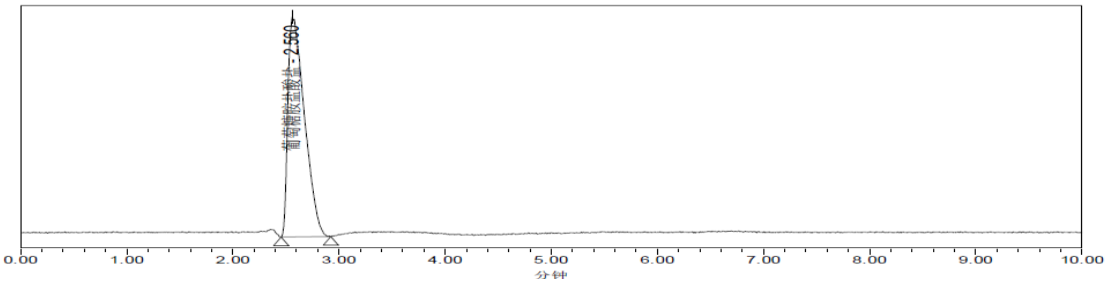
样品 4



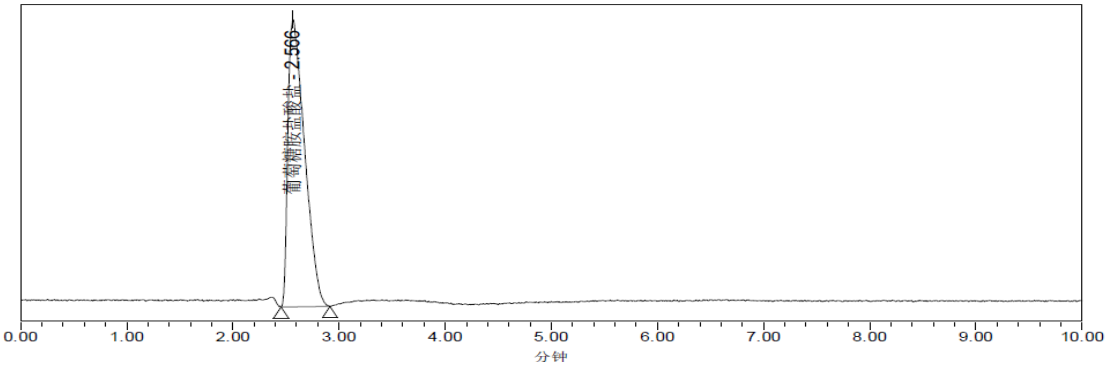
样品 5



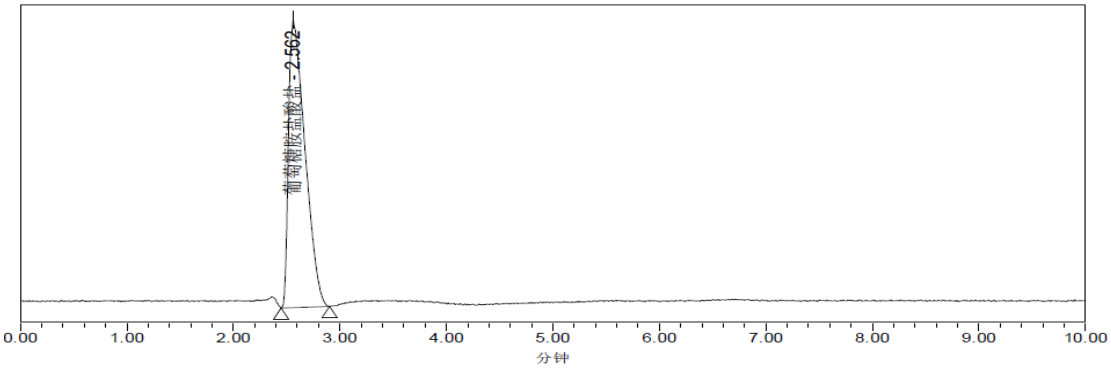
样品 6



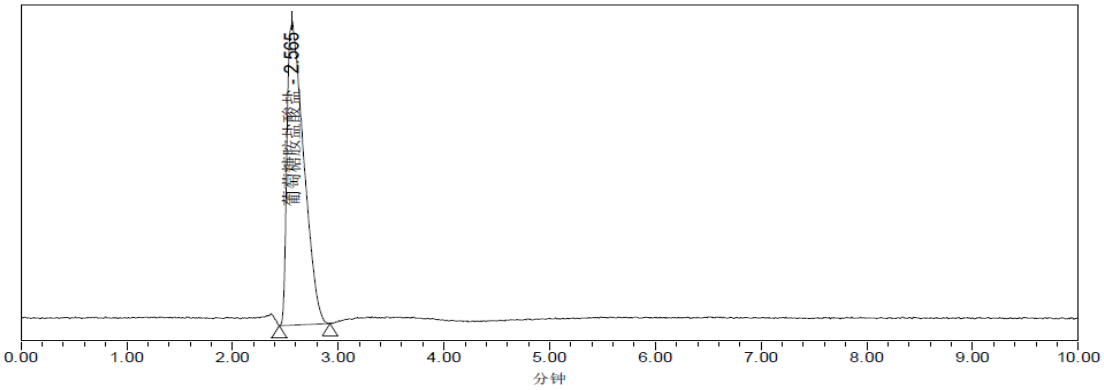
样品 7


葡萄糖胺盐酸盐 - 2.566
0.00
1.00
2.00
3.00
4.00
5.00
6.00
7.00
8.00
9.00
10.00
分钟

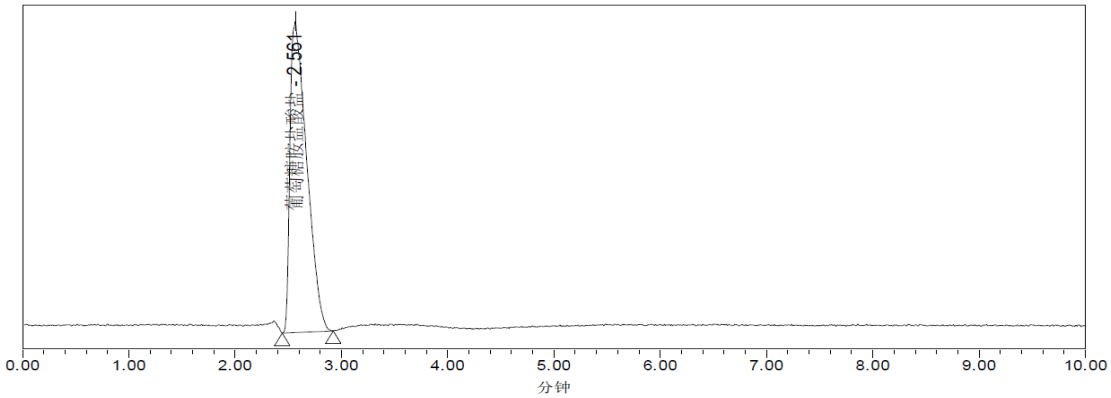
样品 8


葡萄糖胺盐酸盐 - 2.562
0.00
1.00
2.00
3.00
4.00
5.00
6.00
7.00
8.00
9.00
10.00
分钟

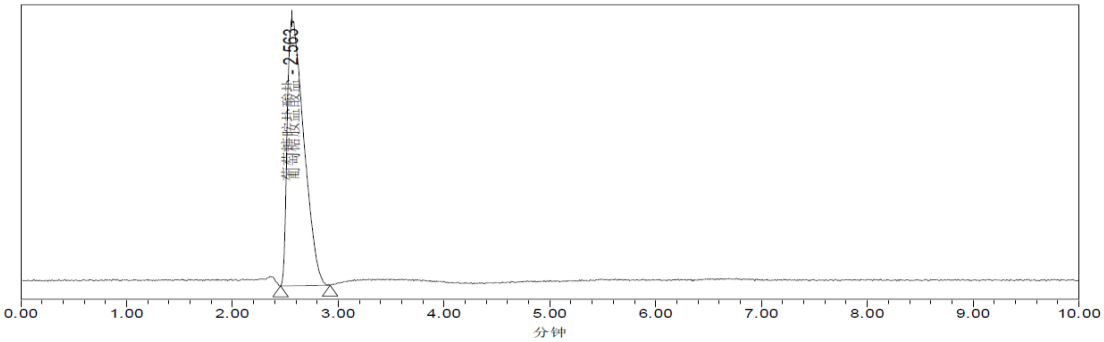
样品 9


葡萄糖胺盐酸盐 - 2.565
0.00
1.00
2.00
3.00
4.00
5.00
6.00
7.00
8.00
9.00
10.00
分钟

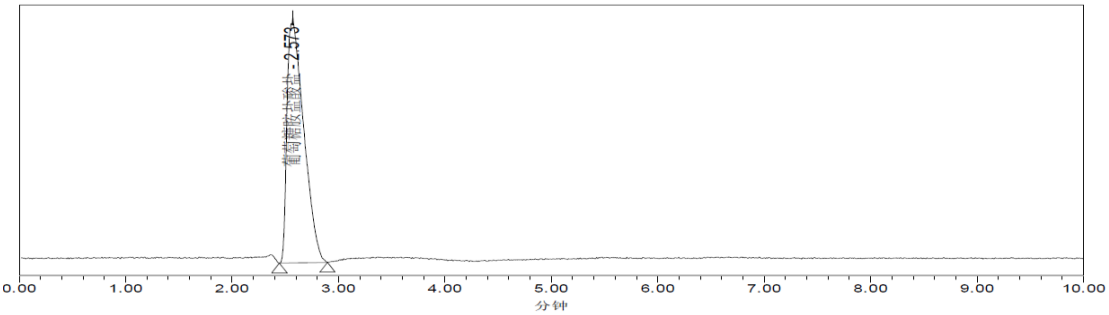
样品 10



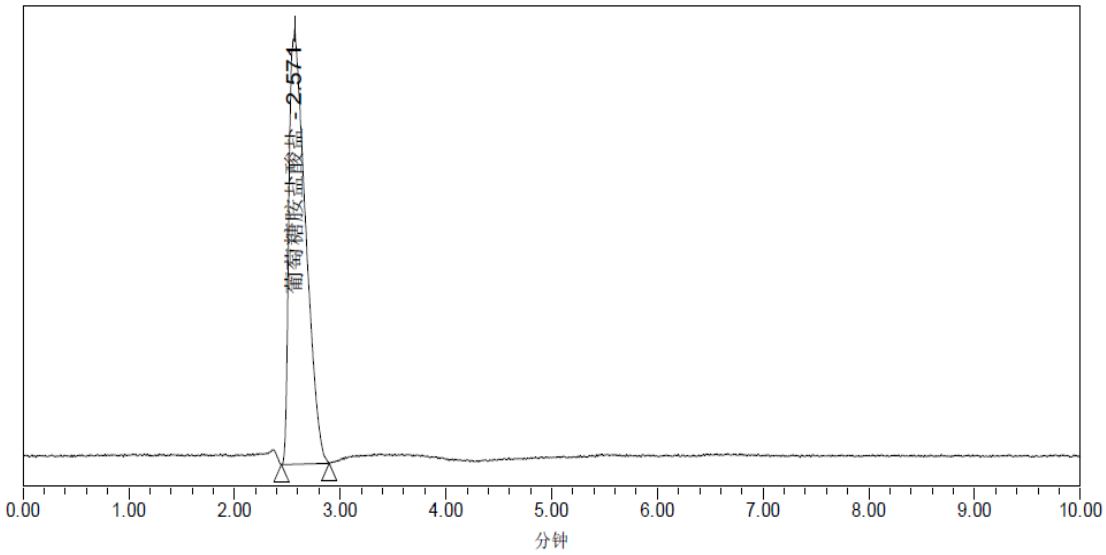
样品 11



样品 12



样品 13



标准品对照的图谱

图 3　葡萄糖胺盐酸盐 HPLC 鉴别试验图

5 理化指标

5.1 葡萄糖胺盐酸盐含量的测定

指标要求与《美国药典》（USP40-NF35）、《英国药典》（BP 2013）和《欧洲药典》（EP 9）一致，按干燥品计为 98.0%～102.0%。本标准的含量测定方法参考了《美国药典》（USP40-NF35）中的 HPLC 方法和《英国药典》（BP 2013）和《欧洲药典》（EP 9）中的电位滴定法。

