



中华人民共和国国家标准

GB ××××—××××
代替 GB/T 21979—2008

饲料添加剂 L-苏氨酸

Feed additive—L-Threonine

××××-××-××发布

××××-××-××实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的第1章、第4章、第5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。

本标准代替 GB/T 21979—2008《饲料级 L-苏氨酸》,与 GB/T 21979—2008 相比主要技术变化如下:

- 修改了 L-苏氨酸含量指标(见 4.3,见 2008 年版的 3.2);
- 增加了 pH 值指标(见 4.3);
- 修改了重金属(以 Pb 计)指标(见 4.3,见 2008 年版的 3.2);
- 修改了总砷(以 As 计)指标(见 4.3,见 2008 年版的 3.2);
- 删除了 L-苏氨酸含量测定中高氯酸标准滴定溶液的浓度校正(见 2008 年版的 4.2.4);
- 修改了出厂检验要求(见 6.3,见 2008 年版的 5.2);
- 修改了保质期要求(见 7.5,见 2008 年版的 6.5)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中华人民共和国农业农村部提出并归口。

本标准起草单位:中国农业大学、农业农村部饲料质量监督检验测试中心(西安)。

本标准主要起草人:谯仕彦、曾祥芳、杨凤娟、谢春元、赵彩会、李会玲。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 21979—2008。

饲料添加剂 L-苏氨酸

1 范围

本标准规定了饲料添加剂 L-苏氨酸的技术要求、试验方法、检验规则及标签、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于以淀粉质或糖质为主要原料,经发酵、提取制成的饲料添加剂 L-苏氨酸。

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 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/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- 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
- 中华人民共和国药典(2015年版四部)

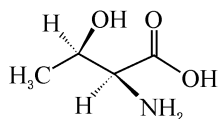
3 化学名称、分子式、相对分子质量和结构式

化学名称:L-2-氨基-3-羟基丁酸。

分子式: $C_4H_9NO_3$ 。

相对分子质量:119.12(按 2016 年国际相对原子质量)。

结构式:



4 技术要求

4.1 外观与性状

白色至浅褐色的结晶或结晶性粉末;无臭;溶于水,在乙醇中几乎不溶。

4.2 鉴别

应符合茚三酮反应的特征,或 L-苏氨酸的红外光吸收图谱(参见附录 A)。

4.3 技术指标

技术指标应符合表 1 的要求。

表 1 技术指标

项目	指标
L-苏氨酸含量(以干基计)/%	98.5~101.5
比旋光度 $[\alpha]_D^{20}/(^{\circ}\cdot\text{dm}^2/\text{kg})$	-26.0~-29.0
干燥失重/%	≤ 1.0
灼烧残渣/%	≤ 0.5
pH 值(1%水溶液)	5.0~6.0
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤ 10
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 1.0

5 试验方法

除非另有规定,在分析中仅使用分析纯试剂。水应符合 GB/T 6682 三级水规定,色谱用水符合 GB/T 6682 一级水规定。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,在没有注明其他规定时,均按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备。

5.1 仪器设备

- 5.1.1 分析天平(感量 0.000 1 g)。
- 5.1.2 红外光谱仪。
- 5.1.3 恒温干燥箱:温度能控制在 $103\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.1.4 电位滴定仪。
- 5.1.5 电极:饱和甘汞电极及玻璃电极。
- 5.1.6 旋光仪。
- 5.1.7 酸度计。
- 5.1.8 水浴锅。
- 5.1.9 马福炉。

5.2 感官检验

取适量试样置于干净的白纸上,在自然光下观察其色泽和状态,并嗅其味。

5.3 鉴别试验

5.3.1 试剂或材料

茚三酮溶液:1 g/L 水溶液。

5.3.2 茚三酮试验

称取试样 0.1 g,溶于 100 mL 水中,取该溶液 5 mL,加 1 mL 茚三酮溶液(5.3.1),加热,溶液呈蓝紫

色,随温度升高颜色加重。

5.3.3 红外吸收光谱法

按照《中华人民共和国药典》(2015年版四部)规定,采用压片法制备试样,用红外光谱仪在 $4\,000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 波数范围内录制光谱图。红外光谱图参见附录 A。

