



中华人民共和国国家标准

GB ××××—201×

饲料添加剂 甘氨酸

Feed additive—Glycine

××××-××-××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。

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:广东省农业科学院农产品公共监测中心。

本标准主要起草人:何绮霞、林雪贤、李亚菲、续倩、吴维辉、张展、何媛怡。

饲料添加剂 甘氨酸

1 范围

本标准规定了饲料添加剂甘氨酸产品的技术要求、试验方法、检验规则以及标签、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于由一氯乙酸氨化或羟基乙腈等工艺制得的工业氨基乙酸,经纯化水溶解、活性炭脱色等工艺重结晶制得的饲料添加剂甘氨酸。

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/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则
- GB 10648 饲料标签
- GB/T 13079—2006 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)

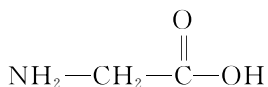
3 化学名称、分子式、相对分子质量和结构式

化学名称:氨基乙酸

分子式: $C_2H_5NO_2$

相对分子质量:75.07(按2016年国际相对原子质量表计算)

结构式:



4 技术要求

4.1 外观与性状

本品为白色至类白色结晶性粉末。在水中易溶,在乙醇或乙醚中几乎不溶。

4.2 鉴别

应符合甘氨酸的红外光吸收图谱(见附录 A),或者茛三酮反应和亚硝基反应的特征。

4.3 技术指标

技术指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项目		指标
甘氨酸(以 $C_2H_5NO_2$ 干基计)/%		98.5~101.5
澄清度试验		合格
pH (50 g/L 水溶液)		5.5~7.0
氯化物(以 Cl^- 计)/%	≤	0.20
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤	1
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤	20
干燥失重/%	≤	0.20
灼烧残渣/%	≤	0.10

5 试验方法

本标准所用的试剂和水,除特殊说明外,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用试剂和溶液,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

5.1 感官检验

取适量试样置于清洁干燥的白瓷盘中,在自然光下观察其色泽。

5.2 鉴别试验

5.2.1 试剂

5.2.1.1 茛三酮溶液:1 g/L。

5.2.1.2 盐酸溶液:1+3。

5.2.1.3 亚硝酸钠溶液:100 g/L。本溶液需使用前临时配制。

5.2.1.4 变色酸溶液:称取变色酸 0.5 g,加硫酸溶液(2+1)50 mL,摇匀,离心分离,取上清液。本溶液需使用前临时配制。

5.2.2 鉴别方法

应选择 a)或 b):

a) 红外光吸收图谱

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。本品的红外光吸收图谱应与附录 A 图谱一致。

b) 茛三酮试验和亚硝基试验

——茛三酮试验:称取试样约 0.1 g,溶于 100 mL 水中,取此溶液 5 mL,加茛三酮溶液(5.2.1.1) 1 mL,加热至沸,并维持约 3 min,应显紫色。

——亚硝基试验:称取试样约 1 g,溶于 10 mL 水中,取此溶液 5 mL,加盐酸溶液(5.2.1.2)5 滴和新配制的亚硝酸钠溶液(5.2.1.3)1 mL,产生无色气体。取此溶液 5 滴,滴入试管内,煮沸后在水浴上蒸干,冷却,向残留物中加变色酸溶液(5.2.1.4)5 滴~6 滴,在水浴中加热 10 min~30 min,显深紫色。

5.3 甘氨酸含量的测定

5.3.1 原理

试样以甲酸为助溶剂,冰乙酸为溶剂,以结晶紫为指示剂,用高氯酸标准滴定溶液滴定,根据消耗高氯酸标准滴定溶液的体积计算甘氨酸的含量。

5.3.2 试剂

5.3.2.1 无水甲酸。

5.3.2.2 冰乙酸。

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

5.3.2.4 结晶紫指示液:2 g/L。

5.3.3 试验步骤

平行做两份试验。称取预先在 105 °C 干燥至恒重的试样 0.15 g,精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 干燥的锥形瓶中,加无水甲酸(5.3.2.1)约 1 mL 溶解,加冰乙酸(5.3.2.2)30 mL,加结晶紫指示液(5.3.2.4)2 滴,用 0.1 mol/L 高氯酸标准滴定溶液(5.3.2.3)滴定,至溶液显亮蓝绿色,并将滴定结果用空白试验校正。

5.3.4 试验数据处理

甘氨酸(以干基计)的含量 w_1 以质量分数表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times M}{m \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_1 ——试样溶液消耗高氯酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白溶液消耗高氯酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——高氯酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——甘氨酸的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)($M=75.07 \text{ g/mol}$);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留三位有效数字。

5.3.5 精密度

在重复性条件下,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.30%。

5.4 澄清度试验

5.4.1 试剂

5.4.1.1 硝酸溶液:1+2。

5.4.1.2 糊精溶液:20 g/L。

5.4.1.3 硝酸银溶液:20 g/L。

5.4.1.4 浊度标准溶液:含氯(Cl^-)0.01 mg/mL。量取 $c(\text{HCl})=0.1$ mol/L 盐酸标准滴定溶液 14.1 mL \pm 0.02 mL,置于 50 mL 容量瓶中,稀释至刻度。量取该溶液 10 mL \pm 0.02 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

5.4.2 试验步骤

平行做两份试验。称取试样 1.0 g,精确至 0.01 g,置于比色管中,加水溶解并稀释至 25 mL,作为试验溶液;取另一只比色管,准确加入浊度标准溶液(5.4.1.4)0.20 mL,加水至 20 mL,加硝酸溶液(5.4.1.1)1 mL、糊精溶液(5.4.1.2)0.2 mL 及硝酸银溶液(5.4.1.3)1 mL,加水至 25 mL,摇匀,避光放置 15 min,作为标准比浊溶液。

