



中华人民共和国国家标准

GB/T 21996—2008

饲料添加剂 甘氨酸铁络合物

Feed additive—Ferric glycine complex

2008-06-17 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：浙江维丰生物科技有限公司、中国农业科学院饲料研究所、国家饲料质量监督检验中心(武汉)。

本标准主要起草人：洪作鹏、于会民、杨林、占秀安、冯杰、王敏奇、汪以真、郑长峰、张玉红、张广民、李奎、裴华、乔云芳、孔随飞、孙爱玉。

饲料添加剂 甘氨酸铁络合物

1 范围

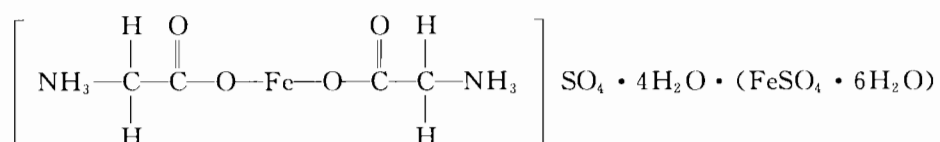
本标准规定了饲料添加剂甘氨酸铁络合物产品的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存、保质期等要求。

本标准适用于以甘氨酸、硫酸亚铁为主要原料,经化学合成制得的、分子结构为链状的甘氨酸铁络合物。该产品在饲料中作为矿物质类添加剂。

分子式: $C_4H_{30}N_2O_{22}S_2Fe_2$

相对分子质量:634.10(按2005年国际相对原子质量)

结构式:



2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 191 包装储运图示标志

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 5917 配合饲料粉碎粒度测定法

GB/T 6432 饲料中粗蛋白测定方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682 1992, neq ISO 3696:1987)

GB 10648 饲料标签

GB 13078 饲料卫生标准

GB/T 13079 饲料中总砷的测定

GB/T 13080 饲料中铅的测定 原子吸收光谱法

GB/T 14699.1 饲料 采样

3 要求

3.1 外观和性状

本品为淡黄色至棕黄色晶体或结晶性粉末,易溶于水。

3.2 技术指标

甘氨酸铁络合物产品技术指标应符合表1的要求。

表 1 技术指标

项 目	指 标
甘氨酸铁络合物($C_4H_{30}N_2O_{22}S_2Fe_2$)/%	≥ 90.0
铁(以 Fe^{2+} 计)/%	≥ 17.0
三价铁(以 Fe^{3+} 计)/%	≤ 0.50
总甘氨酸 /%	≥ 21.0
游离甘氨酸 /%	≤ 1.50
干燥失重 /%	≤ 10.0
铅含量 /%	≤ 0.002
总砷 /%	≤ 0.0005
粒度(孔径 0.84 mm 试验筛通过率) /%	≥ 95.0

4 试验方法

除非另有说明,本标准所用的试剂和水,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级用水;仪器、设备为一般实验室仪器和设备。

4.1 试剂和溶液

4.1.1 碘化钾。

4.1.2 硫酸溶液:5%,按 GB/T 603 配制。

4.1.3 磷酸溶液:10%,量取 72 mL 磷酸,缓缓注入 700 mL 水中,冷却,稀释至 1 000 mL。

4.1.4 二苯胺磺酸钠指示液:5 g/L,按 GB/T 603 配制。

4.1.5 硫酸铈标准滴定溶液:浓度 $c[Ce(SO_4)_2]=0.1 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601 配制与标定。

4.1.6 硫酸溶液:20%,按 GB/T 603 配制。

4.1.7 淀粉溶液:10 g/L,按 GB/T 603 配制。

4.1.8 硫代硫酸钠标准滴定溶液:浓度 $c(Na_2S_2O_3)=0.01 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601 配制与标定成 0.1 mol/L 的标准滴定溶液,然后稀释为 0.01 mol/L。

4.1.9 冰乙酸溶液:浓度 $c(CH_3COOH)=2 \text{ mol/L}$,量取冰乙酸 11.3 mL,加水定容至 100 mL。

4.1.10 结晶紫指示剂溶液:5 g/L,按 GB/T 603 配制。

4.1.11 高氯酸标准滴定溶液:浓度 $c(HClO_4)=0.01 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601 配制与标定成 0.1 mol/L 的标准滴定溶液,然后稀释为 0.01 mol/L。

4.2 仪器和设备

4.2.1 分析天平:感量为 0.000 1 g。

4.2.2 定氮装置。

4.2.3 恒温干燥箱。

4.2.4 微量滴定管。

4.2.5 实验室常规仪器。

4.3 外观和性状的测定

4.3.1 外观

感官检测。

4.3.2 水溶解性

在 $20 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ 下试样加入 10 mL 水中,每隔 5 min 搅拌一次,每次 30 s,共搅 6 次,完全溶解为棕黄色液体(棕黄色为试样中少量三价铁水解所致)。

