



中华人民共和国国家标准

GB ××××—201×

饲料添加剂 L-精氨酸

Feed additive—L-Arginine

20××-××-××发布

20××-××-××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

本标准第 1 章、第 4 章和第 6 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。

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准起草单位:上海市兽药饲料检测所。

本标准主要起草人:商军、黄土新、田恺、陆淳、曹莹、孙冰清、姜芹、华贤辉。

饲料添加剂 L-精氨酸

1 范围

本标准规定了饲料添加剂 L-精氨酸产品的要求、试验方法、检验规则及标签、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于以人的毛发、畜禽毛、羽等蛋白质原料经水解,或以淀粉质等原料经发酵,提取后制得的饲料添加剂 L-精氨酸。

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 6435—2014 饲料中水分的测定

GB/T 6438 饲料中粗灰分的测定

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 14699.1 饲料 采样

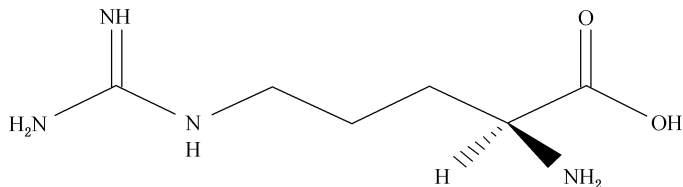
3 化学名称、分子式、相对分子质量和结构式

化学名称:L-精氨酸

分子式: $C_6H_{14}N_4O_2$

相对分子质量:174.20(按 2016 年国际相对原子质量)

结构式:



4 要求

4.1 外观与性状

本品为白色结晶或结晶性粉末,几乎无臭,有特殊味。

本品在水中易溶,在乙醇中几乎不溶;在稀盐酸中易溶。

4.2 技术要求

技术指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标
L-精氨酸(C ₆ H ₁₄ N ₄ O ₂ ,以干基计)/%	98.5~101.5
比旋光度/[°·dm ² /kg]	+26.0~+27.9
澄清度与颜色	澄清、无色
pH(1.0 g/20 mL)	10.0 ~ 12.0
氯化物(以 Cl 计)/% ≤	0.1
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg) ≤	10.0
总砷(以 As 计)/(mg/kg) ≤	2.0
干燥失重/% ≤	1.0
灼烧残渣/% ≤	0.2

5 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。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

5.1 外观与性状

取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下,观察其色泽和组织状态,并嗅其味。

5.2 鉴别试验

5.2.1 试剂或材料

溴化钾:光谱纯。

5.2.2 仪器设备

红外光谱仪:扫描范围为 4 000 cm⁻¹~400 cm⁻¹,最高分辨率≥4.0 cm⁻¹。

5.2.3 试验步骤

称取试样适量,加溴化钾(5.2.1)研磨均匀,压片。录制试样的红外光图谱。试样的红外光图谱与标准品的红外光图谱应一致(图谱参见附录 A)。

5.3 L-精氨酸含量的测定

5.3.1 试剂或材料

5.3.1.1 无水甲酸。

5.3.1.2 冰乙酸。

5.3.1.3 高氯酸标准滴定溶液： $c(\text{HClO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.3.1.4 结晶紫指示液：称取结晶紫 0.5 g，加冰乙酸 100 mL 溶解。

5.3.2 仪器设备

分析天平：感量 0.000 1 g。

5.3.3 试验步骤

称取试样约 0.2 g(精确至 0.000 1 g)，加无水甲酸(5.3.1.1)3 mL 和冰乙酸(5.3.1.2)50 mL 使溶解后，加结晶紫指示液(5.3.1.4)2 滴，用高氯酸标准滴定溶液(5.3.1.3)滴定至溶液由蓝色变为绿色，同法做空白试验。

5.3.4 试验数据处理

L-精氨酸的含量 ω [以干基计]，以样品中精氨酸($\text{C}_6\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_2$)的质量分数(%)表示，按式(1)计算：

$$\omega_1 = \frac{(V - V_0) \times c \times 87.10}{m_1 \times (1 - \omega_2)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

V ——试样滴定消耗高氯酸标准滴定溶液(0.1 mol/L)体积，单位为毫升(mL)；

V_0 ——空白滴定消耗高氯酸标准滴定溶液(0.1 mol/L)体积，单位为毫升(mL)；

c ——高氯酸标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

m_1 ——试样的质量，单位为毫克(mg)；

ω_2 ——试样的水分，%；

87.10 ——与 1 mL 高氯酸标准滴定溶液(1 mol/L)相当的 L-精氨酸 $\left[\frac{1}{2}(\text{C}_6\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_2)\right]$ 的量，单位为毫克(mg)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准，结算结果表示到小数点后一位。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与算术平均值的比值不大于 0.3 %。