在无阳光直射情况下,轴向及侧向观察,试验溶液的浊度与标准比浊溶液的浊度比对,如试验溶液的浊度不大于标准比浊溶液的浊度,则表示澄清度合格。

5.5 pH 值

平行做两份试验。按 GB/T 9724 进行。称取试样 1.0 g,精确至 0.01 g,加 20 mL 无二氧化碳的水溶液溶解混匀后,用 pH 计测定。

5.6 氯化物

5.6.1 原理

试样以铬酸钾为指示剂,用硝酸银标准滴定溶液滴定,计算试样中氯化物的含量。

5.6.2 试剂

5.6.2.1 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)=0.01$ mol/L。

5.6.2.2 铬酸钾溶液:100 g/L。称取铬酸钾 10 g,精确至 0.01 g,溶于含有 1 滴氢氧化钠溶液(100 g/L)的少量水中,用水稀释至 100 mL。

5.6.3 试验步骤

平行做两份试验。称取试样约 1 g,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加水 50 mL 溶解,加铬酸钾溶液 7 滴,用硝酸银标准滴定溶液滴定至砖红色为终点,并将滴定结果用空白试验校正。

5.6.4 试验数据处理

氯化物(以 Cl^- 计)的含量 ω_2 以质量分数表示,按式(2)计算:

$$\omega_2 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times M}{m \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V_1 ——试样消耗硝酸银标准滴定溶液(5.6.2.1)的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验消耗硝酸银标准滴定溶液(5.6.2.1)的体积,单位为毫升(mL);

c ——硝酸银标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氯的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)($M=35.45$ g/mol);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,保留两位有效数字,两次平行测定结果的绝对差值

不大于 0.03%。

5.7 总砷

5.7.1 银盐法(仲裁法)

前处理按 GB/T 13079—2006 中 5.4.1.3 的规定进行,测定按 GB/T 13079 第 5 章的规定进行。

5.7.2 原子荧光光度法

按 GB/T 13079—2006 第 7 章氢化物原子荧光光度法执行。

5.8 重金属

5.8.1 试剂

5.8.1.1 氢氧化钠溶液:43 g/L。

5.8.1.2 硫化钠溶液:100 g/L,本溶液需使用前配制。

5.8.1.3 铅(Pb)标准溶液:0.01 mg/mL。

5.8.2 试验步骤

平行做两份试验。称取试样 1.0 g,精确至 0.01 g,置于 25 mL 比色管中,加 5 mL 氢氧化钠溶液,加水溶解并稀释至 25 mL,加 5 滴硫化钠溶液,摇匀,放置 2 min,所呈颜色与标准管比对。标准管是吸取 2 mL \pm 0.02 mL 铅(Pb)标准溶液(5.8.1.3),与试样同时同样处理制得。如经处理后的试验溶液比色管所呈颜色不深于标准管的颜色,则表示重金属(以 Pb 计)含量 \leq 20 mg/kg。

5.9 干燥失重

按 GB/T 6435 执行。

5.10 灼烧残渣

按 GB/T 6438 执行。

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同一规格的产品为一批,每批产品不超过 10 t。

6.2 采样

按 GB/T 14699.1 规定的方法进行采样。

6.3 出厂检验

出厂检验项目为:外观与性状、甘氨酸含量、氯化物和干燥失重。

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,每半年至少进行一次型式检验,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倍取样进行复检。复检结果即使有一项指标不符合本标准规定,则判定该批产品不合格。

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

标签按 GB 10648 的规定执行。

7.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮。

7.3 运输

运输过程中应防雨、防潮、防晒,严禁与有毒、有害的物质或其他有污染物品混装、混运。

7.4 贮存

贮存时防止日晒、雨淋,禁止与有毒有害物质混贮。

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
(规范性附录)
甘氨酸红外光谱图

甘氨酸红外光谱图见图 A.1。

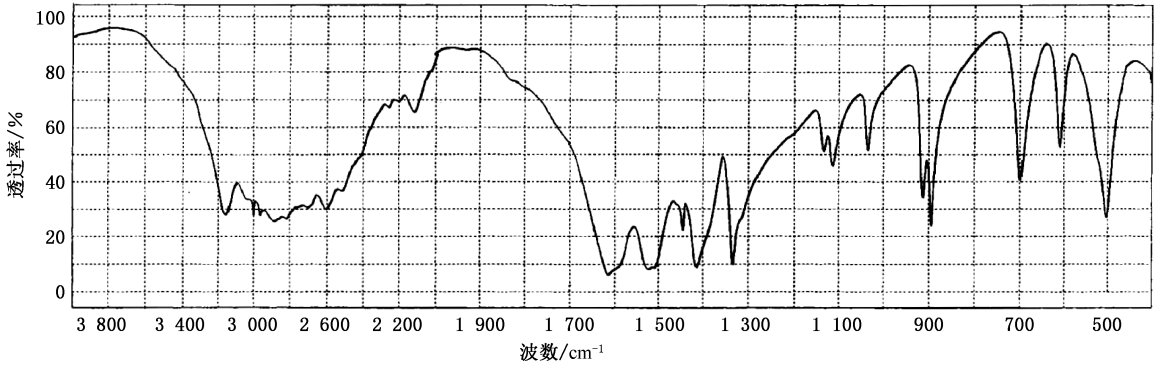


图 A.1 甘氨酸红外光谱图