5.1.1 测定方法

按本标准中的“6.3 葡萄糖胺盐酸盐含量的测定”执行测定。

5.1.2 测定结果

对收集的 13 批次葡萄糖胺盐酸盐含量的测定结果见图 4 和表 9。

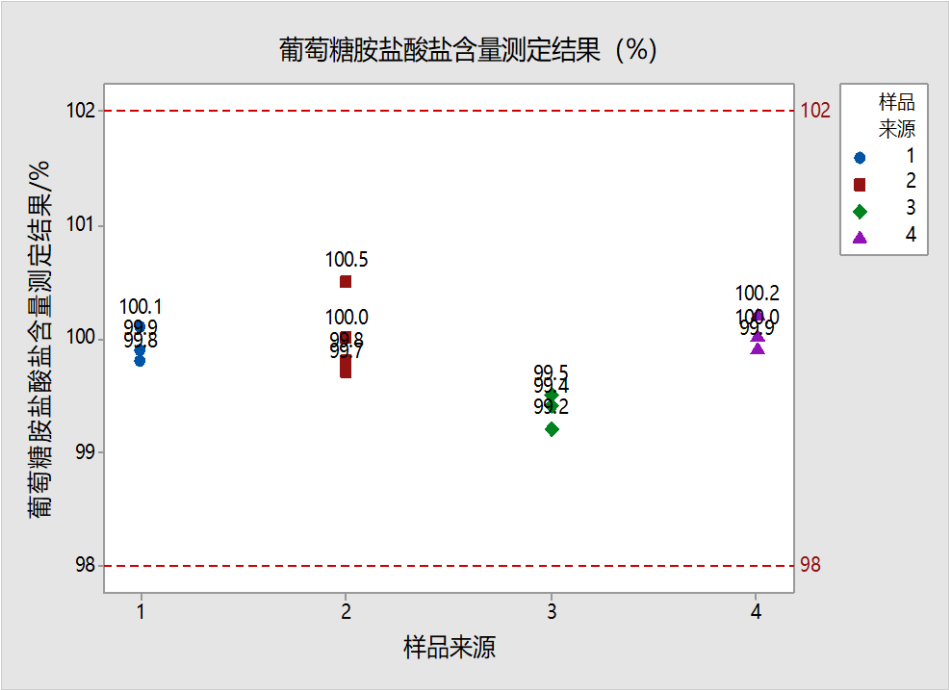


图 4 葡萄糖胺盐酸盐含量测定结果的分布图

5.1.3 HPLC 法和电位滴定法测定结果比较

取 1 号试样和 5 号试样，采用《英国药典》（BP 2013）中电位滴定法与本标准的 HPLC 法分别对葡萄糖胺盐酸盐含量的测定结果进行比较。

5.1.3.1 测定结果比较图

1 号试样和 5 号试样的 HPLC 法和电位滴定法测定结果的比较见图 5 和图 6。

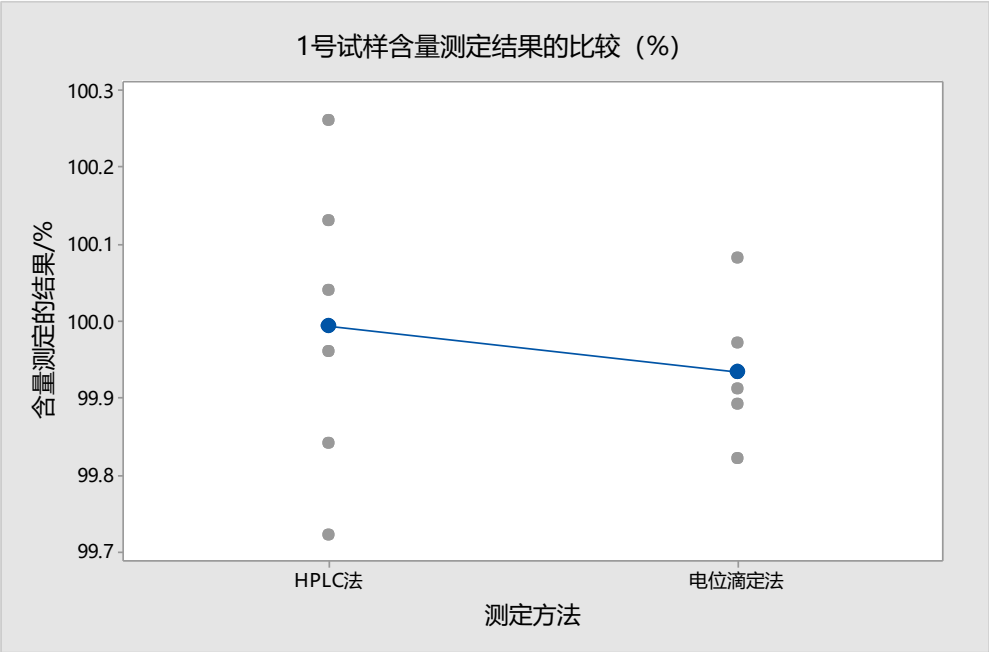


图 5 1 号试样采用 HPLC 法和电位滴定法含量测定结果的比较图

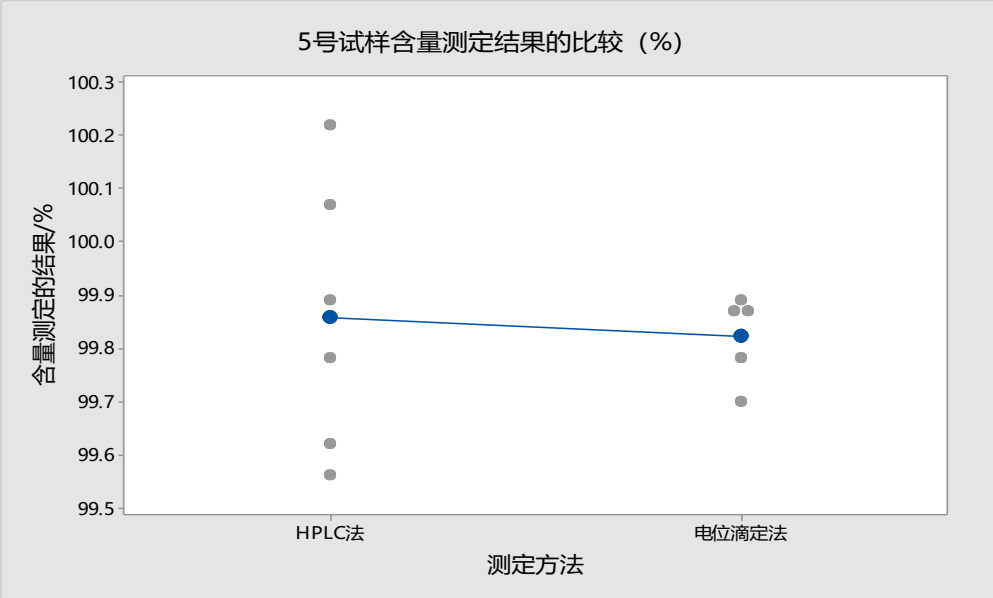


图 6 5 号试样采用 HPLC 法和电位滴定法含量测定结果的比较图

5.1.3.2 统计结果

（1）1 号试样统计结果

方差分析

来源	自由度	Adj SS	Adj MS	F 值	P 值
测定方法	1	0.01021	0.01021	0.44	0.520
误差	10	0.22942	0.02294		
合计	11	0.23963			

（2）5 号试样统计结果

方差分析

来源	自由度	Adj SS	Adj MS	F 值	P 值
测定方法	1	0.003675	0.003675	0.10	0.754
误差	10	0.354417	0.035442		
合计	11	0.358092			

5.1.3.3 结论

由统计结果可知，采用 HPLC 法和电位滴定法测定试样中葡萄糖胺盐酸盐含量的结果无显著差异（P=0.520，0.754>0.05）

5.2 水分的测定

指标要求与《美国药典》（USP40-NF35）一致，为≤1.0%。

5.2.1 测定方法

按按 GB/T 6435-2014《饲料中水分的测定》中“8.1 直接干燥法”执行测定。

5.2.2 测定结果

对收集的 13 批次葡萄糖胺盐酸盐水分的测定结果见图 7 和表 9。

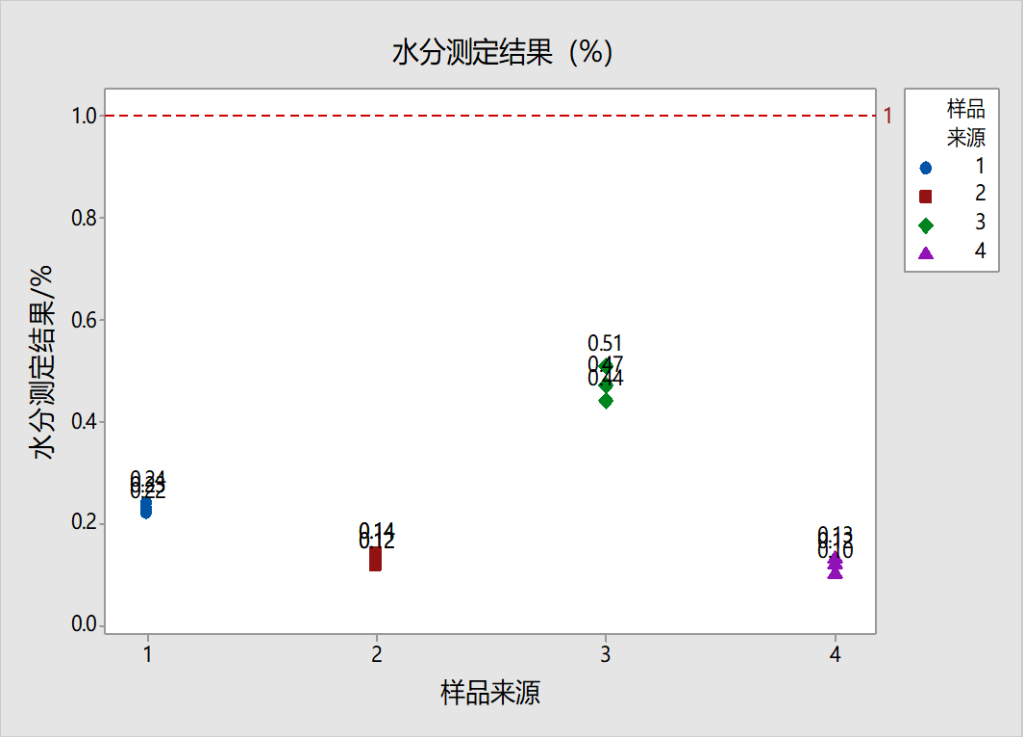


图 7 葡萄糖胺盐酸盐水分测定结果的分布图

表 9　葡萄糖胺盐酸盐水分和含量测定的结果

样品来源	样品编号	水分（%）				葡萄糖胺盐酸盐质量分数（%）（以干基计）				
		I	II	平均值	相对偏差	方　法	I	II	平均值	相对偏差
企业 1	1	0.21	0.23	0.22	9.0	HPLC	99.52	100.16	99.8	0.6
						滴定法	99.32	99.38	99.4	0.06
	2	0.25	0.24	0.24	4.2	HPLC	100.26	100.02	100.1	0.2
						滴定法	99.46	99.32	99.4	0.1
	3	0.24	0.22	0.23	8.6	HPLC	99.79	100.09	99.9	0.3
						滴定法	99.28	99.35	99.3	0.07
企业 2	4	0.12	0.13	0.12	8.3	HPLC	100.34	100.72	100.5	0.4
						滴定法	99.52	99.48	99.5	0.04
	5	0.14	0.14	0.14	0	HPLC	100.47	99.56	100.0	0.9
						滴定法	99.65	99.57	99.6	0.1
	6	0.12	0.13	0.12	8.3	HPLC	99.68	99.92	99.8	0.2
						滴定法	99.58	99.42	99.5	0.2
	7	0.15	0.14	0.14	7.1	HPLC	99.87	99.62	99.7	0.3
						滴定法	99.43	99.51	99.5	0.1
企业 3	8	0.42	0.45	0.44	6.8	HPLC	99.02	99.47	99.2	0.5
						滴定法	99.38	99.46	99.4	0.1
	9	0.50	0.52	0.51	3.9	HPLC	99.69	99.34	99.5	0.4
						滴定法	99.32	99.27	99.3	0.05
	10	0.46	0.48	0.47	4.2	HPLC	99.10	99.68	99.4	0.6
						滴定法	99.58	99.49	99.5	0.1
企业 4	11	0.13	0.13	0.13	0	HPLC	99.82	100.27	100.0	0.4
						滴定法	100.13	100.26	100.2	0.1
	12	0.095	0.10	0.10	5.0	HPLC	100.36	99.95	100.2	0.4
						滴定法	99.86	100.11	100.0	0.2
	13	0.12	0.11	0.12	8.3	HPLC	100.14	99.72	99.9	0.4
						滴定法	100.05	100.26	100.2	0.2