5.4 L-苏氨酸含量的测定

5.4.1 试剂或材料

5.4.1.1 甲酸。

5.4.1.2 冰乙酸。

5.4.1.3 α -萘酚苯基甲醇指示剂:2 g/L 冰乙酸溶液。

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

5.4.2 试验步骤

平行做 2 份试验。试样在 $103\text{ }^\circ\text{C}\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥至恒重,称取干燥试样 0.25 g(精确至 0.000 1 g),置于干燥的 100 mL 烧杯或锥形瓶中,加入 3 mL 甲酸(5.4.1.1),待试样完全溶解后加入 50 mL 冰乙酸(5.4.1.2),摇匀,备用。将电极插入溶液中,调节搅拌速度至溶液充分漩涡,按电位滴定仪说明书调整仪器参数,用高氯酸标准滴定溶液(5.4.1.4)进行电位滴定,以电位值突变作为滴定终点。或加入 10 滴 α -萘酚苯基甲醇指示剂(5.4.1.3),用高氯酸标准滴定溶液(5.4.1.4)进行滴定,试液由橙黄色变为黄绿色即为滴定终点。同时做空白试验。

5.4.3 试验数据处理

L-苏氨酸($\text{C}_4\text{H}_9\text{NO}_3$)含量 ω 以质量分数(%)计,按式(1)计算:

$$\omega = \frac{(V - V_0)cM}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V ——试样消耗高氯酸标准滴定溶液体积,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 ——L-苏氨酸的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)($M = 119.12$);

m ——试样质量,单位为克(g);

1 000——体积转换系数。

平行测定结果用算术平均值表示,保留至小数点后一位。

5.4.4 精密度

同一分析者对同一试样同时进行平行测定的结果相差不大于 0.3%。

5.5 比旋光度的测定

5.5.1 试验步骤

平行做 2 份试验。试样在 $103\text{ }^\circ\text{C}\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥至恒重,称取干燥试样 3 g(精确至 0.000 1 g),加入 30 mL 水,稍加热溶解,并全部转入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,中速定性滤纸过滤,滤液用旋光仪测定旋光度。

5.5.2 试验数据处理

L-苏氨酸在 20 °C 下对钠光谱 D 线的比旋光度 $[\alpha]_{\text{D}}^{20}$ 按式(2)计算:

$$[\alpha]_{\text{D}}^{20} = \frac{\alpha}{Lc} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

α ——测得的旋光度,单位为度(°);

L ——旋光管的长度,单位为分米(dm);

c ——每 100 mL 溶液中所含试样的质量,单位为克每百毫升(g/100 mL)。

5.6 干燥失重的测定

按 GB/T 6435 规定执行。

5.7 灼烧残渣的测定

按 GB/T 6438 规定执行。

5.8 pH 值的测定

平行做 2 份试验。称取试样 0.5 g(精确至 0.01 g)加入 30 mL 水,稍加热溶解,定量转入 50 mL 容量瓶中,待溶液温度降至室温,用水稀释至刻度,摇匀。用酸度计测定,结果精确至 0.1。

5.9 重金属(以 Pb 计)的测定

5.9.1 试剂或材料

5.9.1.1 硫酸。

5.9.1.2 硝酸。

5.9.1.3 盐酸。

5.9.1.4 氢氧化钠溶液:取氢氧化钠 4 g,加水溶解使成 100 mL,摇匀。

5.9.1.5 氨水溶液(10%):按 GB/T 603 制备。

5.9.1.6 盐酸溶液 I:取盐酸(5.9.1.3)63 mL,加水适量使成 100 mL,摇匀。

5.9.1.7 盐酸溶液 II:取盐酸(5.9.1.3)18 mL,加水适量使成 100 mL,摇匀。

5.9.1.8 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(5.9.1.4)15 mL、水 5.0 mL 及甘油 20 mL 组成]5.0 mL,置水浴上加热 20 s,混匀,冷却,立即使用。

5.9.1.9 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 (5.9.1.6)38 mL,用盐酸溶液 II (5.9.1.7)或氨水溶液(5.9.1.5)准确调节 pH 至 3.5(酸度计指示),用水稀释至 100 mL,摇匀。

5.9.1.10 酚酞指示液:按 GB/T 603 制备。

5.9.1.11 铅标准贮备液:取硝酸铅 0.160 g,置 1 000 mL 量瓶中,加硝酸(5.9.1.2)5 mL 与水 50 mL 溶解,用水稀释至刻度,摇匀,作为贮备液(每 1 mL 相当于 100 μg 的 Pb)。

5.9.1.12 铅标准工作液:量取铅标准贮备液(5.9.1.11)10.00 mL,置 100 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀(每 1 mL 相当于 10 μg 的 Pb)。