5.4 比旋度的测定

5.4.1 试剂或材料

盐酸溶液：6 mol/L。

5.4.2 仪器设备

5.4.2.1 旋光计：589.3 nm \pm 0.3 nm 波长的光源。

5.4.2.2 分析天平：感量 0.000 1 g。

5.4.2.3 超级恒温水浴：控温精度 $\pm 0.2 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

5.4.3 试验步骤

5.4.3.1 仪器校准

每次测定前应以 6 mol/L 盐酸溶液(5.4.1)作为空白溶剂进行校正，测定后，再校正 1 次，以确定在测定时零点有无变动；如第 2 次校正时发现旋光度差值超过 ± 0.01 时表明零点有变动，则应重新测定旋光度。

5.4.3.2 试验

称取 103 °C 干燥至恒重的试样 8 g(精确至 0.000 1 g),加 6 mol/L 盐酸溶液(5.4.1)溶解并稀释定容至 100 mL,摇匀,静置 10 min。调节溶液温度至 20 °C ± 0.5 °C,使溶液温度达到平衡,制得试样溶液,试样溶液应在配制后 30 min 内进行测定。将测定管用试样液溶液冲洗数次,缓缓注入试样溶液(注意勿使发生气泡),置于旋光计内检测读数,即得试样溶液的旋光度。使偏振光向右旋转者(顺时针方向)为右旋,以“+”符号表示;使偏振光向左旋转者(反时针方向)为左旋,以“-”符号表示。用同法读取旋光度 3 次,取 3 次的平均数。

5.4.4 试验数据处理

在测定温度 t 为 20 °C、钠光谱的 D 线(589.3 nm)下,精氨酸的比旋光度以 α 表示,数值以(°) · dm² · kg⁻¹计,按公式(2)计算:

$$\alpha(20^{\circ}\text{C}, D) = \frac{\alpha}{l\rho} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

α ——测得的角旋光度,单位为度(°);

l ——旋光管的长度,单位为分米(dm);

ρ ——溶液中 L-精氨酸的质量浓度,单位为克每毫升(g/mL)。

5.5 澄清度与颜色的测定

称取试样 1.0 g,加水 20 mL 溶解。以水做对照,于黑色背景下观察溶液澄清度,于白色背景下观察溶液颜色。

5.6 pH 的测定

5.6.1 仪器设备

5.6.1.1 pH 计:测量范围 pH0~14,精度为 0.02pH 单位。

5.6.1.2 分析天平:感量 0.001 g。

5.6.2 试验步骤

称取试样 1.0 g,加水 20 mL 溶解。用 pH 计测定。

5.7 氯化物的测定

5.7.1 试剂或材料

5.7.1.1 硝酸溶液:量取硝酸 105 mL,加水稀释至 1 000 mL,摇匀。

5.7.1.2 硝酸银溶液:17.5 g/L。

5.7.1.3 氯化钠标准溶液:称取氯化钠 0.165 g,精确至 0.000 1 g,加水溶解并稀释至 1 000 mL,摇匀,即得贮备液。临用前,精密量取贮备液 10 mL,加水稀释至 100 mL,摇匀(每 1 mL 相当于 10 μg 的 Cl⁻)。

5.7.2 试验步骤

5.7.2.1 试液制备

称取试样 0.10 g ± 0.04 g,置 50 mL 纳氏比色管中,加水 25 mL 使之溶解,加硝酸溶液(5.7.1.1)

10 mL,加水至约 40 mL,摇匀,即得试样溶液。

准确吸取氯化钠标准溶液(5.7.1.3)10.0 mL,置 50 mL 纳氏比色管中,加硝酸溶液(5.7.1.1)10 mL,加水至约 40 mL,摇匀,即得标准溶液。

5.7.2.2 试验

在试样溶液与标准溶液中,分别加入硝酸银溶液(5.7.1.2)1.0 mL,加水稀释至 50 mL,摇匀,在暗处放置 5 min,同置于黑色背景上,从比色管上方向下观察,试样溶液的浊度不得大于标准溶液的浊度。

5.8 重金属(以 Pb 计)

5.8.1 试剂或材料

5.8.1.1 乙酸盐缓冲液(pH 3.5):取乙酸铵 25 g,加水 25 mL 溶解后,加 7 mol/L 盐酸溶液 38 mL,用 2 mol/L 盐酸溶液或者 5 mol/L 氨溶液准确调节 pH 至 3.5,再加水稀释至 1 000 mL,即得。

5.8.1.2 硫代乙酰胺试液:取硫代乙酰胺 4 g,加水使溶解成 100 mL,置于冰箱中保存。临用前取混合液(由 1 mol/L 氢氧化钠溶液 15 mL、水 5.0 mL 及甘油 20 mL 组成)5.0 mL,加上述硫代乙酰胺溶液 1.0 mL,置水浴上加热 20 s,冷却,现配现用。