5.2.3 水分测定结果比较

由于《美国药典》（USP40-NF35）、《英国药典》（BP 2013）和《欧洲药典》（EP 9）水分测定均在“105℃，干燥 2 h”，GB/T 6435《饲料中水分的测定》采用在“103℃，干燥 4 h”。为比较测定结果差异，取 1 号试样和 5 号试样，分别采用“在 103℃，干燥 4 h”和“在 105℃，干燥 2 h”对试样的水分进行比较测定。

5.2.3.1 测定结果比较图

1 号试样和 5 号试样的水分测定结果的比较见图 8 和图 9。

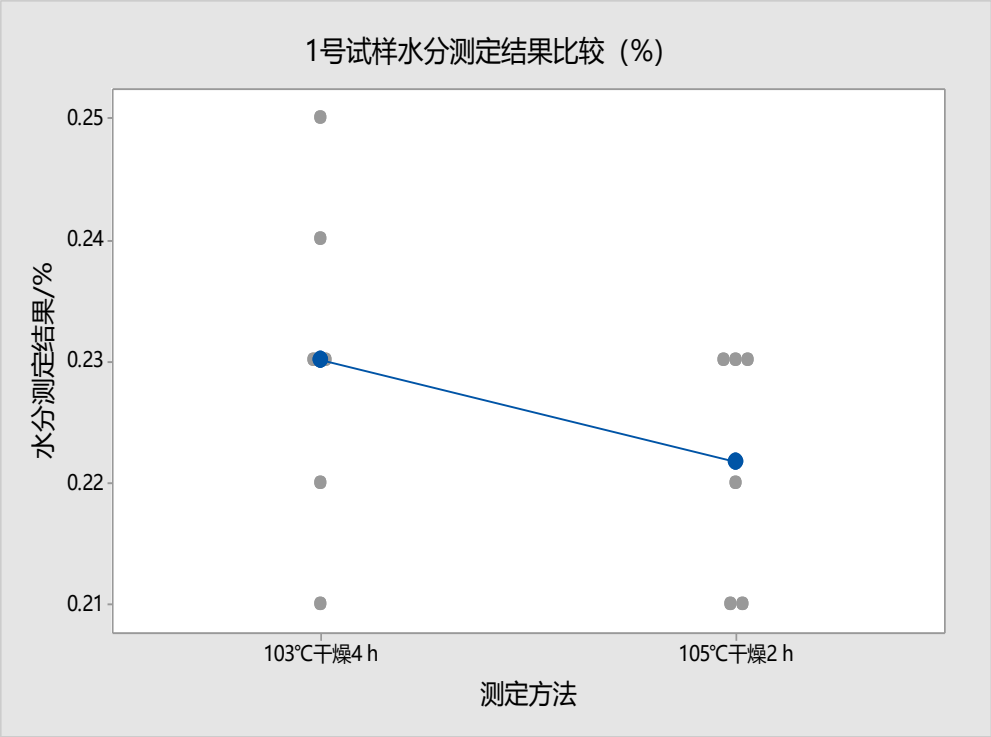


图 8 1 号试样水分定结果的比较图

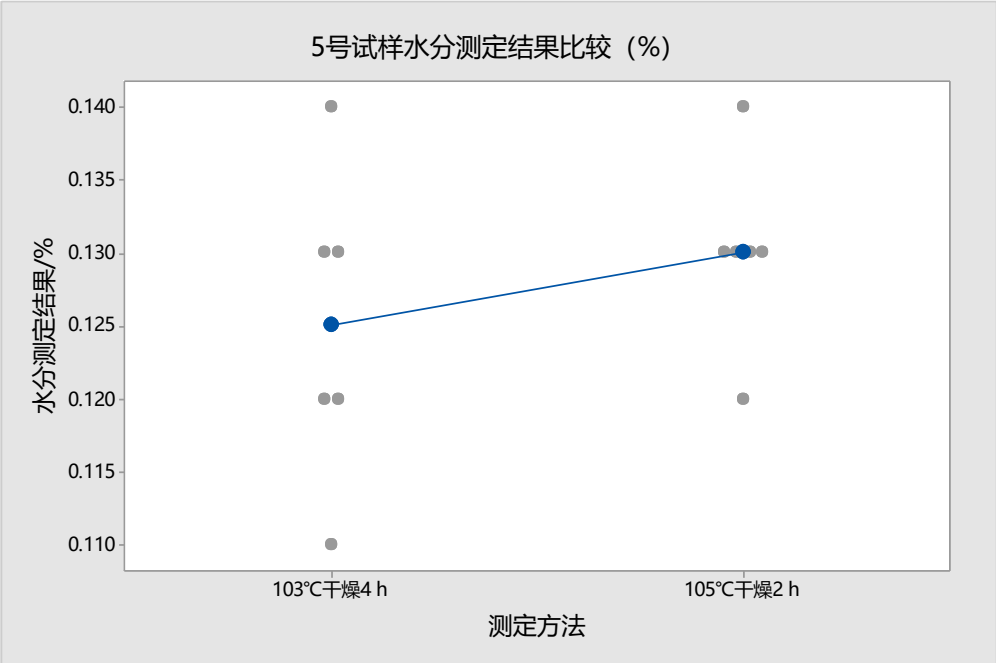


图 9 5 号试样水分定结果的比较图

5.2.3.2 统计结果

（1）1 号试样统计结果

方差分析

来源	自由度	Adj SS	Adj MS	F 值	P 值
测定方法	1	0.000208	0.000208	1.40	0.263
误差	10	0.001483	0.000148		
合计	11	0.001692			

（2）5 号试样统计结果

方差分析

来源	自由度	Adj SS	Adj MS	F 值	P 值
测定方法	1	0.000075	0.000075	1.00	0.341
误差	10	0.000750	0.000075		
合计	11	0.000825			

5.2.3.3 结论

由统计结果可知，采用“在 103℃，干燥 4 h”和“在 105℃，干燥 2 h”对试样水分测定的结果无显著差异（P=0.263，0.341>0.05）。

5.3 比旋光度的测定

指标要求与《英国药典》（BP 2013）和《欧洲药典》（EP 9）一致，为+70.0º～+74.0º

5.3.1 测定方法

按本标准中的“6.4 比旋光度的测定”执行测定。

5.3.2 测定结果

对收集的 13 批次葡萄糖胺盐酸盐比旋光度的测定结果见图 10 和表 10。

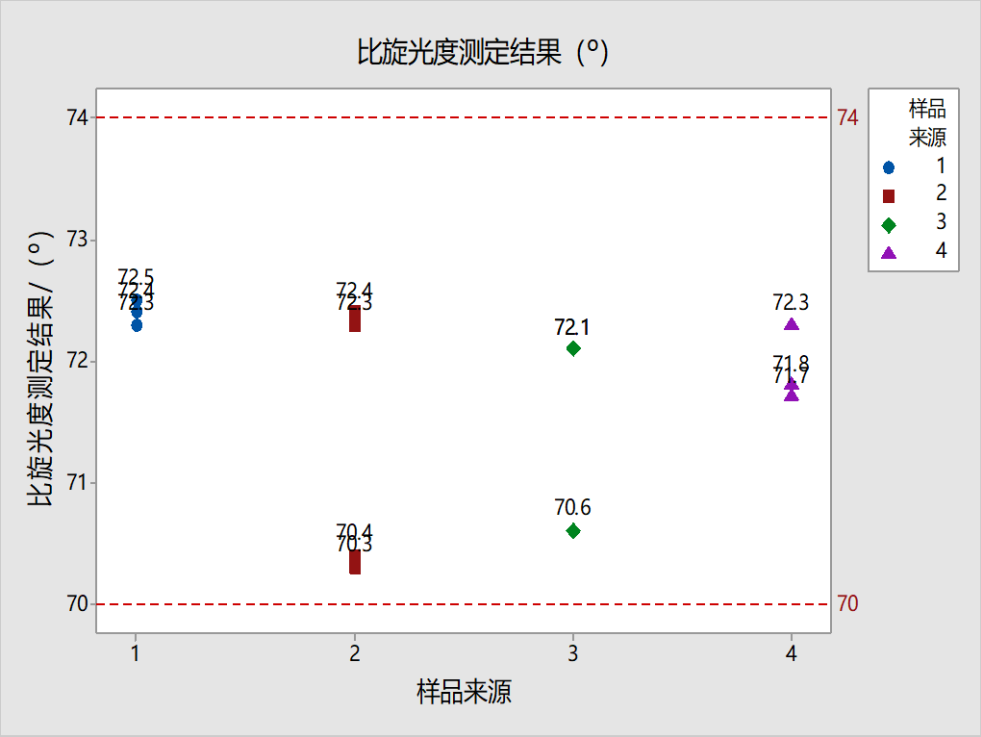


图 10 比旋光度测定结果的分布图

表 10　葡萄糖胺盐酸盐比旋光度测定的结果

样品来源	样品编号	测定次数			平均值（°）
		I	II	III	
企业 1	1	+72.41	+72.46	+72.43	+72.5
	2	+72.31	+72.34	+72.36	+72.4
	3	+72.35	+72.32	+72.34	+72.3
企业 2	4	+70.23	+70.18	+70.26	+70.3
	5	+70.42	+70.36	+70.33	+70.4
	6	+72.36	+72.41	+72.36	+72.4
	7	+72.35	+72.30	+72.37	+72.3

企业 3	8	+72.06	+72.11	+72.02	+72.1
	9	+70.62	+70.58	+70.54	+70.6
	10	+72.08	+72.14	+72.09	+72.1
企业 4	11	+71.84	+71.82	+71.84	+71.8
	12	+71.69	+71.73	+71.71	+71.7
	13	+72.27	+72.30	+72.29	+72.3

5.4 粗灰分的测定

指标要求与《美国药典》（USP40-NF35）、《英国药典》（BP 2013）和《欧洲药典》（EP 9）一致，为≤0.1%。

5.4.1 测定方法

按 GB/T 6438《饲料中粗灰分的测定》执行测定。

5.4.2 测定结果

对收集的 13 批次葡萄糖胺盐酸盐粗灰分的测定结果见图 11 和表 11。

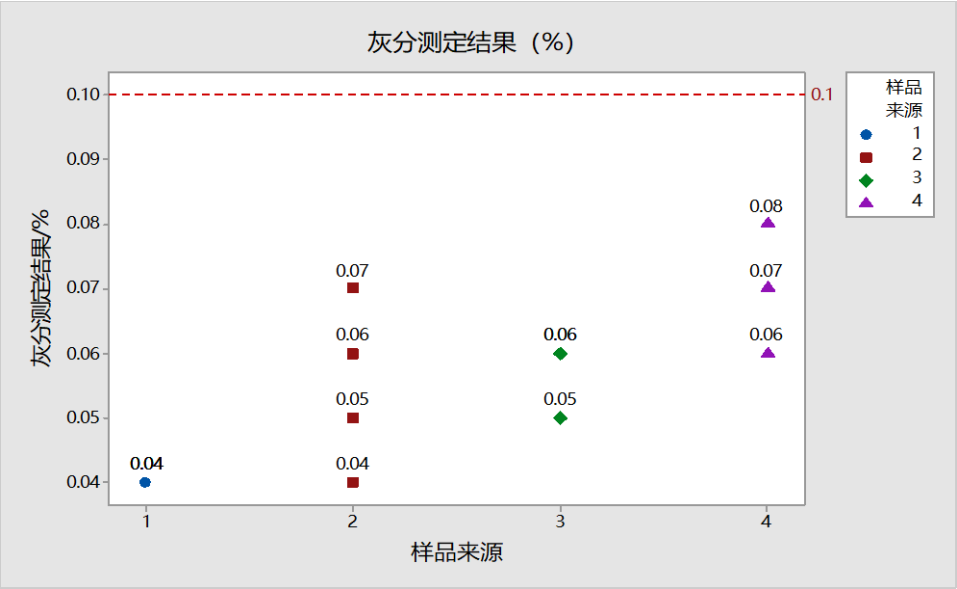


图 11 灰分测定结果的分布图

表11　葡萄糖胺盐酸盐灰分测定的结果

样品来源	样品编号	测定次数		平均值（%）	相对偏差（%）
		I	II		
企业 1	1	0.042	0.038	0.04	10.0
	2	0.038	0.037	0.04	2.5
	3	0.040	0.036	0.04	10.0
企业 2	4	0.052	0.051	0.05	2.0
	5	0.063	0.066	0.06	5.0
	6	0.071	0.073	0.07	2.9
	7	0.044	0.042	0.04	5.0
企业 3	8	0.062	0.058	0.06	6.7
	9	0.060	0.056	0.06	6.7
	10	0.051	0.055	0.05	8.0
企业 4	11	0.068	0.071	0.07	4.3
	12	0.082	0.078	0.08	5.0
	13	0.064	0.059	0.06	8.3

