

中华人民共和国国家标准

GB 7300.103—2020
代替 GB/T 19371.1—2003

饲料添加剂 第1部分：氨基酸、氨基酸盐 及其类似物 蛋氨酸羟基类似物

Feed additives—Part 1: Amino acids, their salts and analogues—
Methionine hydroxy analogue

2020-05-29 发布

2020-12-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本部分的第1章、第3章、第5章为强制性的,其余为推荐性的。

GB 7300《饲料添加剂》按产品分为若干部分。

本部分为GB 7300的第103部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分代替GB/T 19371.1—2003《饲料添加剂 液态蛋氨酸羟基类似物》。

本部分与GB/T 19371.1—2003相比主要变化如下:

- 标准名称改为《饲料添加剂 第1部分:氨基酸、氨基酸盐及其类似物 蛋氨酸羟基类似物》。
- 修改了第1章范围:“本部分适用于以丙烯醛、甲硫醇、氰氢酸为主要原料经化学合成生产的饲料添加剂蛋氨酸羟基类似物。”
- 蛋氨酸羟基类似物含量 $\geq 88\%$ 改为 $\geq 88.0\%$ 。
- 砷的指标修改为 ≤ 2.0 mg/kg。
- 删去铅指标,增加“重金属”指标及检验方法。
- 删去pH值指标。
- 砷的测定按照GB/T 13079—2006中5.4.1.3干灰化法。
- 规定出厂检验项目为:性状、含量、铵盐。
- 保质期改为60个月。

本部分由中华人民共和国农业农村部提出并归口。

本部分起草单位:中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所[国家饲料质量监督检验中心(北京)]、安迪苏生命科学制品(上海)有限公司、诺伟司国际贸易(上海)有限公司。

本部分主要起草人:赵小阳、崔俊锋、郭福存、史媛英、田静、徐思远、冯三令。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 19371.1—2003。

饲料添加剂 第1部分：氨基酸、氨基酸盐 及其类似物 蛋氨酸羟基类似物

1 范围

GB 7300 的本部分规定了饲料添加剂蛋氨酸羟基类似物的要求、试验方法、检验规则及标签、包装、运输、贮存和保质期要求。

本部分适用于以丙烯醛、甲硫醇、氰氢酸为主要原料经化学合成生产的饲料添加剂蛋氨酸羟基类似物。

化学名称：2-羟基-4-甲硫基丁酸

分子式： $C_5H_{10}O_3S$

相对分子质量：150.2(以 $C_5H_{10}O_3S$ 计，按 2016 年国际标准相对原子质量表计算)

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

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

3 要求

3.1 外观与性状

本产品为褐色或棕色黏稠液体，有特殊气味，易溶于水。

警示——本产品有较强腐蚀性，避免与眼睛、皮肤接触，如不慎接触到皮肤，应立即用大量清水冲洗。

3.2 技术指标

蛋氨酸羟基类似物技术指标应符合表 1 规定。

表 1 技术指标

指标名称	指标
蛋氨酸羟基类似物(以 $C_5H_{10}O_3S$ 计)含量/%	≥ 88.0
砷/(mg/kg)	≤ 2.0
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤ 10

表 1 (续)

指标名称	指标
铵盐/%	≤1.5
氰化物	不得检出

4 试验方法

本部分所用的试剂和水,除特殊说明外,均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中规定的三级水,色谱用水符合 GB/T 6682 中一级用水规定,试剂和溶液的制备应符合 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定。

4.1 外观与性状

取适量样品,在自然光线下对颜色和状态进行目测检查,对气味进行嗅觉检查。

4.2 鉴别

4.2.1 试剂

4.2.1.1 无水硫酸铜。

4.2.1.2 硫酸。

4.2.1.3 2,7-二羟基萘。

4.2.1.4 无水硫酸铜饱和硫酸溶液:取无水硫酸铜(4.2.1.1)加入硫酸(4.2.1.2)搅拌直至不溶解。

4.2.1.5 2,7-二羟基萘硫酸溶液:0.01 %。称取 2,7-二羟基萘(4.2.1.3)0.01 g,用硫酸(4.2.1.2)溶解定容至 100 mL,用时现配。