4.4 二价铁(Fe^{2+})含量的测定

4.4.1 测定原理

试样用酸溶解后,其中的二价铁(Fe^{2+})用硫酸铈标准溶液滴定,二价铁被氧化成三价铁(Fe^{3+}),四价铈(Ce^{4+})被还原成三价铈(Ce^{3+}),用二苯胺磺酸钠作指示剂,由消耗硫酸铈标准滴定溶液的体积计算出二价铁的含量。



4.4.2 测定步骤

称取试样约 2 g(精确至 0.000 1 g),置于 100 mL 烧杯中,加入 5% 硫酸溶液(4.1.2)60 mL,再加入 10% 磷酸溶液(4.1.3)20 mL,搅拌均匀,然后注入 100 mL 的棕色容量瓶中,用蒸馏水将烧杯冲洗并入容量瓶中,再用蒸馏水加至刻度,摇匀,用移液管吸取 25.00 mL 试样溶液于锥形瓶中,加 25 mL 蒸馏水及 4 滴二苯胺磺酸钠指示液(4.1.4),用硫酸铈标准滴定溶液(4.1.5)滴定至溶液由绿色变为紫红色为终点。记下消耗的硫酸铈的体积(V)。

4.4.3 计算和结果的表示

亚铁含量(X_1)以质量分数计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{c \times V \times 0.055\ 85}{m_1 \times 25.00/100} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——硫酸铈标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——试样溶液消耗硫酸铈溶液的体积,单位为毫升(mL);

0.055 85——与 1.00 mL 硫酸铈标准溶液 $\{c[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2] = 1.000\text{ mol/L}\}$ 相当的铁的质量,单位为克(g);

m_1 ——试样质量,单位为克(g)。

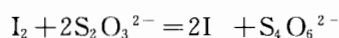
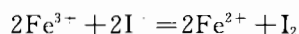
4.4.4 允许偏差

每个试样取两个平行样进行测定,以其算术平均值为结果,允许相对偏差不大于 2%。

4.5 三价铁(Fe^{3+})含量的测定(碘量法)

4.5.1 测定原理

在酸性溶液中加入碘化钾,利用碘(I^-)的还原作用,2 mol 碘(I^-)可以等量将 2 mol 三价铁还原为 2 mol 二价铁,同时析出 1 mol 碘,然后用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定析出的碘,从而间接地测定出试样中三价铁(Fe^{3+})的含量。



4.5.2 测定步骤

称取 0.5 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 碘量瓶中,加 50 mL 水溶解,加 2 mL 20% 硫酸溶液(4.1.6)、1 g 碘化钾(4.1.1),摇匀后,于暗处放置 30 min,用硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.1.8)滴定至淡黄色,加 2 mL 淀粉溶液(4.1.7),继续滴定至蓝色刚刚消失即为终点。平行测定两次。

4.5.3 计算和结果的表示

三价铁(Fe^{3+})含量 X_2 以质量分数计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{c \times V \times 0.055\ 85}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——硫代硫酸钠标准溶液所消耗的体积,单位为毫升(mL);

0.055 85——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000\text{ mol/L}]$ 相当的铁的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位小数。

4.5.4 允许偏差

每个试样取两个平行样进行测定,以其算术平均值为结果,允许相对偏差不大于10%。

4.6 总甘氨酸(氨基乙酸)的测定

4.6.1 测定方法

按 GB/T 6432 规定测定试样中氮(D)的质量分数。

总甘氨酸含量 X_3 以质量分数计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$X_3 = 5.3583 D \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

5.3583——甘氨酸相对分子质量与氮的相对原子质量比值;

D ——试样中氮的质量分数, %。

计算结果保留两位小数。

4.6.2 允许偏差

每个试样取两个平行样进行测定,以其算术平均值为结果,允许相对偏差不大于2%。

4.7 游离甘氨酸(氨基乙酸)的测定

4.7.1 测定原理

以冰乙酸为溶剂,结晶紫为指示剂,高氯酸标准溶液为滴定剂,反应生成氨基乙酸的高氯酸盐。

4.7.2 测定步骤

称取约0.1 g 试样(精准至0.000 2 g),置于250 mL 干燥的锥形瓶中,加入30 mL 冰乙酸(4.1.9)溶解,加入2滴结晶紫指示剂(4.1.10),用高氯酸标准滴定溶液(4.1.11)滴定至溶液由紫色变为蓝绿色为终点,同时做空白试验。

4.7.3 计算和结果的表示

游离甘氨酸含量 X_4 以质量分数计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{c \times (V_1 - V_0) \times 0.07507}{m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

c ——高氯酸标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——试样消耗高氯酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗高氯酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

0.07507——与1.00 mL 高氯酸标准滴定溶液[$c(\text{HClO}_4) = 1.000 \text{ mol/L}$]相当的氨基乙酸的质量,单位为克(g);

m_3 ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位小数。

4.7.4 允许偏差

每个试样取两个平行样进行测定,以其算术平均值为结果,允许相对偏差不大于10%。

4.8 甘氨酸铁络合物($\text{C}_4\text{H}_{30}\text{N}_2\text{O}_{22}\text{S}_2\text{Fe}_2$)含量的测定