5.4.3 粗灰分测定结果比较

由于 GB/T 6438、《美国药典》（USP40-NF35）、《英国药典》（BP 2013）和《欧洲药典》（EP 9）粗灰灰分测定的灰化温度范围有所不同，为比较差异，分别采用 530℃550℃、575℃、600℃、625℃和 650℃的灰化温度对 1 号试样的粗灰分进行比较测定。

5.4.3.1 测定结果比较图

1 号试样在不同灰化温度的测定结果的比较见图 12。

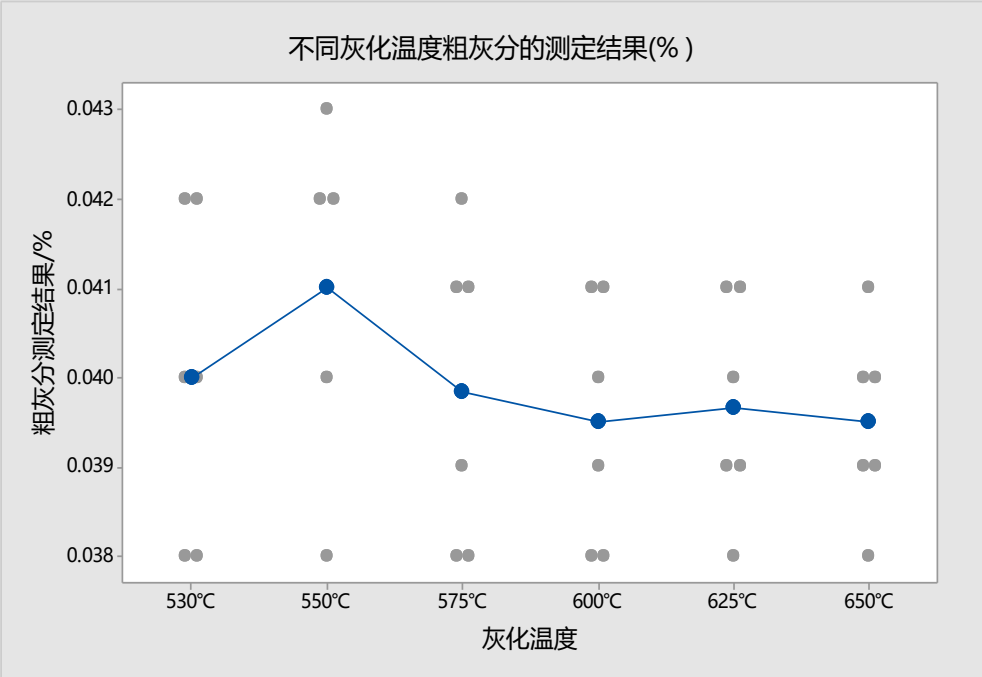


图 12　1 号试样不同灰化温度测定结果的比较图

5.4.3.2 统计结果

（1）方差分析

来源	自由度	Adj SS	Adj MS	F 值	P 值
灰化温度	5	0.000010	0.000002	0.83	0.538
误差	30	0.000069	0.000002		
合计	35	0.000079			

（2）使用 Tukey 方法和 95% 置信度对信息进行分组

灰化温度	N	均值	分组
550℃	6	0.041000	A
530℃	6	0.040000	A
575℃	6	0.039833	A
625℃	6	0.039667	A
650℃	6	0.039500	A
600℃	6	0.039500	A

不共享字母的均值之间具有显著差异。

5.4.3.3 结论

由统计结果可知，分别采用 530℃、550℃、575℃、600℃、625℃和 650℃

的灰化温度对试样粗灰分测定的结果无显著差异（P=0.538 > 0.05）。

5.5 pH 值

指标要求与《美国药典》（USP40-NF35）、《英国药典》（BP 2013）和《欧洲药典》（EP 9）一致，为3.0～5.0。

5.5.1 测定方法

按本标准“6.7 pH值的测定”执行测定。

5.5.2 测定结果

对收集的13批次葡萄糖胺盐酸盐pH值的测定结果见图13和表12。

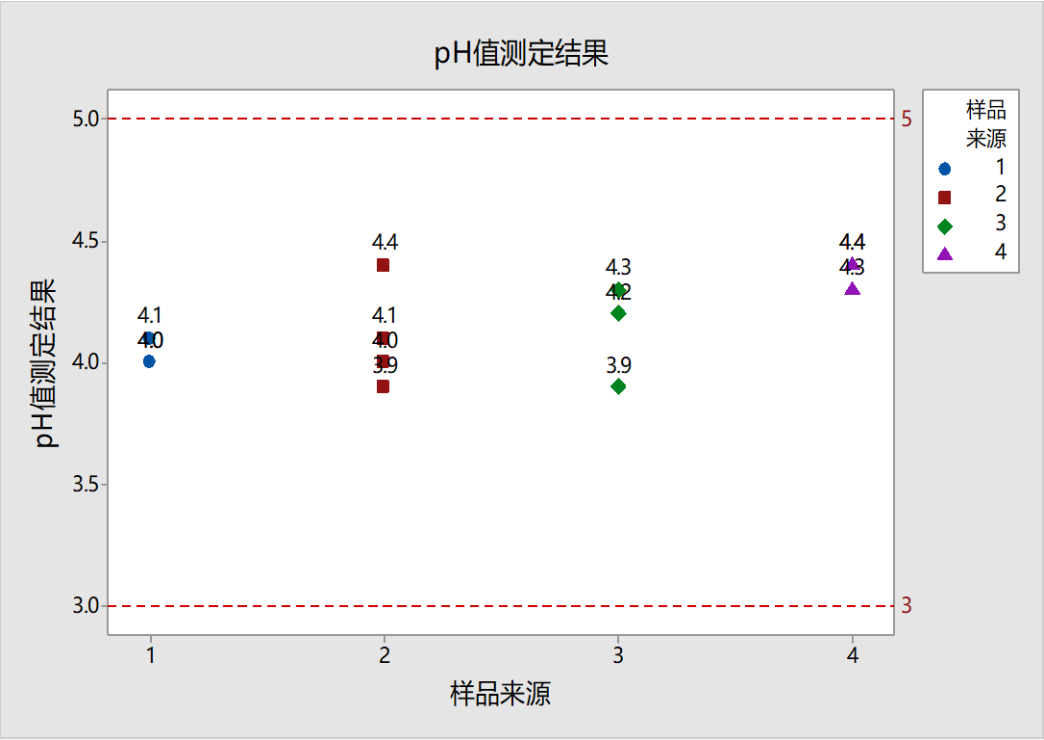


图13　pH值测定结果的分布图

表12　葡萄糖胺盐酸盐pH测定的结果

样品来源	样品编号	测定次数		平均值
		I	II	
企业 1	1	4.11	4.12	4.1
	2	3.96	3.98	4.0
	3	4.03	4.02	4.0
企业 2	4	4.11	4.13	4.1
	5	3.92	3.89	3.9
	6	4.01	4.02	4.0
	7	4.43	4.40	4.4
企业 3	8	4.32	4.36	4.3
	9	4.17	4.15	4.2
	10	3.92	3.94	3.9
企业 4	11	4.32	4.34	4.3
	12	4.45	4.42	4.4
	13	4.42	4.43	4.4

5.6 氯化物（以 Cl 计）测定

《美国药典》（USP40-NF35）、《英国药典》（BP 2013）和《欧洲药典》（EP 9）中未收录氯化物测定项，根据目前国内葡萄糖胺盐酸盐生产工艺及最终的产品为盐酸盐，需控制氯化物的指标，根据葡萄糖胺盐酸盐氯离子的理论百分含量为16.44%，故指标要求为≤17.0%是适宜的

5.6.1 测定方法

按本标准“6.9 氯化物的测定”执行测定。

5.6.2 测定结果

对收集的 10 批次葡萄糖胺盐酸盐中氯化物的测定结果见图 14 和表 13。

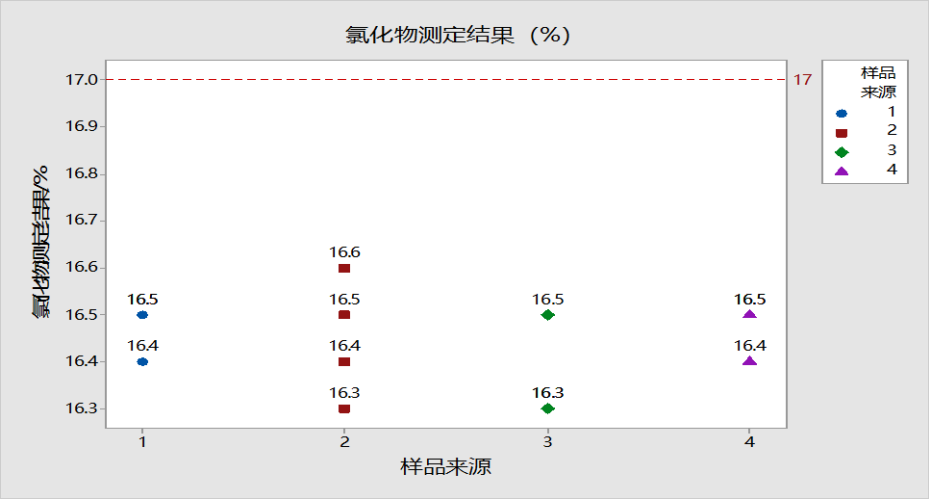


图14　氯化物测定结果的分布图

表13　葡萄糖胺盐酸盐氯化物测定的结果

样品来源	样品编号	测定次数		平均值（%）	相对偏差（%）
		I	II		
企业 1	1	16.48	16.39	16.4	1.3
	2	16.51	16.42	16.5	0.5
	3	16.44	16.50	16.5	0.3
企业 2	4	16.49	16.56	16.5	0.4
	5	16.20	16.31	16.3	0.7
	6	16.52	16.67	16.6	0.9
	7	16.38	16.42	16.4	0.2
企业 3	8	16.29	16.35	16.3	0.4
	9	16.47	16.56	16.5	0.5
	10	16.21	16.31	16.3	0.6
企业 4	11	16.42	16.56	16.5	0.8
	12	16.47	16.38	16.4	0.5
	13	16.57	16.43	16.5	0.8

6 卫生指标

6.1 总砷的测定

6.1.1 测定方法

按 GB/T 13079《饲料中总砷的测定》执行测定。

6.1.2 测定结果

对收集的 13 批次葡萄糖胺盐酸盐中总砷进行测定，13 批次葡萄糖胺盐酸盐中总砷测定结果均≤2 mg/kg。具体的测定结果见“表 15 葡萄糖胺盐酸盐卫生指标测定结果汇总”。