4.2.2 鉴别试验

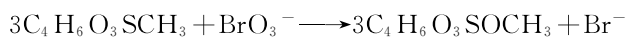
4.2.2.1 取本品 25 mg 于干燥试管中,加无水硫酸铜饱和硫酸溶液(4.2.1.4)1 mL,溶液立即显黄色,继而转成黄绿色。

4.2.2.2 取本品 1 滴于干燥的试管中,加入新配制的 2,7-二羟基萘硫酸溶液(4.2.1.5),置沸水浴中煮沸 10 min~15 min,颜色由黄色转为红棕色。

4.3 蛋氨酸羟基类似物含量的测定

4.3.1 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:



利用溴的颜色变化判断反应终点。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 溴酸钾。

4.3.2.2 溴化钾。

4.3.2.3 碘化钾。

4.3.2.4 盐酸。

4.3.2.5 盐酸溶液:盐酸+水=1+1。

4.3.2.6 酸溶液:冰乙酸+水+浓盐酸=50+10+3。

4.3.2.7 硫代硫酸钠标准滴定溶液 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ (按 GB/T 601 规定)。

4.3.2.8 淀粉指示剂: 10 g/L。

4.3.2.9 溴酸钾-溴化钾标准滴定溶液,约 0.6 mol/L:称取 17.5 g 溴酸钾(4.3.2.1),精确至 0.001 g, 112.5 g 溴化钾(4.3.2.2),精确至 0.1 g,用水溶解后定容至 1 L。

标定方法:精确移取 5 mL 溴酸钾-溴化钾标准溶液于 150 mL 三角瓶中,加 5 g 碘化钾(4.3.2.3), 3 mL 盐酸溶液(4.3.2.5),用硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.3.2.7)滴定,当溶液显黄色时,加 1 mL 淀粉指示剂(4.3.2.8),继续滴定至溶液蓝色消失。同时做空白试验。

溴酸钾-溴化钾的浓度 c_1 (mol/L)按式(1)计算:

$$c_1 \left(\frac{1}{6} \text{KBrO}_3 \right) = \frac{c_s (V_1 - V_0)}{V_2} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c_s ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——溴酸钾-溴化钾溶液体积,单位为毫升(mL)。

此溶液贮存于棕色瓶中,有效期为一个月。

4.3.3 仪器和设备

4.3.3.1 分析天平:感量为 0.001 g,0.000 1 g。

4.3.3.2 酸度计:精度 0.01。

4.3.3.3 电热板:可控制温度。

4.3.3.4 马弗炉:电加热,可控制温度。

4.3.4 分析步骤

称取约 0.7 g(精确到 0.000 1 g)试样于 250 mL 三角瓶中,加 50 mL 酸溶液(4.3.2.6),充分混匀后,用溴酸钾-溴化钾标准滴定溶液(4.3.2.9)滴定至溶液显淡黄色为终点。同时做空白试验。

4.3.5 结果计算

蛋氨酸羟基类似物($\text{C}_5\text{H}_{10}\text{O}_3\text{S}$)含量 X_1 以质量分数(%)表示,按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{c_1 \cdot (V_3 - V_4) \times 0.075 \text{ g}}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c_1 ——溴酸钾-溴化钾标准溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_3 ——滴定试样消耗溴酸钾-溴化钾标准溶液体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——空白试验消耗溴酸钾-溴化钾标准溶液体积,单位为毫升(mL);

m_1 ——试样质量,单位为克(g);

0.075 g ——与 1.00 mL 溴酸钾-溴化钾标准溶液[$c_1 \left(\frac{1}{6} \text{KBrO}_3 \right) = 1.000 \text{ mol/L}$]相当的以克表示的蛋氨酸羟基类似物的质量。

4.3.6 重复性

两个平行测定结果绝对值之差,小于或等于 0.2 %。

4.4 砷的测定

准确称取试样 1 g(准确至 0.000 2 g),按照 GB/T 13079—2006 中 5.4.1.3 干灰化法制备试液,并按该标准规定的任一方法进行砷测定。