5.9.2 试验步骤

5.9.2.1 试样溶液制备

平行做 2 份试验。称取试样 1 g(精确至 0.01 g),置瓷坩埚中,缓缓灼灼至完全炭化,放冷,加硫酸

(5.9.1.1) 0.5 mL~1 mL 使湿润,低温加热至硫酸蒸气除尽后,在 500 °C~600 °C 炽灼使完全灰化,放冷,加硝酸(5.9.1.2) 0.5 mL,蒸干,至氧化氮蒸气除尽后,放冷,加盐酸(5.9.1.3) 2.0 mL,置水浴上蒸干后加水 15 mL,滴加氨水溶液(5.9.1.5)至对酚酞指示液(5.9.1.10)显微粉红色,再加醋酸盐缓冲液(5.9.1.9) 2.0 mL,微热溶解后,移置纳氏比色管中,加水稀释成 25 mL,作为乙管。

5.9.2.2 标准比色溶液制备

另取制备试样溶液的试剂,置瓷坩埚蒸干后,加醋酸盐缓冲液(5.9.1.9) 2.0 mL 与水 15 mL,微热溶解后,移至纳氏比色管中,加铅标准工作液(5.9.1.12) 1.00 mL,再用水稀释成 25 mL,作为甲管。

5.9.2.3 结果判定

在甲、乙两管中分别加硫代乙酰胺溶液(5.9.1.8)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,如乙管所显颜色未深于甲管,则判定为符合规定。

5.10 总砷(以 As 计)的测定

按 GB/T 13079 规定执行。

6 检验规则

6.1 组批

以相同原料、相同生产工艺、连续生产或同一班次生产的同一规格的产品为一批,但每批产品不得超过 60 t。

6.2 采样

按 GB/T 14699.1 规定执行。

6.3 出厂检验

外观与性状、L-苏氨酸含量、比旋光度 $[\alpha]_D^{20}$ 和干燥失重为出厂检验项目。

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。有下列情况之一时,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) 饲料行政管理部门提出检验要求时。

6.5 判定规则

6.5.1 所验项目全部合格,判定为该批次产品合格。

6.5.2 检验结果中有任何指标不符合本标准规定时,可自同批产品中重新加一倍取样进行复检。复检结果有一项指标不符合本标准规定,即判定该批产品不合格。微生物指标不得复检。

6.5.3 各项目指标的极限数值判定按 GB/T 8170 中全数值比较法执行。

7 标签、包装、运输、贮存和保质期

7.1 标签

按 GB 10648 规定执行。

7.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮。

7.3 运输

在运输过程中应防潮、防日晒、防高温、防止包装破损,不得与有毒有害物质混运。

7.4 贮存

贮存时防止日晒、雨淋,不得与有毒有害物品混贮。

7.5 保质期

未开启包装的产品,在规定的运输、贮存条件下,原包装自生产之日起的保质期为 24 个月。

附录 A
(资料性附录)
红外光吸收图谱

L-苏氨酸标准红外光吸收图谱见图 A.1。

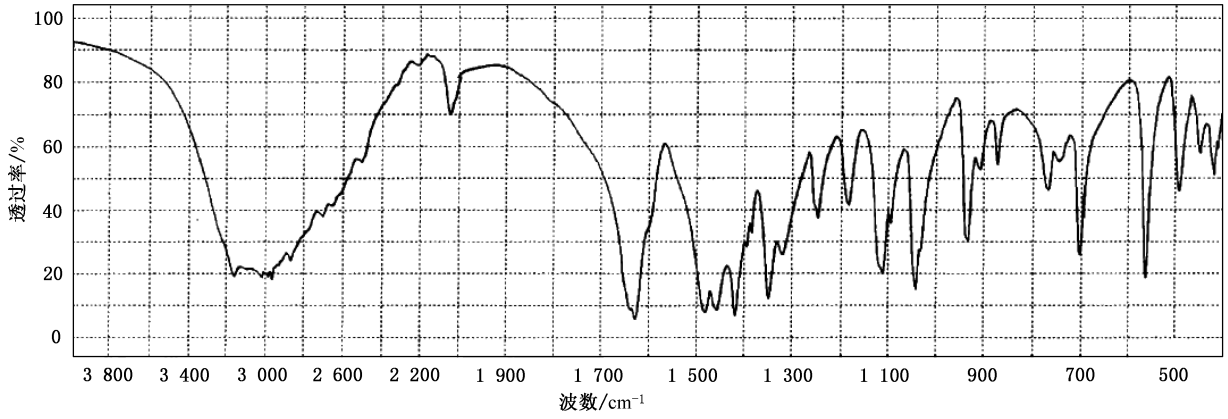


图 A.1 L-苏氨酸标准红外光吸收图