根据络合甘氨酸含量以及其在甘氨酸铁络合物分子式结构中所占的比例可以折算出甘氨酸铁络合物($\text{C}_4\text{H}_{30}\text{N}_2\text{O}_{22}\text{S}_2\text{Fe}_2$)的含量。络合甘氨酸含量由上述总甘氨酸(X_3)和游离甘氨酸(X_4)之差求得。

甘氨酸铁络合物($\text{C}_4\text{H}_{30}\text{N}_2\text{O}_{22}\text{S}_2\text{Fe}_2$)含量 X_5 以质量分数计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$X_5 = 4.2273(X_3 - X_4) \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

4.2273——甘氨酸络合物的摩尔质量 $m(1/2 \text{ 甘氨酸铁})$ 与氨基乙酸的摩尔质量 $m(\text{氨基乙酸})$ 的比值。

计算结果保留两位小数。

4.9 干燥失重的测定

4.9.1 测定步骤

洁净称样皿,在 $80\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘 1 h,取出。在干燥器中冷却 30 min,称重准确至 0.000 2 g,重复烘干 30 min,冷却、称重直至两次质量之差小于 0.000 5 g 为恒重。

用已恒重称样皿称取 2 份平行试样,每份 2 g,准确至 0.000 2 g,称样皿盖敞开在 $80\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘 2 h~4 h(以温度达到 $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 开始计时),取出后在干燥器中冷却 30 min,称重。

重复烘干 1 h,冷却、称重,直至两次称重的质量差小于 0.002 g。

4.9.2 计算和结果的表示

干燥失重 X_6 以质量分数计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$X_6 = \frac{m_4 - m_5}{m_4 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_4 —— $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘干前试样及称样皿的质量,单位为克(g);

m_5 —— $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘干后试样及称样皿的质量,单位为克(g);

m_0 ——已恒重的称样皿的质量,单位为克(g)。

4.9.3 允许偏差

每个试样取两个平行样进行测定,以其算术平均值为结果,允许相对偏差不大于 5%。

4.10 铅含量的测定

按 GB/T 13080 执行。

4.11 总砷的测定

按 GB/T 13079 执行。

4.12 粒度检验

粒度 X_7 按式(7)计算:

$$X_7 = 1 - X_8 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

X_7 ——孔径 0.84 mm 试验筛通过率,%;

X_8 ——孔径 0.84 mm 试验筛留存率(按 GB/T 5917 执行),%。

5 检验规则

5.1 组批

在规定限度内具有同一性质和质量,并在同一连续生产周期中生产出来的一定数量的产品为一批。

5.2 取样方法

按 GB/T 14699.1 的规定进行取样。

5.3 出厂检验

饲料级甘氨酸铁络合物按本标准的规定对产品性状、甘氨酸铁络合物($\text{C}_4\text{H}_{30}\text{N}_2\text{O}_{22}\text{S}_2\text{Fe}_2$)、二价铁(以 Fe^{2+} 计)、三价铁(以 Fe^{3+} 计)、总甘氨酸、游离甘氨酸、干燥失重、铅含量、总砷、粒度等进行检验。

5.4 型式检验

检验项目为本标准要求的全部项目及 GB 13078 的规定,有下列情况之一时应进行型式检验:

- 新产品投产时;
- 正常生产,每半年进行一次;
- 停产或转产半年又继续生产时;
- 更换主要设备、原料或生产工艺时;

e) 质量监督部门提出质量检验要求时。

5.5 判定规则

5.5.1 检验结果全部合格,判定该批产品合格。如果在检验中有一项指标不符合本标准要求时,应加倍抽样检验。复检仍不符合本标准要求时,则判定整批不合格。

5.5.2 使用单位或经销单位可按照本标准规定的检验规则和试验方法对所收到的产品进行质量检验,检查其是否符合本标准的要求。如果供需双方对产品质量发生异议时,由仲裁单位按本标准规定的试验方法和检验规则进行仲裁。

6 标志、标签

6.1 标志

包装标志应有厂址、厂名、净含量、产品名称、生产许可证号、批准文号、商标、防潮标识、防晒标识等,并符合 GB/T 191 的规定。

6.2 标签

按 GB 10648 执行。

7 包装、运输、贮存和保质期

7.1 包装

包装应符合运输和贮存的要求,包装完整,标签等资料齐全。

7.2 运输

本品在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、受潮,不得与有毒有害物品混运,防止污染。

7.3 贮存

本品应贮存在通风、干燥、避光、阴凉处,地面有防潮设施,堆放时应离墙 40 cm。不得与有毒有害物品混贮,防止污染。

7.4 保质期

在本标准规定的条件下,自生产之日起本产品保质期为 24 个月。
