



中华人民共和国国家标准

GB 21034—2017
代替 GB/T 21034—2007

饲料添加剂 蛋氨酸羟基类似物钙盐

Feed additive—Calcium salt of hydroxyl analogue of methionine

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 21034—2007《饲料添加剂 羟基蛋氨酸钙》。

本标准与 GB/T 21034—2007 相比,主要技术差异如下:

- 将标准名称改为“饲料添加剂 蛋氨酸羟基类似物钙盐”;
- 将外观和性状改为“本品为白色、浅灰色或灰褐色粉末或颗粒,有特有腥臭味”;
- 增加了产品中蛋氨酸羟基类似物鉴别方法(高效液相色谱法);
- 删除了技术指标中粒度的要求;
- 检验规则中添加了“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:中国农业大学、中国饲料工业协会、诺伟司(中国)投资有限公司。

本标准主要起草人:譙仕彦、孙祥丽、曾祥芳、谢春元、侯成立、武玉波。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 21034—2007。

饲料添加剂 蛋氨酸羟基类似物钙盐

1 范围

本标准规定了饲料添加剂蛋氨酸羟基类似物钙盐的要求、试验方法、检验规则以及标签、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于以蛋氨酸羟基类似物和氢氧化钙为主要原料生产的饲料添加剂蛋氨酸羟基类似物钙盐。

化学名：2-羟基-4-甲硫基丁酸钙盐；2-羟基-4-甲硫基丁酸钙；羟基蛋氨酸钙。

分子式： $(\text{CH}_3\text{SCH}_2\text{CH}_2\text{CHOHCOO})_2\text{Ca}$ 。

相对分子质量：338.44（按 2007 年国际相对原子质量）。

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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6435 饲料中水分的测定
- GB/T 6436 饲料中钙的测定
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 9725 化学试剂 电位滴定法通则
- GB 10648 饲料标签
- GB/T 13079 饲料中总砷的测定
- GB/T 14699.1 饲料 采样
- GB/T 19371.2 饲料中蛋氨酸羟基类似物的测定 高效液相色谱法

3 要求

3.1 外观和性状

本品为白色、浅灰色或灰褐色粉末或颗粒，有特有腥臭味。

3.2 技术指标

技术指标应符合表 1 规定。

表 1 技术指标

项目	指标
蛋氨酸羟基类似物钙盐含量(以干基计)/%	≥95.0
蛋氨酸羟基类似物含量(以干基计)/%	≥84.0

表 1（续）

项目	指标
钙/%	11.0~15.0
干燥失重/%	≤1.0
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤20
总砷(As)/(mg/kg)	≤2

4 试验方法

除特殊说明外,所用试剂均为分析纯;色谱分析中所用水应符合 GB/T 6682 中一级水的规定,其他试验用水符合 GB/T 6682 中三级水的规定;试剂和溶液的制备应符合 GB/T 601 和 GB/T 603 的规定。

4.1 感官检验

在自然光条件下,将产品置于白色瓷盘中,通过目测,产品为浅灰色或灰褐色颗粒。打开包装,产品在嗅觉上有特有的腥臭味。

4.2 鉴别试验

4.2.1 试剂和溶液

无水硫酸铜饱和硫酸溶液:取无水硫酸铜加入浓硫酸搅拌直至出现沉淀。

4.2.2 氨基酸的鉴别方法

称取试样 25 mg 于干燥试管中,加无水硫酸铜饱和硫酸溶液(4.2.1)1 mL,溶液立即显黄色,继而转成黄绿色。

4.2.3 蛋氨酸羟基类似物的定性鉴别

4.2.3.1 试剂和溶液

4.2.3.1.1 标准品:蛋氨酸羟基类似物钙盐标准品(纯度 99%)。

4.2.3.1.2 蛋氨酸羟基类似物钙盐标准溶液(100 mg/L):称取蛋氨酸羟基类似物钙盐标准品(4.2.3.1.1) 0.1 g(精确至 0.000 1 g),加水超声助溶后定容至 100 mL,取该溶液 10 mL,用水定容至 100 mL。

