



中华人民共和国国家标准

GB 20802—2017
代替 GB/T 20802—2006

饲料添加剂 蛋氨酸铜络(螯)合物

Feed additive—Cupric methionine complex (chelate)

2017-10-14 发布

2018-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准的第1章、第3章和第5章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 20802—2006《饲料添加剂 蛋氨酸铜》。

本标准与 GB/T 20802—2006 相比,主要技术差异如下:

- 将“感官性状”改为“外观和性状”,外观和性状中增设了水溶性指标。
- 删除了摩尔比为 1:1 的蛋氨酸铜络(螯)合物的相关内容。
- 在技术指标中增设了螯合率指标。
- 将铜和蛋氨酸含量的表示方式由占标示量的百分数改为铜和蛋氨酸含量。
- 将摩尔比为 2:1 的蛋氨酸铜的水分含量由小于等于 5%修改为小于等于 2%;将铅含量由小于等于 30 mg/kg 修改为小于等于 20 mg/kg;将粒度由“100%通过 0.42 mm(40 目)分析筛;0.20 mm(80 目)分析筛筛上物小于等于 20%”修改为“0.20 mm 分析筛筛上物小于等于 20%”。
- 检验规则中规定了出厂检验和型式检验。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)提出并归口。

本标准起草单位:中国农业科学院北京畜牧兽医研究所、上海市饲料质量监督检验站、上海市饲料工业标准化委员会。

本标准主要起草人:罗绪刚、吕林、朱勇文、张丽阳、张伶燕、赵志辉、凤懋熙、杨海锋、雷萍。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 20802—2006。

饲料添加剂 蛋氨酸铜络(螯)合物

1 范围

本标准规定了饲料添加剂蛋氨酸铜络(螯)合物的要求、试验方法、检验规则以及标签、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于由蛋氨酸(2-氨基-4-甲硫基-丁酸)与硫酸铜合成的摩尔比为 2 : 1 的蛋氨酸铜络(螯)合物产品。

摩尔比为 2 : 1 的蛋氨酸铜络(螯)合物的分子式: $C_{10}H_{20}N_2O_4S_2Cu$, 相对分子质量为 359.95 (按 2007 年国际相对原子质量计)。

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/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 5917.1 饲料粉碎粒度测定 两层筛筛分法
- GB/T 6435 饲料中水分的测定
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 10648 饲料标签
- GB/T 13079—2006 饲料中总砷的测定
- GB/T 13080—2004 饲料中铅的测定 原子吸收光谱法
- GB/T 13080.2—2005 饲料添加剂 蛋氨酸铁(铜、锰、锌)螯合率的测定 凝胶过滤色谱法
- GB/T 14699.1 饲料 采样

3 要求

3.1 外观和性状

摩尔比为 2 : 1 的蛋氨酸铜络(螯)合物为蓝紫色粉末, 微溶于水, 略有蛋氨酸特有气味。无结块、发霉、变质现象。

3.2 技术指标

饲料添加剂蛋氨酸铜络(螯)合物产品应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标
铜(Cu)/%	≥16.8
蛋氨酸/%	≥78.0
螯合率/%	≥95

表 1 (续)

项 目	指 标
水分/%	≤2
总砷(As)/(mg/kg)	≤10
铅(Pb)/(mg/kg)	≤20
粒度(0.20 mm 筛上物)/%	≤20

4 试验方法



警示：试验方法规定的一些过程可能导致危险情况，操作者应采取适当的安全和防护措施。

本标准的检验方法所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水；所有滴定分析用标准溶液按 GB/T 601 配制和标定。

4.1 感官检验

取适量试样置于白纸上，在自然光下观察其色泽，嗅其味。

4.2 鉴别

4.2.1 试剂及溶液

- 4.2.1.1 甲醇。
- 4.2.1.2 三氯甲烷。
- 4.2.1.3 双硫脲三氯甲烷溶液(10 μg/mL)：称取 1 mg 双硫脲，溶解于 100 mL 三氯甲烷(4.2.1.2)。
- 4.2.1.4 吡啶。

4.2.2 鉴别方法

称取 1.0 g 试样，用 25 mL 甲醇(4.2.1.1)提取，过滤，取滤液 0.1 mL，按顺序加入双硫脲三氯甲烷溶液(4.2.1.3)3 mL，试液不得出现混浊、沉淀现象；再加入吡啶(4.2.1.4)0.5 mL，试液不得出现蓝色现象。

4.3 铜含量的测定

4.3.1 原理

试样经硝酸和盐酸消化后，在 pH 为 5 的条件下，用乙二胺四乙酸(EDTA)与铜离子络合，用 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN)指示剂指示滴定终点，由所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积计算出铜含量。

4.3.2 试剂和材料

- 4.3.2.1 硝酸。
- 4.3.2.2 盐酸。
- 4.3.2.3 氨水溶液：氨水+水=1+9。
- 4.3.2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH=5)：82 g 乙酸钠加 25 mL 乙酸，加水稀释至 200 mL。

- 4.3.2.5 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(EDTA-2Na): $c(\text{EDTA-2Na})=0.02\text{ mol/L}$ 。
- 4.3.2.6 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN)指示剂:0.2 g 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN)溶于 100 mL 95%乙醇。