5.8.1.3 标准铅溶液(或商品化的标准溶液):称取硝酸铅 0.159 9 g,置于 1 000 mL 量瓶中,加硝酸 5 mL 水与 50 mL 溶解后,用水稀释至刻度,摇匀,作为贮备液。精密量取贮备液 10 mL,置于 100 mL 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,即得(每 1 mL 相当于 10 μ g 的 Pb)。现配现用。

5.8.2 试验步骤

5.8.2.1 试液的制备

取试样 1.0 g 置 25 mL 纳氏比色管中,加水 23 mL 与乙酸盐缓冲液(5.8.1.1)2 mL 溶解,即得,作为测试乙管。

5.8.2.2 试验

另取 25 mL 纳氏比色管两支,甲管中加标准铅溶液(5.8.1.3)1.00 mL 与乙酸盐缓冲液(5.8.1.1)2 mL 后,加水稀释成 25 mL,丙管中加入与乙管相同重量的试样,加水适量使溶解,再加与甲管相同量的标准铅溶液(5.8.1.3)与乙酸盐缓冲液(5.8.1.1)2 mL 后,用水稀释成 25 mL,在甲、乙、丙三管中分别加硫代乙酰胺试液(5.8.1.2)各 2 mL,摇匀,放置 2 min,同置于白纸上,自上向下透视,当丙管中显出的颜色不浅于甲管时,乙管中显示的颜色与甲管比较,不得更深。

5.9 砷的测定

5.9.1 试剂或材料

5.9.1.1 碘化钾试液:取碘化钾 16.5 g,加水溶解定容至 100 mL,即得。本液应临用新制。

5.9.1.2 酸性氯化亚锡试液:取氯化亚锡 20 g,加盐酸使溶解成 50 mL,滤过,即得。保存期为 3 个月。

5.9.1.3 乙醇制溴化汞试液:取溴化汞 2.5 g,加乙醇 50 mL,微热使溶解,即得。应置于棕色磨口塞玻璃瓶内,在暗处保存。

5.9.1.4 标准砷溶液(或商品化的标准溶液):精密称取 105 $^{\circ}$ C 干燥至恒重的三氧化二砷 0.132 g,置 1 000 mL 量瓶中,加 20% 氢氧化钠溶液 5 mL 溶解后,用稀硫酸适量中和,再加稀硫酸 10 mL,用水稀释至刻度,摇匀,作为贮液。临用前,精密量取贮备液 10 mL,置 1 000 mL 量瓶中,加稀硫酸 10 mL,用水稀释至刻度,摇匀,即得(每 1 mL 相当于 1 μ g 的 As)。

5.9.1.5 溴化汞试纸:取滤纸条浸入乙醇制溴化汞试液中,1 h 后取出,在暗处干燥,即得。本试纸宜置于棕色磨口塞玻璃瓶内保存。

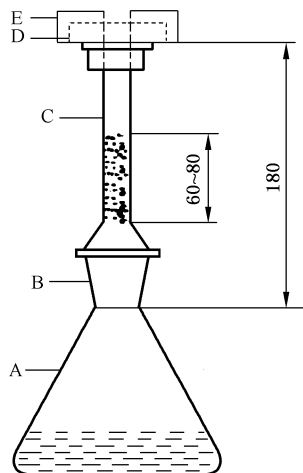
5.9.1.6 无砷锌粒:通过 1 号筛的细粒无砷锌。

5.9.1.7 醋酸铅棉花:取脱脂棉,浸入醋酸铅试液与水的等容混合液中,湿透后,沥去过多的溶液,并使之疏松,在 100℃ 以下干燥后,贮于磨口塞玻璃瓶中备用。

5.9.2 仪器设备

测砷装置:标准磨口锥形瓶、中空的标准磨口塞、导气管、有机玻璃旋塞、有机玻璃旋塞盖(见图 1)。

单位为毫米



说明:

- A —— 100 mL 标准磨口锥形瓶;
- B —— 中空的标准磨口塞;
- C —— 导气管(外径 8.0 mm,内径 6.0 mm),全长约 180 mm;
- D —— 具孔(孔径 6.0 mm)的有机玻璃旋塞;
- E —— 中央具有圆孔(孔径 6.0 mm)的有机玻璃旋塞盖。

图 1 测砷装置图

5.9.3 试验步骤

5.9.3.1 测砷装置准备

取醋酸铅棉花(5.9.1.7)适量(60 mg~100 mg)撕成疏松状,每次少量,用细玻璃棒均匀地装入导气管 C 中,松紧要适度,装管高度为 60 mm~80 mm。用玻璃棒夹取溴化汞试纸(5.9.1.5)1 片(其大小能覆盖 D 顶端口径而不露出平面外为宜),置旋塞 D 顶端平面上,盖住孔径,盖上旋盖 E 并旋紧。