6.2 铅的测定

6.2.1 测定方法

按 GB/T 13080《饲料中铅的测定 原子吸收光谱法》执行测定。

6.2.2 测定结果

对收集的 13 批次葡萄糖胺盐酸盐中铅进行测定，13 批次葡萄糖胺盐酸盐中铅测定结果均≤10 mg/kg。具体的测定结果见“表 15 葡萄糖胺盐酸盐卫生指标测定结果汇总”。

6.3 铬的测定

6.3.1 测定方法

按 GB/T 13088《饲料中铬的测定》执行测定。

6.3.2 测定结果

对收集的 13 批次葡萄糖胺盐酸盐中铬进行测定，13 批次葡萄糖胺盐酸盐中铬测定结果均≤5 mg/kg。具体的测定结果见“表 15 葡萄糖胺盐酸盐卫生指标测定结果汇总”。

6.4 氟的测定

6.4.1 测定方法

按 GB/T 13083《饲料中氟的测定 离子选择性电极法》执行测定。

6.4.2 测定结果

对收集的 13 批次葡萄糖胺盐酸盐中氟进行测定，13 批次葡萄糖胺盐酸盐中氟测定结果均≤150 mg/kg。具体的测定结果见“表 15 葡萄糖胺盐酸盐卫生指标测定结果汇总”。

6.5 霉菌总数

6.5.1 测定方法

按 GB/T 13092《饲料中霉菌总数的测定》执行测定。

6.5.2 测定结果

对收集的 13 批次葡萄糖胺盐酸盐中霉菌总数进行测定，13 批次葡萄糖胺盐酸盐中霉菌总数测定结果均<2×10^4 CFU/g。具体的测定结果见“表 15 葡萄糖胺盐酸盐卫生指标测定结果汇总”。

6.6 细菌总数

6.6.1 测定方法

按 GB/T 13093-2006《饲料中细菌总数的测定》执行测定。

6.6.2 测定结果

对收集的 13 批次葡萄糖胺盐酸盐中细菌总数进行测定，13 批次葡萄糖胺盐酸盐中细菌总数测定结果均<2×10^6 CFU/g。具体的测定结果见“表 15 葡萄糖胺盐酸盐卫生指标测定结果汇总”。

6.7 沙门氏菌

6.7.1 测定方法

按 GB/T 13091《饲料中沙门氏菌的检测方法》执行测定。

6.7.2 测定结果

对收集的13批次葡萄糖胺盐酸盐中沙门氏菌进行测定，13批次葡萄糖胺盐酸盐中均为未检出沙门氏菌/25g。具体的测定结果见“表 15 葡萄糖胺盐酸盐卫生指标测定结果汇总”。

7 保质期的确定

保质期的确定，具体试验结果见“附件 2 加速稳定性试验数据汇总”。由加速稳定性试验数据结果表明，原包装自生产之日起的保质期为24个月是适宜的。

8 葡萄糖胺盐酸盐测定结果汇总及评价

饲料原料葡萄糖胺盐酸盐理化指标和卫生指标测定结果的汇总及评价，分别见表14和表15。

表14 葡萄糖胺盐酸盐理化指标测定结果汇总及评价

样品编号	葡萄糖胺盐酸盐（以干基计）/%		比旋光度 /[（°）·dm²·kg⁻¹]	水分 /%	粗灰分 /%	pH 值（20 mg/mL）	澄清度与颜色	氯化物（以 Cl 计）/%
	98.0～102.0		**+70.0～+74.0**	**≤1.0**	**≤0.1**	**3.0～5.0**	**澄清、无色**	**≤17.0**
	电位法	HPLC 法						
1	99.4	99.8	72.5	0.22	0.04	4.1	澄清、无色	16.4
2	99.4	100.1	72.4	0.24	0.04	4.0	澄清、无色	16.5
3	99.3	99.9	72.3	0.23	0.04	4.0	澄清、无色	16.5
4	99.5	100.5	70.3	0.12	0.05	4.1	澄清、无色	16.5
5	99.6	100.0	70.4	0.14	0.06	3.9	澄清、无色	16.3
6	99.5	99.8	72.4	0.12	0.07	4.0	澄清、无色	16.6
7	99.5	99.7	72.3	0.14	0.04	4.4	澄清、无色	16.4
8	99.4	99.2	72.1	0.44	0.06	4.3	澄清、无色	16.3
9	99.3	99.5	70.6	0.51	0.06	4.2	澄清、无色	16.5
10	99.5	99.4	72.1	0.47	0.05	3.9	澄清、无色	16.3
11	100.2	100.0	71.8	0.13	0.07	4.3	澄清、无色	16.5
12	100.0	100.2	71.7	0.10	0.08	4.4	澄清、无色	16.4
13	100.2	99.2	72.3	0.12	0.06	4.4	澄清、无色	16.5
指标与方法评　价	适宜		适宜	适宜	适宜	适宜	适宜	适宜

表15 葡萄糖胺盐酸盐卫生指标测定结果汇总

样品编号	总砷 / mg/kg	铅 / mg/kg	铬 / mg/kg	氟 / mg/kg	霉菌总数 / CFU/g	细菌总数 / CFU/g	沙门氏菌 /CFU/25g
	≤2（检出限<0.5）	**≤10 (检出限<1.5)**	**≤5 (检出限 1.25)**	**≤150 (检出限<5.0)**	**$<2\times10^4$**	**$<2\times10^6$**	**不得检出**
1	未检出	未检出	未检出	未检出	<10	<10	未检出
2	未检出	未检出	未检出	未检出	<10	<10	未检出
3	未检出	未检出	未检出	未检出	<10	<10	未检出
4	未检出	未检出	未检出	未检出	<10	<10	未检出
5	未检出	未检出	未检出	未检出	<10	<10	未检出
6	未检出	未检出	未检出	未检出	<10	<10	未检出
7	未检出	未检出	未检出	未检出	<10	<10	未检出
8	未检出	未检出	未检出	未检出	<10	<10	未检出
9	未检出	未检出	未检出	未检出	<10	<10	未检出
10	未检出	未检出	未检出	未检出	<10	<10	未检出
11	未检出	未检出	未检出	未检出	<10	<10	未检出
12	未检出	未检出	未检出	未检出	<10	30	未检出
13	未检出	未检出	未检出	未检出	<10	<10	未检出
指标与方法评价	适宜	适宜	适宜	适宜	适宜	适宜	适宜

五、采用国际标准

与葡萄糖胺盐酸盐相关的国外标准主要有：《美国药典》（USP40-NF35）、《英国药典》（BP 2013）和《欧洲药典》（EP 9）。标准编制工作组对上述国外标准的技术内容进行分析与研究，根据我国葡萄糖胺盐酸盐产品生产经营的现状，同时结合国内产品的生产工艺、质量水平及检验水平的实际情况，在参考了上述国外标准要求的基础上，制定了饲料原料葡萄糖胺盐酸盐的质量规格要求及相应的检验方法，制定的标准具有科学性、先进性及合理适用性，具有良好的操作性，能有效控制葡萄糖胺盐酸盐的质量。与上述国外标准水平的对比情况可见表 3～表 5。

六、与有关现行法律、法规和强制性标准的关系

本标准与现行法律、法规、规章和政策以及有关基础和强制性标准不矛盾。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

标准在制定过程中，标准编制组收集调研了国内外相关信息资料，组织主要生产企业技术专家对标准内容的制定，进行了详细研讨，并达成统一制定方案。无重大分歧意见。

八、作为强制性标准或推荐性标准的建议

本标准发布后，作为推荐性标准执行。

九、贯彻标准的要求和措施建议

（1）首先应在实施前保证文本的充足供应，让每个使用者都能及时得到文本。这是保证新标准贯彻实施的基础。

（2）发布后、实施前应将信息在媒体上广为宣传。

（3）实施的过渡期宜定为 6 个月。

十、废止现行有关标准的建议

无。

十一、其他应予说明的事项

无。

参考文献

[1] 《美国药典》（USP 40-NF35）：Glucosamine Hydrochloride

[2] 《英国药典》（BP 2013）：Glucosamine Hydrochloride

[3] 《欧洲药典》（EP 9）：Glucosamine Hydrochloride

附件

附件 1　征求意见汇总处理表
附件 2　预审审查意见
附件 3　加速稳定性试验数据汇总
附件 4　国内外标准文献

附件 1　征求意见汇总处理表

标准项目名称：《饲料原料　葡萄糖胺盐酸盐》　共 6 页

负责起草单位：上海市兽药饲料检测所　承办人：商　军　电话：13501871591　2018 年 10 月 8 日填写

《饲料原料　葡萄糖胺盐酸盐》征求意见汇总处理表

序号	标准章条编号	意见内容	提出单位 （单位及专家）	处理意见及理由 （凡不采纳或部分采纳的意见需说明理由）
1	封面	英文应为 Feed material -- Glucosamine hydrochloride。	常碧影 （中国农科院质标所）	采纳
2		建议为 D-葡萄糖胺盐酸盐。	滕冰 （广州天科科技有限公司）	不采纳（不是正式化学名）
3	1	建议修改为：其它节肢动物的外骨骼经水解。	付师一 （江西省兽药饲料监察所） 石　波 （中国农业科学院饲料研究所）	采纳
4		建议修改为：1、如果只有玉米和小麦，则修改为“或由粮食（玉米或小麦）发酵”；2、如果除玉米和小麦外还有其它的粮食品种，则修改为“或由粮食（如玉米或小麦等）发酵”。		
5		建议将“或由粮食（如玉米或小麦）发酵生产的饲料原料葡萄糖胺盐酸盐”修改为“或由葡萄糖发酵生产的饲料原料葡萄糖胺盐酸盐”。		
6		第一段要包括各章的标题。	李祥明 （山东省饲料质量检验所）	采纳
7	2	规范性引用文件未列全，应在标准正文中引用的标准，都应在该章中引用。如 8170、17078、18823	常碧影 （中国农科院质标所） 张　静 [农业部饲料质检中心（成都）] 李祥明	采纳

			（山东省饲料质量检验所）	
8	3	将化学名称、分子式、相对分子质量和结构式移至技术要求中。	常碧影 （中国农科院质标所）	不采纳（按标准格式的新要求，应单独列一章）
9		这部分内容最好不放在正文中，如果一定需要，放在附录。	卓先义 （司法鉴定科学研究院）	不采纳（按标准格式的新要求，应单独列一章）
10	4.2	比旋光度标准中规定是：+70.0～+73.0；但起草说明中第 7 页，规定的是+70.0～+74.0。	曾　勇 （湖北省兽药监察所）	采纳
11		技术指标增加“氯化物”一项。	刘文穗 （福建石狮市华宝集团公司）	采纳
12	4.3	应符合表 1 的要求 4．2、4．3 表述统一，应符合表 2 的要求。	卓先义 （司法鉴定科学研究院）	不采纳（分别为理化指标和卫生指标要求，卫生指标为强制性要求）
13		USP 和 BP 均对重金属指标均有要求，建议保留。	张　静 [农业部饲料质检中心（成都）]	不采纳（其他应符合 13078 要求，已有重金属指标的要求）
14		原：细菌总数和霉菌总数的项目中〈，建议修改为：＜	付师一 （江西省兽药饲料监察所）	采纳
15		卫生指标直接引用 13078 即可。	李祥明 （山东省饲料质量检验所）	不采纳（细菌总数、霉菌总数的指标与 GB 13078 中规定的指标不同，大肠埃希菌在 GB 13078 中未规定该指标，故需单独列出）
15	6.1	建议将“外观和性状检验”改为“感官检验”。	张　静 [农业部饲料质检中心（成都）]	不采纳（“外观和性状检验”为规范用词）
16	6.2.3	在本章节中列出了“红外、葡萄糖胺盐酸盐含量”等二个项目，未列出其余项目，建议为保持一致性，予以补充添加。	汪国权 （上海市疾病预防控制中心）	不采纳（已列出其余项目）

