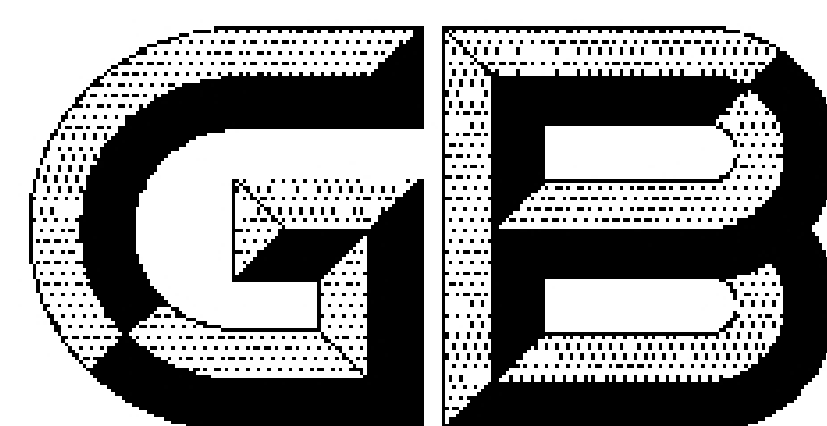




中华人民共和国国家标准

GB 22489—2017
代替 GB/T 22489—2008

饲料添加剂 蛋氨酸锰络(螯)合物

Feed additive—Manganese 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 22489—2008《饲料添加剂 蛋氨酸锰》。

本标准与 GB/T 22489—2008 相比,主要技术内容差异如下:

- 调整了摩尔比为 2:1 的蛋氨酸锰络(螯)合物的技术指标;
- 水分由 5%修改为 3%;
- 铅由 10 mg/kg 修改为 5 mg/kg;
- 修改了蛋氨酸测定方法;
- 5.3 调整了出厂检验项目。

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:国家饲料质量监督检验中心(武汉)、广州天科科技有限公司、广州康瑞德生物技术有限公司、中国农业科学院北京畜牧兽医研究所。

本标准主要起草人:杨林、滕冰、刘贤荣、何旭孔、罗绪刚、周建群。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 22489—2008。

饲料添加剂 蛋氨酸锰络(螯)合物

1 范围

本标准规定了饲料添加剂蛋氨酸锰络(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。

本标准适用于由可溶性锰盐与蛋氨酸(2-氨基-4-甲硫基-丁酸)合成的摩尔比为 2 : 1 或 1 : 1 的饲料添加剂蛋氨酸锰络(螯)合物。

蛋氨酸-锰摩尔比为 2 : 1 的蛋氨酸锰络(螯)合物:分子式为 $C_{10}H_{20}N_2O_4S_2Mn$; 相对分子质量: 351.4(按 2007 年国际相对原子质量计)。

蛋氨酸-锰摩尔比为 1 : 1 的蛋氨酸锰络(螯)合物:分子式为 $C_5H_{11}NO_6S_2Mn$; 相对分子质量: 300.2(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 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 13082 饲料中镉的测定方法
- GB/T 14699.1 饲料 采样

3 要求

3.1 外观和性状

蛋氨酸锰络(螯)合物(摩尔比为 2 : 1)为类白色粉末,微溶于水,具有蛋氨酸特有气味,无结块、发霉、变质现象。

蛋氨酸锰络(螯)合物(摩尔比为 1 : 1)为白色或类白色粉末,易溶于水,略有蛋氨酸特有气味,无结块、发霉、变质现象。

3.2 技术指标

技术指标应符合表 1 要求。

表 1 蛋氨酸锰络(螯)合物技术指标

项目	指标	
	摩尔比为 2∶1 的产品	摩尔比为 1∶1 的产品
锰/％	≥14.5	≥15.0
蛋氨酸/％	≥79.5	≥40.0
络(螯)合率/％	≥93.0	≥83.0
水分/％	≤3	
粒度(0.20 mm 筛上物)/％	≤2	
总砷/(mg/kg)	≤5	
铅/(mg/kg)	≤5	
镉/(mg/kg)	≤5	