4.5 重金属测定

4.5.1 试剂

4.5.1.1 硫酸。

4.5.1.2 硝酸。

4.5.1.3 盐酸。

4.5.1.4 铅标准溶液:1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$,称取硝酸铅 0.159 9 g,置 1 000 mL 量瓶中,加硝酸 5 mL 与水 50 mL 溶解后,用水稀释至刻度,摇匀,作为贮备液(按 GB/T 602 的规定),或者市售铅单元素标准溶液:1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

4.5.1.5 氨水溶液(10 %):取氨水 40 mL,加水适量使成 100 mL,摇匀(按 GB/T 603 制备)。

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

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

4.5.1.8 硫化钠溶液:取硫化钠 100 g,加水使溶解成 1 000 mL。

4.5.1.9 醋酸盐缓冲液(pH 3.5):取醋酸铵 25 g,加水 25 mL 溶解,加盐酸溶液 I(4.5.1.6)38 mL,用盐酸溶液 II(4.5.1.7)或氨水溶液(4.5.1.5)准确调节 pH 值至 3.5(电位计指示),用水稀释至 100 mL,摇匀。

4.5.1.10 酚酞指示液:取酚酞 1 g,加乙醇 100 mL 使溶解,即得(按 GB/T 603 制备)。变色范围 pH 8.3~10.0(无色→红)。

4.5.1.11 铅标准工作液配制:精密量取铅标准溶液(4.5.1.4)2 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)。

4.5.2 分析步骤

4.5.2.1 试样溶液制备

称取试样 1 g(精确到 10 mg),置瓷坩埚中,缓缓炽灼至完全炭化,放冷。加硫酸(4.5.1.1) 0.5 mL~1 mL 使湿润,低温加热至硫酸蒸气除尽后,在 550 $^{\circ}\text{C}$ 炽灼使完全灰化,放冷。加硝酸(4.5.1.2)0.5 mL,蒸干至氧化氮蒸气除尽后,放冷。加盐酸(4.5.1.3)2.0 mL,置水浴上蒸干后加水 15 mL,滴加氨水溶液(4.5.1.5)至对酚酞指示液(4.5.1.10)显微红色,再加醋酸盐缓冲液(4.5.1.9) 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。

4.5.2.2 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,加醋酸盐缓冲液(4.5.1.9)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(4.5.1.11)1.00 mL,再用水稀释成 25 mL,作为甲管。

4.5.3 测定与结果判定

在甲、乙两管中分别加硫化钠溶液(4.5.1.8)各 5 滴,摇匀,放置 2 min,同置白纸上,自上向下透视,

肉眼观察比较甲管与乙管的颜色,如乙管所显颜色未深于甲管,则判定为符合规定。

4.6 铵盐的测定

4.6.1 试剂

4.6.1.1 氧化镁。

4.6.1.2 盐酸溶液:盐酸+水=1+3(体积比)。

4.6.1.3 氢氧化钠溶液:10 %。

4.6.1.4 氯化汞饱和水溶液:取氯化汞加入水中搅拌直至不溶。

4.6.1.5 纳氏试剂:将碘化钾 10 g 溶于 10 mL 水中,边搅拌边加入氯化汞饱和水溶液(4.6.1.4),直至生成的红色沉淀不再溶解为止,加入氢氧化钾并溶解,再加入氯化汞饱和水溶液 1 mL,加水至 200 mL。静置,取上层清液贮存于棕色瓶中。

4.6.1.6 铵标准溶液:0.01 mg/mL(按 GB/T 602 的规定)。

4.6.2 分析步骤

准确称取试料 0.20 g,置于蒸馏瓶中,加水 70 mL,加 1 g 氧化镁(4.6.1.1),进行蒸馏,用 5 mL 盐酸溶液(4.6.1.2)做吸收液,冷凝管下端应浸于吸收液中,收集馏出液约 70 mL,停止蒸馏,将馏出液用水定容至 100 mL,准确量取馏出液 1 mL 于纳氏比色管中,加 2 mL 氢氧化钠溶液(4.6.1.3),20 mL 水,1 mL 纳氏试剂(4.6.1.5),用水稀释至 50 mL,摇匀。