17	6.3	含量测定方法建议改为电位滴定法。因为葡萄糖胺盐酸盐在该色谱条件下不保留，在死体积出峰。	吴宁鹏 （河南省兽药饲料监察所）	不采纳（葡萄糖胺盐酸盐在该色谱条件下的色谱保留因子 *k* 在 2~20 之间，色谱保留性能好，HPLC 法与电位滴定法含量测定的结果无显著差异，并且 HPLC 法简便快速，专属性强）
18	6.3.1.6	“称取磷酸氢二钾（6.3.1.2）3.5 g，”建议增加精度。	石　波 （中国农业科学院饲料研究所）	采纳
19	6.3.3.1	建议将“既得”改为“即得”。	张　静 [农业部饲料质检中心（成都）]	采纳
20		文本中“置 50 mL 容量瓶中”表述不规范，建议修改为“经采用乙腈溶解后定容至 50 mL 容量瓶中”。	汪国权 （上海市疾病预防控制中心）	采纳
21	6.3.3.2	文本中“置 50 mL 容量瓶中”表述不规范，建议修改为“经采用乙腈溶解后定容至 50 mL 容量瓶中”。	汪国权 （上海市疾病预防控制中心）	采纳
22	6.3.3.3	测定流速为 0.5 mL/min，与色谱柱配套使用的常规流速指标不符合。	汪国权 （上海市疾病预防控制中心）	不采纳（在主成分的色谱保留因子 *k* 在 2~20 之间，使用的常规流速指标符合要求）。
23	6.3.4	建议将“在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与算术平均值的比值不大于 1.5 %。”列为“6.3.5 精密度”项下内容。	张　静 [农业部饲料质检中心（成都）]	采纳
		“试验结果以平行测定结果的算术平均值为准，结算结果表示到小数点后一位”表述不规范。	郭吉原 （新希望六和股份有限公司）	采纳
24	6.4.1	建议修改为：观察其色泽和状态	付师一 （江西省兽药饲料监察所）	采纳
25	6.4.2.1	“如第 2 次校正时发现旋光度差值超过± 0.01 时表明零点有变动”应为“如第 2 次校正时发现旋光度差值超过± 0.01 时表明零点有变动”	张　晶 （福建省兽药饲料监察所）	采纳

26		建议修改为“每次测定前应以水作为空白溶剂进行校正为零点，测定后再次测定，所得旋光度差值不得超过± 0.01，否则应重新测定旋光度。	汪国权 （上海市疾病预防控制中心）	采纳
27	6.4.4.2	“试样溶液应在制备后 3 h 进行测定。”应改为“试样溶液应在制备后 3 h 内进行测定”。	郭吉原 （新希望六和股份有限公司）	不采纳（该样品制备的试样溶液应在制备后 3 h 进行测定才能稳定）
28		未规定 3 次比旋光度测定的偏差要求。		不采纳（比旋光度测定没有偏差的要求）
29		103℃→103℃ ± 2 ℃。	方 晔	采纳
30	6.6	建议修改为：粗灰分的测定。	付师一 （江西省兽药饲料监察所）	采纳
31	6.7	未指明 pH 测定的温度要求。	郭吉原 （新希望六和股份有限公司）	不采纳（pH 值测定时，要根据实际测定的温度进行校正）
32	6.7.2	表述为“加入不含二氧化碳的水溶解，并定容至 50mL”。	郭德华 （上海出入境检验检疫局动植物中心）	采纳
33	6.9.4	建议将“在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与算术平均值的比值不大于 1.5%。” 列为“6.9.5 精密度”项下内容。	张 静 [农业部饲料质检中心（成都）]	采纳
34	6.12	引用的检测标准为大肠菌群，与规定的指标“大肠埃希菌”不符。	郭吉原 （新希望六和股份有限公司）	不采纳（GB/T 18869 可作为大肠埃希菌确证试验）
35	7.1	每批产品一般为 1000 kg。	刘文穗 （福建石狮市华宝集团公司）	采纳
36	7.2	增加“灼烧残渣”、“细菌总数”二项。	刘文穗 （福建石狮市华宝集团公司）	采纳
37	7.3	型式检验项目为本标准 4 项下技术要求规定的所有项目。	卓先义 （司法鉴定科学研究院）	不采纳（在 7.3 中“型式检验项目为第 4 章规定的所有项目。”已做规定）
38		产品停产，重新恢复生产时。		不采纳（产品停产时限

				应有要求）
39	7.4.1	建议修改为：所检验项目全部合格。	付师一 （江西省兽药饲料监察所）	采纳
40	7.4.3	建议“理化指标判定按 GB/T 8170 中修约值比较法”，卫生指标一般按全数值比较。	朱聪英 （浙江省兽药饲料监察所）	采纳
41	7.4.4	建议取消“注”。	朱聪英 （浙江省兽药饲料监察所）	采纳
42	附录 A	建议改为“葡萄糖胺盐酸盐标准品红外图谱见图 A.1”。	张　静 [农业部饲料质检中心（成都）]	不采纳（不是标准规范格式）
43	附录 B	B 中只需给标准溶液的色谱图，但须标注溶液的浓度。	常碧影 （中国农科院质标所） 李俊玲 （山东省饲料质量检验所）	采纳
		建议改为“葡萄糖胺盐酸盐标准品溶液的高效液相色谱图见图 B.1”并删除图 B.2。	张　静 [农业部饲料质检中心（成都）] 李俊玲 （山东省饲料质量检验所）	不采纳（不是标准规范格式）
44	编制说明	建议对保质期的设置依据作些说明。	朱聪英 （浙江省兽药饲料监察所） 李俊玲 （山东省饲料质量检验所）	采纳
45	编制说明	表 4 中列入重金属、总砷、铬、氟和沙门氏菌，但在标准中未列入。	张　晶 （福建省兽药饲料监察所）	不采纳（编制说明中所列的卫生指标是根据 GB13078 的要求要进行检测的，在卫生指标中已有规定）
46	编制说明	应按照全国饲料标委会规定的十个标题编制。	李祥明 （山东省饲料质量检验所）	采纳
		无意见与建议。	王艳红 [皇誉宠物食品（上海）有限公司]	/

		无意见与建议。	潘晓影 （上海福贝宠物用品有限公司）	/
		无意见与建议。	张凤枰 （四川威尔检测技术股份有限公司）	/
		无意见与建议。	吴栋梁 （上海比瑞吉宠物用品股份有限公司）	/
		无意见与建议。	李丹 （上海信元宠物食品有限公司）	/
		无意见与建议。	阳红平 （上海耐威克宠物用品有限公司）	/
		无意见与建议。	陈延静 （江苏澳新生物工程有限公司）	/

说明：

1.发函单位 36 个，回函单位 33 个，未回函单位 3 个；提出意见单位 26 个，无意见单位 7 个。

2.共提出意见 46 条；采纳 29 条，部分采纳或不采纳 17 条。

附件 2　预审审查意见

农业行业标准《饲料原料 葡萄糖胺盐酸盐》（预审稿）

审查意见

2018 年 11 月 15 日，上海市兽药饲料检测所组织专家对其负责起草的农业行业标准《饲料原料葡萄糖胺盐酸盐》（预审稿）进行了认真的审查。专家组由朱聪英、李俊玲、郭吉原、张凤枰、冯三令、邵彩梅、刘小敏、梅建勋、晁栓来、朱彧十位专家组成。与会专家认为：标准数据可靠，标准预审稿可行。专家组提出进一步修改意见如下：

1.“1 范围”中删去“或由葡萄糖发酵”。

2. 删去“4.3 卫生指标”中表 2。

3.“6.3 葡萄糖胺盐酸盐含量的测定”项目中增加“电位滴定法”。

4.完善编制说明，并按 GB/T 20001.10-2014 和 GB/T1.1-2009 规范标准文本。

与会专家一致同意标准起草单位按照上述意见对征求意见稿进行修改后，形成送审稿报全国饲料工业标准化技术委员会秘书处。

组长：

2018 年 11 月 15 日

预审意见汇总处理表

标准项目名称：《饲料原料葡萄糖胺盐酸盐》共1页

负责起草单位：上海市兽药饲料检测所2018年11月15日填写

序号	标准章条编号	意见内容	提出单位	处理意见	备注
1	1	“1 范围”中删去“或由葡萄糖发酵”。	专家组	采纳	
2	3	“3 化学名称、分子式、相对分子质量和结构式”中化学名称改为D-葡萄糖胺盐酸盐。	专家组	采纳	
3	4.3	删去“4.3 卫生指标”中表2，并删去6.10至6.12项。	专家组	采纳	
4	6.3	“6.3 葡萄糖胺盐酸盐含量的测定”项目中增加“电位滴定法”。	专家组	采纳	
5	7.2	“7.2 出厂检验”项目删去“细菌总数”。	专家组	采纳	
6	8.5	删去“8.5 保质期”。	专家组	采纳	
7		完善编制说明，并按GB/T 20001.10-2014和GB/T1.1-2009规范标准文本。	专家组	采纳	

组长：

2018年11月15日

附件 **3**　加速稳定性试验数据汇总

1）福建石狮华宝集团公司加速稳定性试验数据汇总

批号 20180322 加速（40 ℃±2℃，RH75 %±5%）试验结果

时间（月）	性状	比旋度(°)	澄清度与颜色	pH 值	含量（%）
0	白色结晶性粉末，无臭，味微甜	72.41	澄清、无色	4.01	100.12
1	白色结晶性粉末，无臭，味微甜	72.44	澄清、无色	3.98	100.10
2	白色结晶性粉末，无臭，味微甜	72.39	澄清、无色	4.02	99.89
3	白色结晶性粉末，无臭，味微甜	72.37	澄清、无色	4.11	99.91
6	白色结晶性粉末，无臭，味微甜	72.40	澄清、无色	3.99	99.68

2）扬州日兴生物科技股份有限公司加速稳定性试验数据汇总

批号 **Y1710023** 加速（**40 ℃±2℃，RH75 %±5%**）试验结果

时间（月）	性状	比旋度(°)	澄清度与颜色	pH 值	含量（%）
0	白色结晶性粉末，无臭，味微甜	70.62	澄清、无色	3.91	100.03
1	白色结晶性粉末，无臭，味微甜	70.48	澄清、无色	4.02	100.08
2	白色结晶性粉末，无臭，味微甜	70.52	澄清、无色	3.86	99.94

3	白色结晶性粉末，无臭，味微甜	70.61	澄清、无色	4.07	99.86
6	白色结晶性粉末，无臭，味微甜	70.40	澄清、无色	3.96	99.79

3）江苏澳新生物工程有限公司加速稳定性试验数据汇总

批号 M20170A102 加速（40 ℃±2℃，RH75 %±5%）试验结果

时间（月）	性状	比旋度(°)	澄清度与颜色	pH 值	含量（%）
0	白色结晶性粉末，无臭，味微甜	72.22	澄清、无色	4.26	99.25
1	白色结晶性粉末，无臭，味微甜	72.10	澄清、无色	4.18	100.03
2	白色结晶性粉末，无臭，味微甜	71.86	澄清、无色	4.16	99.10
3	白色结晶性粉末，无臭，味微甜	72.07	澄清、无色	4.08	99.00
6	白色结晶性粉末，无臭，味微甜	71.92	澄清、无色	4.09	99.13

4）浙江金壳药业有限公司加速稳定性试验数据汇总

批号 M-AT-1702001 加速（40 ℃±2℃，RH75 %±5%）试验结果

产品： D-氨基葡萄糖盐酸盐			批号：M-AT-1702001			生产日期：2017.02.01	
包装：双层聚乙烯薄膜袋包装和模拟小桶			生产商和包装商：浙江金壳药业有限公司			开始日期：2017.02.15	
批量：1000Kg			稳定性考察条件：温度：40±2℃、相对湿度：75±5%			/	
检验项目		质量标准	时间 (月)				
			0	1	2	3	6
外观		白色或类白色结晶性粉末	白色结晶性粉末	白色结晶性粉末	白色结晶性粉末	白色结晶性粉末	白色结晶性粉末
鉴别	红外鉴别	应与对照品的红外谱图一致	符合规定	符合规定	符合规定	符合规定	符合规定
	氯化物	应符合规定	符合规定	/	/	/	符合规定
	HPLC 鉴别	应符合规定	符合规定	符合规定	符合规定	符合规定	符合规定
含量（按折干计）		98.0%～102.0%	99.8%	99.7%	100.4%	99.7%	99.9%
炽灼残渣		不得大于0.1%	0.06%	/	/	/	0.06%
硫酸盐		不得大于0.24%	＜0.24%	/	/	/	＜0.24%
砷		不得大于0.5ppm	＜0.5ppm	/	/	/	＜0.5ppm
重金属		不得大于10ppm	＜10ppm	/	/	/	＜10ppm
检查	比旋度	+70.0°～+73.0°	+72.35°	+72.24°	+72.36°	+72.26°	+72.39°
	pH	3.0～5.0	4.06	4.06	4.06	4.07	4.02
	氯化物	16.2%～16.7%	16.4%	/	/	/	16.5%
干燥失重		不得大于0.5%	0.06%	0.05%	0.06%	0.06%	0.07%
目数		100%过20目筛	100%通过	100%通过	100%通过	100%通过	100%通过
密度	堆积	≥0.65g/ml	0.75 g/ml	0.75 g/ml	0.75 g/ml	0.75 g/ml	0.75 g/ml
	拍击	≥0.85g/ml	0.97 g/ml	0.97 g/ml	0.97 g/ml	0.97 g/ml	0.97 g/ml