4.3.3 分析步骤

称取 0.25 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 3 mL 硝酸(4.3.2.1)和 3 mL 盐酸(4.3.2.2),加热消化至近干,冷却后,加入 20 mL 水加热至近干,冷却后加水 80 mL,用氨水溶液(4.3.2.3)调溶液 pH 为 5 左右,此时溶液呈深蓝色,加入乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.3.2.4)10 mL 和 PAN 指示剂(4.3.2.6) 3 滴,然后加热煮沸,趁热用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(4.3.2.5)滴定至变黄绿色为终点。

同时,另取 250 mL 锥形瓶,做空白试验,除不加试样外,其他操作及加入试剂的种类和数量均与测定试验相同。

4.3.4 结果计算与表示

试样中铜含量 X_1 以质量分数计,数值以%表示,可按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_0) \times c_1 M_1 \times 10^{-3}}{m_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- V_0 ——滴定空白溶液所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(4.3.2.5)的体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——滴定试样溶液所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(4.3.2.5)的体积,单位为毫升(mL);
- c_1 ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(4.3.2.5)的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- M_1 ——铜的摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mol)($M_1=63.55$);
- m_1 ——试样的质量,单位为克(g)。

以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留至一位小数。
两次测定结果的绝对差值不大于 1%。

4.4 蛋氨酸含量的测定

4.4.1 原理

在中性介质中准确加入过量的碘溶液,将两个碘原子加成到蛋氨酸的硫原子上,过量的碘溶液用硫代硫酸钠标准滴定溶液回滴,由所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积计算出试样中蛋氨酸含量。

4.4.2 试剂和材料

- 4.4.2.1 碘化钾。
- 4.4.2.2 盐酸溶液:6 mol/L。
- 4.4.2.3 氢氧化钠溶液:20%。
- 4.4.2.4 硫酸溶液:硫酸+水=1+5。
- 4.4.2.5 磷酸二氢钾溶液:200 g/L。
- 4.4.2.6 磷酸氢二钾溶液:200 g/L。
- 4.4.2.7 碘溶液: $c(1/2\text{ I}_2)=0.1\text{ mol/L}$ 。
- 4.4.2.8 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1\text{ mol/L}$ 。

4.4.2.9 淀粉指示液:10 g/L。

4.4.3 分析步骤

称取 1.5 g 样品,精确至 0.000 1 g,置于 100 mL 烧杯中,加 50 mL 水,3 mL 盐酸溶液(4.4.2.2),加热溶解,用氢氧化钠溶液(4.4.2.3)调节 pH 大于或等于 13,煮沸 3 min,冷却后移入 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,取上层清液过滤,准确移取 50 mL 滤液于碘量瓶中,加 50 mL 水,用硫酸溶液(4.4.2.4)调节 pH 为 7,加入 10 mL 磷酸二氢钾溶液(4.4.2.5)、10 mL 磷酸氢二钾溶液(4.4.2.6)、2 g 碘化钾(4.4.2.1),摇匀,准确加入 50 mL 碘溶液(4.4.2.7),均匀,于暗处放置 30 min,用硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.4.2.8)滴定至溶液颜色由深蓝色变为浅蓝色时,加入 3 mL 淀粉指示液(4.4.2.9),继续滴定至溶液蓝色消失。

同时,另取 100 mL 烧杯和 250 mL 锥形瓶,做空白试验,除不加试样外,其他操作及加入试剂的种类和数量均与测定试验相同。

4.4.4 结果计算与表示

试样中蛋氨酸含量 X_2 以质量分数计,数值以%表示,可按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{(V_2 - V_3) \times c_2 M_2 \times 10^{-3} \times 5}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_2 ——滴定空白溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.4.2.8)的体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——滴定试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.4.2.8)的体积,单位为毫升(mL);

c_2 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.4.2.8)的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M_2 ——与消耗 1 mol 硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.4.2.8)相当的蛋氨酸质量,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2 = 74.6$);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留至一位小数。

两次测定结果的绝对差值不大于 1%。

4.5 螯合率的测定

按 GB/T 13080.2—2005 测定。

4.6 水分含量的测定

按 GB/T 6435 测定。

4.7 总砷含量的测定

试样前处理按 GB/T 13079—2006 中 5.4.1.2 进行,测定按 GB/T 13079—2006 中第 5 章进行。

4.8 铅含量的测定

试样前处理按 GB/T 13080—2004 中 7.1.2.1 进行,测定按 GB/T 13080—2004 进行。试样测定需扣除背景。

4.9 粒度的测定

按 GB/T 5917.1 测定。

5 检验规则

5.1 组批

以相同材料、相同的生产工艺、连续生产或同一班次生产的产品为一批。

5.2 采样

按 GB/T 14699.1 的规定进行采样。

5.3 出厂检验

表 1 所列项目中,铜、蛋氨酸、水分、总砷和铅含量为出厂检验项目。

5.4 型式检验

型式检验项目为第 3 章的全部要求。产品正常生产时,每半年至少进行一次型式检验,但有下列情况之一时,亦进行型式检验:

- a) 产品定型时;
- b) 生产工艺或原料来源有较大改变,可能影响产品质量时;
- c) 停产三个月以上,重新恢复生产时;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时。

5.5 判定规则

检验结果有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

6 标签、包装、运输和贮存

6.1 标签

按 GB 10648 执行。

6.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮。

6.3 运输

运输中防止包装破损、日晒、雨淋,禁止与有毒有害物质共运。

6.4 贮存

贮存时防止日晒、雨淋,禁止与有毒有害物质混贮。

7 保质期

在规定的运输、贮存条件下,保质期为 24 个月。