准确移取 3 mL 铵标准溶液(4.6.1.6)于另一支纳氏比色管中,与试样同时同样显色,试样溶液颜色不得深于标准溶液。

4.7 氰化物的测定

4.7.1 试剂或材料

4.7.1.1 酒石酸溶液:10 g 酒石酸加水溶解,定容至 100 mL。

4.7.1.2 硫酸亚铁溶液:取硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)8 g,加新沸过的冷水 100 mL。

4.7.1.3 氢氧化钠溶液:取氢氧化钠 4.3 g,加水溶解,定容至 100 mL。

4.7.1.4 三氯化铁溶液:取三氯化铁 9 g,加水溶解,定容至 100 mL。

4.7.1.5 碱性硫酸亚铁试纸:临用前,取滤纸片,加硫酸亚铁试液(4.7.1.2)和氢氧化钠试液(4.7.1.3)各 1 滴。

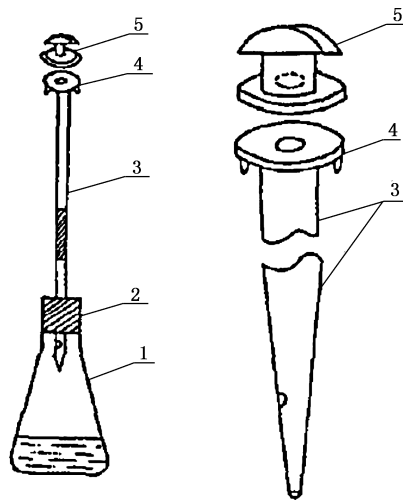
4.7.1.6 盐酸。

4.7.2 仪器和设备

仪器装置见图 1。

4.7.3 分析步骤

称取试样 1 g(精确至 0.000 1 g),加水 10 mL,酒石酸溶液(4.7.1.1)3 mL,迅速将装有碱性硫酸亚铁试纸(4.7.1.5)的导气管密塞于锥形瓶上,摇匀,小火加热,微沸 1 min。取下碱性硫酸亚铁试纸,加三氯化铁溶液(4.7.1.4)和盐酸(4.7.1.6)各 1 滴,15 min 内不得显绿色或蓝色。仪器装置见图 1。



说明：

- 1——锥形瓶；
- 2——橡皮塞；
- 3——测砷管；
- 4——管口；
- 5——玻璃帽。

图 1 仪器装置

5 检验规则

5.1 组批

以相同原料,相同生产工艺,同一班次连续生产的均匀一致的产品为一个生产批次。

5.2 采样方法

采样方法按照 GB/T 6680 执行。

5.3 出厂检验

本产品的性状、蛋氨酸羟基类似物含量、铵盐为出厂检验项目。

5.4 型式检验

有下列情况之一时,应进行型式检验,检验项目包括第 3 章规定的全部技术指标:

- a) 产品定型时,及原料、生产工艺及设备有较大变更时;
- b) 正式生产后,每半年进行一次;
- c) 停产 3 个月以上,恢复生产时;
- d) 行业行政主管部门提出要求时;
- e) 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

若检验结果有一项指标不符合本部分要求时,应重新从两倍量的包装单元中取样进行复验,复验结

果如仍有任何一项指标不符合本部分要求时,则整批产品判为不合格品。

6 标签、包装、运输、贮存

6.1 标签

标签按 GB 10648 执行。在显著位置注明腐蚀性标识。

6.2 包装

本产品采用耐酸塑料桶或其他耐酸容器包装,密封。

6.3 运输

本产品在运输过程中应严禁碰撞,防止包装破损,严禁与有毒有害物质混运。

6.4 贮存

本产品应贮存在清洁处,防止日晒、雨淋、受潮,严禁与有毒有害的物品混贮。

7 保质期

本产品在规定的包装、贮存条件下,保质期 60 个月。