4 试验方法

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

警示——检验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时应采取适当的安全和防护措施。

4.1 感官检验

采用目测及嗅觉检验。

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 吡啶偶氮萘酚(PAN)三氯甲烷溶液(0.1 mg/mL):称取 0.01 g PAN 溶解于 100 mL 三氯甲烷中。

4.2.1.4 氢氧化钾甲醇溶液(0.01 g/mL):称取 1 g 氢氧化钾溶解于 100 mL 甲醇中。

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 1.0 mL,加入吡啶偶氮萘酚(PAN)三氯甲烷溶液(4.2.1.3)1.0 mL,再加入氢氧化钾甲醇溶液(4.2.1.4)0.5 mL,得到紫色溶液。

4.3 水分

按 GB/T 6435 中规定的方法测定。

4.4 粉碎粒度

按 GB/T 5917.1 中规定的方法测定。

4.5 总砷的测定

前处理按 GB/T 13079—2006 中 5.4.1.2 的规定进行,测定按 GB/T 13079—2006 中第 5 章的规定进行。

4.6 铅的测定

前处理按 GB/T 13080—2004 中 7.1.2.1 的规定进行,测定按 GB/T 13080—2004 中 7.2、7.3 的规定进行。

4.7 镉的测定

按 GB/T 13082 中规定的方法测定。

4.8 锰含量的测定

4.8.1 原理

在磷酸介质中,于 200 ℃~220 ℃下用硝酸铵将试料中的二价锰定量氧化成三价锰,以 N-苯代邻氨基苯甲酸作指示剂,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定。

4.8.2 试剂和材料

4.8.2.1 磷酸。

4.8.2.2 硝酸铵。

4.8.2.3 无水碳酸钠。

4.8.2.4 N-苯代邻氨基苯甲酸指示液:2 g/L。称取 0.2 g N-苯代邻氨基苯甲酸,溶于少量水中,加 0.2 g 无水碳酸钠,低温加热溶解后加水至 100 mL,摇匀。

4.8.2.5 硫磷混合酸:于 700 mL 水中徐徐加入 150 mL 硫酸及 150 mL 磷酸,摇匀,冷却。

4.8.2.6 重铬酸钾标准溶液: $c(1/6 K_2Cr_2O_7)$ 约为 0.1 mol/L。称取在 120 ℃烘至质量恒定的基准重铬酸钾约 4.9 g(精确至 0.000 1 g),置于 1 000 mL 容量瓶中,加适量水溶解后,稀释至刻度,摇匀。

4.8.2.7 硫酸亚铁铵标准滴定溶液: $c[Fe(NH_4)_2(SO_4)_2]$ 约为 0.1 mol/L。硫酸亚铁铵标准滴定溶液的标定应与样品测定同时进行。

配制:称取 40 g 硫酸亚铁铵,加入(1+4)硫酸溶液 300 mL,溶解后加 700 mL 水,摇匀。

标定:称取 25 mL 重铬酸钾标准溶液,加 10 mL 硫磷混合酸,加水至 100 mL。用硫酸亚铁铵标准滴定至橙黄色消失。加入 2 滴 N-苯代邻氨基苯甲酸指示液,继续滴定至溶液显亮绿色即为终点。

硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度(c_1)按式(1)计算:

$$c_1 = \frac{V_1 m_1}{49.03V} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_1 ——称取重铬酸钾的实际质量,单位为克(g);
- 49.03——重铬酸钾($1/6 K_2Cr_2O_7$)的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- V_1 ——移取重铬酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V ——滴定中消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

4.8.3 分析步骤

称取约 0.5 g 试样(精确至 0.000 1 g),置于 500 mL 锥形瓶中,用少量水润湿。加入 20 mL 磷酸

(4.8.2.1), 摇匀后加热, 至溶液刚好呈棕褐色时(此时温度为 200 ℃~220 ℃), 加入 4 g 硝酸铵(4.8.2.2) 并充分摇匀, 待黄烟逸尽, 冷却至 70 ℃, 加入 100 mL 水, 摇匀, 溶解, 冷却至室温。用硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.8.2.7) 滴定至浅红色, 加入 2 滴 *N*-苯代邻氨基苯甲酸指示液(4.8.2.4), 继续滴定至溶液由红色变为亮黄色即为终点。