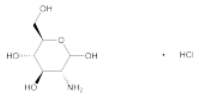
微 生 物限度	细菌总数	不超过 1000cfu/g	40 cfu/g	/	/	/	40 cfu/g
	霉菌和酵母菌数	不超过 100cfu/g	10 cfu/g	/	/	/	10 cfu/g
控制菌	大肠埃希菌	不得检出/g	未检出/g	/	/	/	未检出/g
	沙门氏菌	不得检出/10g	未检出/10g	/	/	/	未检出/10g
	金黄色葡萄糖球菌	不得检出/g	未检出/g	/	/	/	未检出/g

附件 4　国外标准文献资料

《美国药典》（USP 40-NF35）：Glucosamine Hydrochloride

• **USP Reference Standards** ⟨11⟩
USP Chondroitin Sulfate Sodium RS
USP Glucosamine Hydrochloride RS

Glucosamine Hydrochloride



$C_6H_{13}NO_5 \cdot HCl$ 215.63

D-Glucose, 2-amino-2-deoxy-, hydrochloride; 2-Amino-2-deoxy-β-D-glucopyranose hydrochloride [66-84-2].

DEFINITION

Glucosamine Hydrochloride contains NLT 98.0% and NMT 102.0% of glucosamine hydrochloride ($C_6H_{13}NO_5 \cdot HCl$), calculated on the dried basis.

IDENTIFICATION

• **A. Infrared Absorption** ⟨197K⟩
• **B. Identification Tests—General,** *Chloride* ⟨191⟩: Meets the requirements
• **C.** The retention time of the glucosamine peak of the *Sample solution* corresponds to that of the *Standard solution*, as obtained in the *Assay*.

ASSAY

• **Procedure**
Buffer: In a 1-L volumetric flask, dissolve 3.5 g of dibasic potassium phosphate in water. Add 0.25 mL of ammonium hydroxide, dilute with water to volume, and mix. Adjust with phosphoric acid to a pH of 7.5.
Mobile phase: Acetonitrile and *Buffer* (75:25)
Diluent: Acetonitrile and water (50:50)
Standard solution: 3.8 mg/mL of USP Glucosamine Hydrochloride RS in *Diluent*
Sample solution: 3.8 mg/mL of Glucosamine Hydrochloride in *Diluent*. [Note—Shake by mechanical means to aid dissolution.]
Chromatographic system
(See *Chromatography* ⟨621⟩, *System Suitability*.)
Mode: LC
Detector: UV 195 nm
Column: 4.6-mm × 15-cm; 5-µm packing L8
Column temperature: 35°
Flow rate: 1.5 mL/min
Injection size: 10 µL
System suitability
Sample: *Standard solution*
[Note—The peak for the glucosamine moiety elutes at about 10 min. The chromatogram shows a large additional peak near the void volume, due to the chloride ion.]
Suitability requirements
Tailing factor: NMT 2.0 for the glucosamine peak
Efficiency: NLT 1500 theoretical plates
Relative standard deviation: NMT 2.0%
Analysis
Samples: *Standard solution* and *Sample solution*
Calculate the percentage of glucosamine hydrochloride ($C_6H_{13}NO_5 \cdot HCl$) in the portion of Glucosamine Hydrochloride taken:

$$\text{Result} = (r_U/r_S) \times (C_S/C_U) \times 100$$

r_U = peak response from the *Sample solution*
r_S = peak response from the *Standard solution*
C_S = concentration of USP Glucosamine Hydrochloride RS in the *Standard solution* (mg/mL)
C_U = concentration of Glucosamine Hydrochloride in the *Sample solution* (mg/mL)
Acceptance criteria: 98.0%–102.0% on the dried basis

IMPURITIES

• **Residue on Ignition** ⟨281⟩: NMT 0.1%
• **Chloride and Sulfate,** *Sulfate* ⟨221⟩: A 0.10-g portion shows no more sulfate than corresponds to 0.25 mL of 0.020 N sulfuric acid (NMT 0.24%).
• **Arsenic,** *Method II* ⟨211⟩: NMT 3 ppm

Delete the following:

•• **Heavy Metals,** *Method II* ⟨231⟩: NMT 10 ppm• (Official 1-Jan-2018)

SPECIFIC TESTS

• **Optical Rotation,** *Specific Rotation* ⟨781S⟩: +70.0° to +73.0°
Sample solution: 25 mg/mL. Measure the specific rotation 3 h after preparation.
• **pH** ⟨791⟩
Sample solution: 20 mg/mL
Acceptance criteria: 3.0–5.0
• **Loss on Drying** ⟨731⟩: Dry a sample at 105° for 2 h: it loses NMT 1.0% of its weight.

ADDITIONAL REQUIREMENTS

• **Packaging and Storage:** Preserve in tight, light-resistant containers.
• **USP Reference Standards** ⟨11⟩
USP Glucosamine Hydrochloride RS

Glucosamine Tablets

DEFINITION

Glucosamine Tablets are prepared from Glucosamine Hydrochloride, Glucosamine Sulfate Sodium Chloride, Glucosamine Sulfate Potassium Chloride, or a mixture of any of them. Tablets contain NLT 90.0% and NMT 110.0% of the labeled amount of glucosamine ($C_6H_{13}NO_5$).

IDENTIFICATION

• **A.** The retention time of the major peak of the *Sample solution* corresponds to that of the *Standard solution*, as obtained in the test for *Content of Glucosamine*.
• **B. Identification Tests—General,** *Chloride* ⟨191⟩: Meets the requirements
• **C. Identification Tests—General,** *Sulfate* ⟨191⟩: Meets the requirements. [Note—Only for Tablets labeled as containing glucosamine sodium sulfate or glucosamine potassium sulfate]

STRENGTH

• **Content of Glucosamine**
Buffer: In a 1-L volumetric flask dissolve 3.5 g of dibasic potassium phosphate in water. Add 0.25 mL of ammonium hydroxide, dilute with water to volume, and mix. Adjust with phosphoric acid to a pH of 7.5.
Mobile phase: Acetonitrile and *Buffer* (75:25)
Diluent: Acetonitrile and water (50:50)
Standard solution: 3.75 mg/mL of USP Glucosamine Hydrochloride RS in *Diluent*
Sample solution: Weigh and finely powder NLT 20 Tablets. Transfer an accurately weighed portion of the finely powdered material, equivalent to about 312 mg of glucosamine, to a 100-mL volumetric flask. Add 60 mL of *Diluent*, and sonicate for 10 min. Shake by mechanical means for 15 min. Dilute with *Diluent* to

DS Monographs

Official from null
Copyright (c) 2017 The United States Pharmacopeial Convention. All rights reserved.

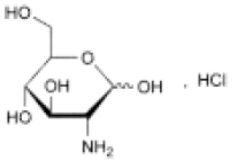
《英国药典》（BP 2013）：Glucosamine Hydrochloride

Browse: British Pharmacopoeia 2013
British Pharmacopoeia Volume I & II
Monographs: Medicinal and Pharmaceutical Substances
Glucosamine Hydrochloride

Glucosamine Hydrochloride

General Notices

(Ph. Eur. monograph 2446)



$C_6H_{13}NO_3,HCl$ 215.6 *66-84-2*

Ph Eur

DEFINITION

2-Amino-2-deoxy-D-glucopyranose hydrochloride.

Isolated from natural sources or produced by fermentation.

Content

98.0 per cent to 102.0 per cent (dried substance).

PRODUCTION

The animals from which glucosamine hydrochloride is derived must fulfil the requirements for the health of animals suitable for human consumption.

CHARACTERS

Appearance

White or almost white, crystalline powder.

Solubility

Freely soluble in water, slightly soluble in methanol, practically insoluble in acetone.

IDENTIFICATION

A. Infrared absorption spectrophotometry *(2.2.24)*.

Comparison glucosamine hydrochloride CRS.

B. 1 mL of solution S (see Tests) gives reaction (a) of chlorides *(2.3.1)*.

C. Specific optical rotation (see Tests).

TESTS

Solution S

Dissolve 2.50 g in *carbon dioxide-free water R* and dilute to 25.0 mL with the same solvent.

Appearance of solution

Solution S is clear *(2.2.1)* and colourless *(2.2.2, method II)*.

pH *(2.2.3)*

3.0 to 5.0 for solution S.

Specific optical rotation *(2.2.7)*

+ 70.0 to + 74.0 (dried substance), determined on solution S.

Examine 3 h after preparation of solution S.

Related substances

Liquid chromatography *(2.2.29)*.

Test solution To 0.300 g add 80 mL of the mobile phase and sonicate for 10 min. Cool to room temperature and dilute to 100.0 mL with the mobile phase.

Reference solution (a) Dissolve 25.0 mg of *2-methylpyrazine CRS* in the mobile phase and dilute to 10.0 mL with the mobile phase. Dilute 1.0 mL of the solution to 10.0 mL with the mobile phase. Dilute 1.0 mL of this solution to 100.0 mL with the mobile phase.

Reference solution (b) Dissolve 15 mg of *glucosamine for system suitability CRS* (containing impurities B and C) in the mobile phase and dilute to 5.0 mL with the mobile phase.

Column:

— *size: l* = 0.15 m, Ø = 4.6 mm;

— *stationary phase*: *end-capped octadecylsilyl silica gel for chromatography R* (3 µm);

— *temperature*: 30 °C.

Mobile phase Dissolve 0.5 g of *sodium heptanesulfonate R* in *water for chromatography R*, add 0.5 mL of *phosphoric acid R* and 4 mL of a 56 g/L solution of *potassium hydroxide R* and dilute to 1000 mL with *water for chromatography R*; to 1000 mL of this solution add 50 mL of *acetonitrile R1*.

Flow rate 1.0 mL/min.

Detection Spectrophotometer at 195 nm.

Injection 20 µL.

Run time Twice the retention time of 2-methylpyrazine.

Retention time 2-methylpyrazine = about 9 min.

System suitability Reference solution (b):

— *resolution*: minimum 1.5 between the peaks due to impurities B and C.

Limits:

— *unspecified impurities*: for each impurity, not more than 0.5 times the area of the principal peak in the chromatogram obtained with reference solution (a) (0.05 per cent);

— *total*: not more than twice the area of the principal peak in the chromatogram obtained with reference solution (a) (0.2 per cent);

— *disregard limit*: 0.3 times the area of the principal peak in the chromatogram obtained with reference solution (a) (0.03 per cent).

Heavy metals *(2.4.8)*

Maximum 10 ppm.

Solvent *water R*.

1.0 g complies with test H. Prepare the reference solution using 1 mL of *lead standard solution (10 ppm Pb) R*.

Loss on drying *(2.2.32)*

Maximum 0.5 per cent, determined on 1.000 g by drying in an oven at 105 °C for 2 h.

Sulfated ash *(2.4.14)*

Maximum 0.1 per cent, determined on 1.0 g.

Microbial contamination

TAMC: acceptance criterion 10^3 CFU/g *(2.6.12)*.

TYMC: acceptance criterion 10^2 CFU/g *(2.6.12)*.

Absence of *Escherichia coli (2.6.13)*.

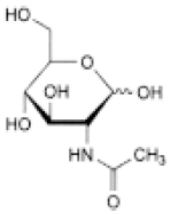
ASSAY

Dissolve 0.200 g in 50 mL of *water R* and add 1.0 mL of *0.1 M hydrochloric acid*. Titrate with *0.1 M sodium hydroxide*, determining the end-point potentiometrically *(2.2.20)*. Read the volume added between the 2 points of inflexion.