4.2.3.2 鉴别方法

称取试样 0.1 g(精确至 0.000 1 g),加水超声助溶后定容至 100 mL,取该溶液 10 mL,用水定容至 100 mL。

按 GB/T 19371.2 测定,要求试样溶液蛋氨酸羟基类似物钙盐溶液色谱峰保留时间与蛋氨酸羟基类似物钙盐标准溶液(4.2.3.1.2)相同,且羟基类似物含量≥80%。

4.3 蛋氨酸羟基类似物钙盐和蛋氨酸羟基类似物的含量的测定

4.3.1 试剂与材料

4.3.1.1 酸溶液:冰乙酸:水:浓盐酸=50+10+3。

4.3.1.2 溴酸钾-溴化钾标准滴定溶液, $c(\frac{1}{6}\text{KBrO}_3)$ 约为 0.6 mol/L。

称取 17.5 g 溴酸钾(精确至 0.000 1 g)和 112.5 g 溴化钾(精确至 0.000 1 g),用水溶解后定容至 1 L。按 GB/T 601 规定的方法标定,此溶液贮存于棕色瓶中,有效期为一个月。

4.3.2 仪器设备

4.3.2.1 自动电位测定仪或酸度计。

4.3.2.2 铂的饱和甘汞电极组成的复合电极。

4.3.3 分析方法

4.3.3.1 原理

在酸性介质中,蛋氨酸羟基类似物发生以下氧化还原反应:



在待测溶液中加入一根铂的饱和甘汞电极组成的复合电极(或铂的饱和甘汞复合电极),随着滴定液的加入,待测离子浓度不断变化,电极电位也发生相应的变化,在等当点发生电位突越,以此确定滴定终点。

4.3.3.2 步骤

称取 0.5 g(精确至 0.000 1 g)经粉碎、干燥($105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$)至恒重后的试样于 150 mL 烧杯中,加 50 mL 酸溶液(4.3.1.1),超声溶解后将烧杯置磁力搅拌器上,将电极插入溶液中,调节搅拌速度至溶液充分涡旋,用溴酸钾-溴化钾标准滴定溶液(4.3.1.2)滴定,按 GB/T 9725,确认滴定体积。

4.3.4 结果计算

蛋氨酸羟基类似物钙盐 $[(\text{CH}_3\text{SCH}_2\text{CH}_2\text{CHOHCOO})_2\text{Ca}]$ 含量 X_1 以质量分数计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{c_1 \times V_1 \times 0.084\ 6}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c_1 ——溴酸钾-溴化钾标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定试样消耗溴酸钾-溴化钾标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

0.084 6——与 1.0 mL 溴酸钾-溴化钾标准滴定溶液 $[c(\frac{1}{6}\text{KBrO}_3)=1.0\text{ mol/L}]$ 相当的、以克表示的蛋氨酸羟基类似物钙盐的质量;

m_1 ——试样质量,单位为克(g)。

蛋氨酸羟基类似物 $[\text{CH}_3\text{SCH}_2\text{CH}_2\text{CHOHCOOH}]$ 含量 X_2 以质量分数计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{c_1 \times V_1 \times 0.075\ 1}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c_1 ——溴酸钾-溴化钾标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定试样消耗溴酸钾-溴化钾标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

0.075 1——与 1.0 mL 溴酸钾-溴化钾标准滴定溶液 $[c(\frac{1}{6}\text{KBrO}_3)=1.0\text{ mol/L}]$ 相当的、以克表示

的蛋氨酸羟基类似物的质量；

m_1 ——试样质量，单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。结果表示至小数点后一位。

4.3.5 重复性

两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

4.4 干燥失重的测定

按 GB/T 6435 测定。

4.5 钙的测定

按 GB/T 6436 测定。

4.6 重金属测定

4.6.1 试剂与溶液

4.6.1.1 硫酸。

注意：硫酸是强腐蚀液，操作者需戴防护眼镜、手套，以防灼伤。

4.6.1.2 硝酸。

4.6.1.3 盐酸。

4.6.1.4 铅标准溶液：1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.6.1.5 氢氧化钠溶液：40 g/L。