4.8.4 分析结果的表述

锰含量以质量分数 X_1 计, 数值以 % 表示, 按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{c_1 V_2 \times 0.054\ 94}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c_1 ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的实际浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——滴定中消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

m_2 ——试样的质量, 单位为克(g);

0.054 94 ——与 1.00 mL 硫酸亚铁铵标准滴定溶液 $\{c[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2] = 1.000 \text{ mol/L}\}$ 相当的以克表示的锰的质量数。

保留三位有效数字, 取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

4.8.5 重复性

在重复性条件下, 两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5 %。

4.9 蛋氨酸含量的测定

4.9.1 原理

在中性介质中准确加入过量的碘溶液, 两个碘原子与蛋氨酸上的硫原子结合, 过量的碘溶液用硫代硫酸钠标准溶液回滴, 从而求出试样中蛋氨酸的含量。

4.9.2 试剂和溶液

4.9.2.1 盐酸溶液(1+1)。

4.9.2.2 氢氧化钠溶液(20%)。

4.9.2.3 硫酸(20%)。

4.9.2.4 磷酸氢二钾溶液 200 g/L。

4.9.2.5 磷酸二氢钾溶液 200 g/L。

4.9.2.6 碘化钾。

4.9.2.7 碘溶液: $c(1/2 \text{ I}_2)$ 约为 0.1 mol/L。称取 13 g 碘及 35 g 碘化钾溶于水中, 稀释至 1 000 mL, 摇匀, 储存于棕色瓶中。

4.9.2.8 硫代硫酸钠标准溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约为 0.1 mol/L, 按 GB/T 601 制备并标定。

4.9.2.9 淀粉指示液: 10 g/L。

4.9.3 分析步骤

称取试样约 1.5 g(准确至 0.000 1 g)于 100 mL 烧杯中, 分别加 50 mL 水、3 mL 盐酸溶液(4.9.2.1), 加热溶解, 用氢氧化钠溶液(4.9.2.2)调 pH 约为 13, 煮沸 3 min, 冷却后移入 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。过滤, 准确移取 50 mL 滤液于 250 mL 碘量瓶中, 加入 50 mL 水, 用硫酸溶液(4.9.2.3)调 pH 为 7, 加入 10 mL 磷酸氢二钾溶液(4.9.2.4)、10 mL 磷酸二氢钾溶液(4.9.2.5)、2 g 碘化钾(4.9.2.6), 摇

匀,准确加入 50 mL 碘溶液(4.9.2.7),盖上瓶盖,水封,摇匀,于暗处放置 30 min,用硫代硫酸钠标准溶液(4.9.2.8)滴定至近终点时,加入 3 mL 淀粉指示液(4.9.2.9),继续滴定至溶液蓝色消失为终点。同时做空白试验。

4.9.4 结果计算

蛋氨酸含量以质量分数 X_2 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$X_2 = \frac{(V_3 - V_4) \times c_2 \times 0.0746 \times 5}{m_3} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- V_3 —— 滴定空白溶液所消耗的硫代硫酸钠标准溶液体积,单位为毫升(mL);
- V_4 —— 滴定试样溶液所消耗的硫代硫酸钠标准溶液体积,单位为毫升(mL);
- c_2 —— 硫代硫酸钠标准溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- 0.0746 —— 与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的蛋氨酸的质量数;
- m_3 —— 试样的质量,单位为克(g)。

保留三位有效数字,取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

4.9.5 重复性

在重复性条件下,两次平行测定结果的绝对差值不大于 1%。

4.10 络(螯)合率的测定

按 GB/T 13080.2 中规定的方法测定。

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,锰、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。