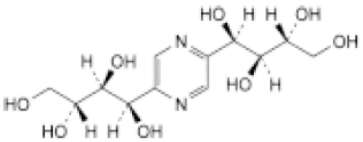
1 mL of *0.1 M sodium hydroxide* is equivalent to 21.56 mg of $C_6H_{14}ClNO_5$.

IMPURITIES

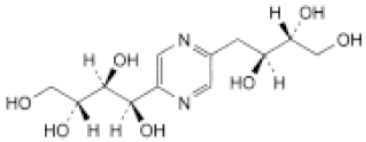
Other detectable impurities (the following substances would, if present at a sufficient level, be detected by one or other of the tests in the monograph. They are limited by the general acceptance criterion for other/unspecified impurities and/or by the general monograph *Substances for pharmaceutical use (2034)*. It is therefore not necessary to identify these impurities for demonstration of compliance. See also *5.10. Control of impurities in substances for pharmaceutical use): A, B, C, E*.



A. 2-(acetylamino)-2-deoxy-D-glucopyranose (*N*-acetylglucosamine),



B. (1*R*,2*S*,3*R*,1′*R*,2′*S*,3′*R*)-1,1′-pyrazine-2,5-diylbis(butane-1,2,3,4-tetrol) (fructosazine),



C. (1*R*,2*S*,3*R*)-1-[5-[(2*S*,3*R*)-2,3,4-trihydroxybutyl]pyrazin-2-yl]butane-1,2,3,4-tetrol (deoxyfructosazine),

E. 5-(hydroxymethyl)furan-2-carbaldehyde (5-hydroxymethylfurfural).

Ph Eur

《欧洲药典》（EP9）：Glucosamine Hydrochloride

Time (min)	Mobile phase A (per cent *V/V*)	Mobile phase B (per cent *V/V*)
0 - 25	61	39
25 - 29	61 → 12	39 → 88
29 - 30	12	88
30 - 31	12 → 61	88 → 39

NOTE: the end time of the isocratic elution may be adjusted so that the gradient begins after elution of the peak due to deamidated glucagon 4 (see relative retention below).

Flow rate: 0.5 mL/min.

Detection: spectrophotometer at 214 nm.

Injection: 15 µL.

Relative retention with reference to glucagon (retention time = about 21 min): deamidated glucagon 1 = about 1.1; deamidated glucagon 4 = about 1.4.

System suitability:

- *resolution*: minimum 1.5 between the peaks due to glucagon and deamidated glucagon 1 in the chromatogram obtained with reference solution (b);
- *symmetry factor*: maximum 1.8 for the peak due to glucagon in the chromatogram obtained with reference solution (a);
- *repeatability*: maximum relative standard deviation of 2.0 per cent after 5 injections of reference solution (a);
- 4 peaks eluting after the principal peak, that correspond to the deamidated forms, are clearly visible in the chromatogram obtained with reference solution (b).

Limits:

- *deamidated forms*: maximum 0.8 per cent;
- *total*: maximum 3.0 per cent.

Water (*2.5.32*): maximum 10 per cent, determined on 50 mg.

Bacterial endotoxins (*2.6.14*): less than 10 IU/mg.

ASSAY

Liquid chromatography (*2.2.29*) as described in the test for related proteins and deamidated forms with the following modification.

Injection: test solution and reference solution (a).

Calculate the percentage content of human glucagon ($C_{153}H_{225}N_{43}O_{49}S$) taking into account the assigned content of $C_{153}H_{225}N_{43}O_{49}S$ in *human glucagon CRS*.

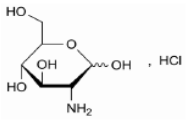
STORAGE

In an airtight container, protected from light, at a temperature lower than − 15 °C.

01/2017:2446

GLUCOSAMINE HYDROCHLORIDE

Glucosamini hydrochloridum



$C_6H_{14}ClNO_5$ M_r 215.6
[66-84-2]

DEFINITION

2-Amino-2-deoxy-D-glucopyranose hydrochloride.

Isolated from natural sources or produced by fermentation.

Content: 98.0 per cent to 102.0 per cent (dried substance).

PRODUCTION

The animals from which glucosamine hydrochloride is derived must fulfil the requirements for the health of animals suitable for human consumption.

CHARACTERS

Appearance: white or almost white, crystalline powder.

Solubility: freely soluble in water, slightly soluble in methanol, practically insoluble in acetone.

IDENTIFICATION

A. Infrared absorption spectrophotometry (*2.2.24*).
Comparison: *glucosamine hydrochloride CRS*.

B. 1 mL of solution S (see Tests) gives reaction (a) of chlorides (*2.3.1*).

C. Specific optical rotation (see Tests).

TESTS

Solution S. Dissolve 2.50 g in *carbon dioxide-free water R* and dilute to 25.0 mL with the same solvent.

Appearance of solution. The solution is clear (*2.2.1*) and colourless (*2.2.2, Method II*).

Dilute 5.0 mL of solution S to 25.0 mL with *water R*.

pH (*2.2.3*): 3.0 to 5.0 for solution S.

Specific optical rotation (*2.2.7*): + 70.0 to + 74.0 (dried substance), determined on solution S.

Examine 3 h after preparation of solution S.

Related substances. Liquid chromatography (*2.2.29*).

Test solution. To 0.300 g of the substance to be examined add 80 mL of the mobile phase and sonicate for 10 min. Cool to room temperature and dilute to 100.0 mL with the mobile phase.

Reference solution (a). Dissolve 25.0 mg of *2-methylpyrazine CRS* in the mobile phase and dilute to 10.0 mL with the mobile phase. Dilute 1.0 mL of the solution to 10.0 mL with the mobile phase. Dilute 1.0 mL of this solution to 100.0 mL with the mobile phase.

Reference solution (b). Dissolve 15 mg of *glucosamine for system suitability CRS* (containing impurities B and C) in the mobile phase and dilute to 5.0 mL with the mobile phase.

Column:

- *size*: *l* = 0.15 m, Ø = 4.6 mm;
- *stationary phase*: *end-capped octadecylsilyl silica gel for chromatography R* (3 µm);
- *temperature*: 30 °C.

Mobile phase: dissolve 0.5 g of *sodium heptanesulfonate R* in *water for chromatography R*, add 0.5 mL of *phosphoric acid R* and 4 mL of a 56 g/L solution of *potassium hydroxide R* and dilute to 1000 mL with *water for chromatography R*; to 1000 mL of this solution add 50 mL of *acetonitrile R1*.

Flow rate: 1.0 mL/min.

Detection: spectrophotometer at 195 nm.

Injection: 20 µL.

Run time: twice the retention time of 2-methylpyrazine.

Retention time: 2-methylpyrazine = about 9 min.

System suitability: reference solution (b):

- *resolution*: minimum 1.5 between the peaks due to impurities B and C.

Limits:

- *unspecified impurities*: for each impurity, not more than 0.5 times the area of the principal peak in the chromatogram obtained with reference solution (a) (0.05 per cent);
- *total*: not more than twice the area of the principal peak in the chromatogram obtained with reference solution (a) (0.2 per cent);

Monographs G

– *disregard limit*: 0.3 times the area of the principal peak in the chromatogram obtained with reference solution (a) (0.03 per cent).

Loss on drying (*2.2.32*): maximum 0.5 per cent, determined on 1.000 g by drying in an oven at 105 °C for 2 h.

Sulfated ash (*2.4.14*): maximum 0.1 per cent, determined on 1.0 g.

Microbial contamination

TAMC: acceptance criterion 10^3 CFU/g (*2.6.12*).

TYMC: acceptance criterion 10^2 CFU/g (*2.6.12*).

Absence of *Escherichia coli* (*2.6.13*).

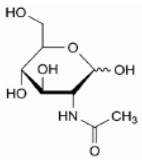
ASSAY

Dissolve 0.200 g in 50 mL of *water R* and add 1.0 mL of *0.1 M hydrochloric acid*. Titrate with *0.1 M sodium hydroxide*, determining the end-point potentiometrically (*2.2.20*). Read the volume added between the 2 points of inflexion.

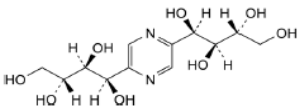
1 mL of *0.1 M sodium hydroxide* is equivalent to 21.56 mg of $C_6H_{14}ClNO_5$.

IMPURITIES

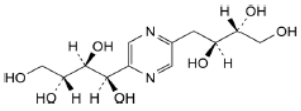
Other detectable impurities (the following substances would, if present at a sufficient level, be detected by one or other of the tests in the monograph. They are limited by the general acceptance criterion for other/unspecified impurities and/or by the general monograph *Substances for pharmaceutical use (2034)*. It is therefore not necessary to identify these impurities for demonstration of compliance. See also *5.10. Control of impurities in substances for pharmaceutical use*): *A, B, C, E*.



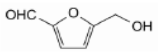
A. 2-(acetylamino)-2-deoxy-D-glucopyranose (*N*-acetylglucosamine),



B. (1*R*,1′*R*,2*S*,2′*S*,3*R*,3′*R*)-1,1′-pyrazine-2,5-diylbis(butane-1,2,3,4-tetrol) (fructosazine),



C. (1*R*,2*S*,3*R*)-1-[5-[(2*S*,3*R*)-2,3,4-trihydroxybutyl]pyrazin-2-yl]butane-1,2,3,4-tetrol (deoxyfructosazine),

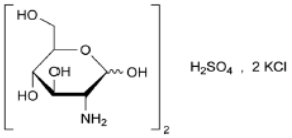


E. 5-(hydroxymethyl)furan-2-carbaldehyde (5-hydroxymethylfurfural).

01/2017:2708

GLUCOSAMINE SULFATE POTASSIUM CHLORIDE

Glucosamini sulfas kalii chloridum



$C_{12}H_{28}Cl_2K_2N_2O_{14}S$ M_r 606

DEFINITION

Bis(2-amino-2-deoxy-D-glucopyranose) sulfate bis(potassium chloride).

Substance prepared from glucosamine hydrochloride isolated from natural sources or produced by fermentation, and potassium sulfate.

Content: 98.0 per cent to 102.0 per cent (dried substance).

PRODUCTION

The animals from which glucosamine sulfate potassium chloride is derived must fulfil the requirements for the health of animals suitable for human consumption.

CHARACTERS

Appearance: white or almost white, crystalline powder.

Solubility: freely soluble in water, sparingly soluble in methanol, practically insoluble in acetone.

IDENTIFICATION

A. Specific optical rotation (see Tests).

B. Infrared absorption spectrophotometry (*2.2.24*).
Comparison: *glucosamine sulfate potassium chloride CRS*.

C. It gives reaction (a) of chlorides (*2.3.1*).

D. It gives reaction (a) of sulfates (*2.3.1*).

E. 1 mL of solution S (see Tests) gives reaction (a) of potassium (*2.3.1*).

TESTS

Solution S. Dissolve 2.50 g in *carbon dioxide-free water R* and dilute to 25.0 mL with the same solvent.

Appearance of solution. The solution is clear (*2.2.1*) and colourless (*2.2.2, Method II*).

Dilute 5.0 mL of solution S to 25.0 mL with *water R*.

pH (*2.2.3*): 3.0 to 5.0 for solution S.

Specific optical rotation (*2.2.7*): + 47.0 to + 53.0 (dried substance), determined on solution S.

Examine 3 h after preparation of solution S.

Related substances. Liquid chromatography (*2.2.29*).

Test solution. To 0.42 g of the substance to be examined add 80 mL of the mobile phase and sonicate for 10 min. Cool to room temperature and dilute to 100.0 mL with the mobile phase.

Reference solution (a). Dissolve 25.0 mg of *2-methylpyrazine CRS* in the mobile phase and dilute to 10.0 mL with the mobile phase. Dilute 1.0 mL of the solution to 10.0 mL with the mobile phase. Dilute 1.0 mL of this solution to 100.0 mL with the mobile phase.

Reference solution (b). Dissolve 15 mg of *glucosamine for system suitability CRS* (containing impurities B and C) in the mobile phase and dilute to 5.0 mL with the mobile phase.