4.6.1.6 氨水溶液(10%)：按 GB/T 603 制备。

4.6.1.7 盐酸溶液 I：取盐酸 63 mL，加水适量使成 100 mL，摇匀。

4.6.1.8 盐酸溶液 II：取盐酸 18 mL，加水适量使成 100 mL，摇匀。

4.6.1.9 硫代乙酰胺溶液：取硫代乙酰胺 4 g，加水使溶解成 100 mL，置冰箱中冷藏保存。临用前取 1.0 mL 及混合液[由氢氧化钠溶液(4.6.1.5)15 mL、水 5.0 mL 及丙三醇 20 mL 组成]5.0 mL，置水浴上加热 20 s，混匀，冷却，立即使用。

4.6.1.10 乙酸盐缓冲液(pH3.5)：取乙酸铵 25 g，加水 25 mL 溶解，加盐酸溶液 I (4.6.1.7)38 mL，用盐酸溶液 II (4.6.1.8)或氨水溶液(4.6.1.6)准确调节 pH 值至 3.5(电位计指示)，用水稀释至 100 mL，摇匀。

4.6.1.11 酚酞指示液：按 GB/T 603 制备。

4.6.1.12 铅标准工作液配制：量取铅标准溶液(4.6.1.4)2.00 mL，置 200 mL 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀(每毫升相当于 10 μg 的 Pb)。

4.6.2 分析步骤

4.6.2.1 试样溶液制备

称取试样 1 g(精确至 0.01 g)，置瓷坩埚中，缓缓炽灼至完全炭化，放冷。加硫酸(4.6.1.1)0.5 mL~1 mL 使湿润，低温加热至硫酸蒸气除尽后，在 550℃ 炽灼使完全灰化，放冷。加硝酸(4.6.1.2)0.5 mL，蒸干至氧化氮蒸气除尽后，放冷。加盐酸(4.6.1.3)2.0 mL，置水浴上蒸干后加水 15 mL，滴加氨水溶液(4.6.1.6)至对酚酞指示液(4.6.1.11)显微红色，再加乙酸盐缓冲液(4.6.1.10)2.0 mL，微热溶解后，移置纳氏比色管，加水稀释成 25 mL，作为乙管。

4.6.2.2 标准比色溶液制备

另取制备试样溶液的试剂,置瓷坩埚中蒸干后,加乙酸盐缓冲液(4.6.1.10)2.0 mL 与水 15 mL,微热溶解后,移置纳氏比色管中,加铅标准工作液(4.6.1.12)2.0 mL,再用水稀释成 25 mL,作为甲管。

4.6.3 结果判定

在甲、乙两管中分别加硫代乙酰胺溶液(4.6.1.9)各 2.0 mL,摇匀,放置 2 min,同置白纸上,自上向下透视,观察比较甲管与乙管的颜色,如乙管所显颜色不深于甲管,则判定为符合规定。

4.7 总砷的测定

按 GB/T 13079 测定。

5 检验规则



5.1 组批

以相同原料、相同的生产工艺、连续生产或同一批次生产的产品为一批。

5.2 采样方法

按 GB/T 14699.1 进行。

5.3 出厂检验

外观和性状、蛋氨酸羟基类似物含量、干燥失重、总砷、重金属为出厂检验项目。

5.4 型式检验

型式检验项目为第 3 章规定的全部项目。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) 生产工艺及设备有重大变更时;
- b) 所用原料有重大变化时;
- c) 停产三个月以上,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 判定方法

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、贮存

6.1 标签

按 GB 10648 的规定执行。

6.2 包装

采用纸塑复合包装袋或根据客户要求包装,包装应确保避光。

6.3 运输

在运输过程中应避光、防潮、防高温、防止包装破损,严禁与有毒有害物质混运。

6.4 贮存

应贮存在干燥、避光处,防止雨淋,严禁与有毒有害物品混贮。

7 保质期

在规定的运输贮存条件下,从生产之日起保质期 24 个月。