5.9.3.2 标准砷斑的制备

精密量取标准砷溶液(5.9.1.4)2 mL,置 A 瓶中,加盐酸 5 mL 与水 21 mL,再加碘化钾试液(5.9.1.1)5 mL 与酸性氯化亚锡试液(5.9.1.2)5 滴,在室温放置 10 min 后,加无砷锌粒(5.9.1.6)2 g,立即将准备好的导气管 C 密塞于 A 瓶上,并将 A 瓶置 25℃~40℃ 水浴中反应 45 min,取出溴化汞试纸,

即得。

5.9.3.3 试验

取试样 2.0 g,加水 23 mL 溶解后,加盐酸 5 mL,置 A 瓶中,按照标准砷斑的制备(5.9.3.2),自“再加碘化钾试液(5.9.1.1)5 mL”起操作。将生成的砷斑与标准砷斑比较,不得更深。

5.10 干燥失重的测定

按 GB/T 6435—2014 中 8.1 直接干燥法规定执行。

5.11 灼烧残渣的测定

按 GB/T 6438 饲料中粗灰分的测定。

6 检验规则

6.1 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,每批产品不超过 1 000 kg。

6.2 采样

按 GB/T 14699.1 执行。

6.3 出厂检验

出厂检验项目为外观和性状、L-精氨酸含量(以干基计)、pH、水分、重金属(以 Pb 计)。

6.4 型式检验

型式检验项目为第 4 章规定的所有项目,在正常生产情况下,每半年至少进行 1 次型式检验。在有下情况之一时,亦应进行型式检验:

- a) 产品定型投产时;
- b) 生产工艺、配方或主要原料来源有较大改变,可能影响产品质量时;
- c) 停产 3 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;
- e) 饲料管理部门提出检验要求时。

6.5 判定规则

有任何指标不符合本标准规定的要求时,可以从双倍量的包装中抽取样品进行复检,复检结果即使有一项指标不符合标准要求,则判该批产品不合格。

7 标签、包装、运输、贮存和保质期

7.1 标签

按 GB 10648 的执行,并标明生产工艺名称。

7.2 包装

包装材料应清洁、卫生,并能防污染、防潮湿、防泄漏。

7.3 运输

运输工具应清洁卫生、能防暴晒、防雨淋,日晒、雨淋,不得与有毒有害的物质混运。

7.4 贮存

贮存于通风、干燥、能防暴晒、防雨淋、有防虫、防鼠设施,不得与有毒有害的物质混放。

7.5 保质期

未开启包装的样品,在规定的运输、贮存条件下,保质期为 24 个月。

附录 A

(资料性附录)

L-精氨酸标准品红外图谱

L-精氨酸标准品红外图谱见图 A.1。

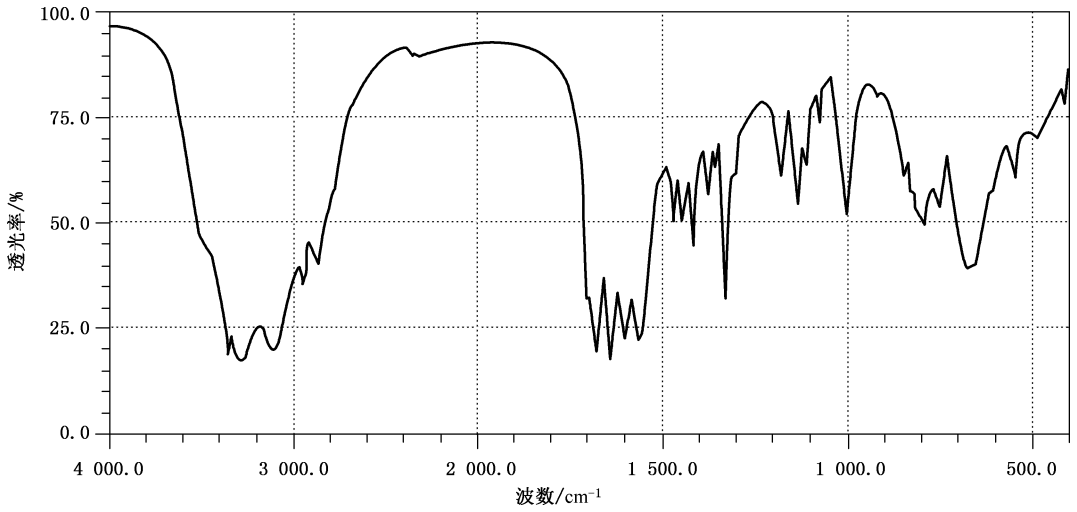


图 A.1 L-精氨酸标准品红外图谱