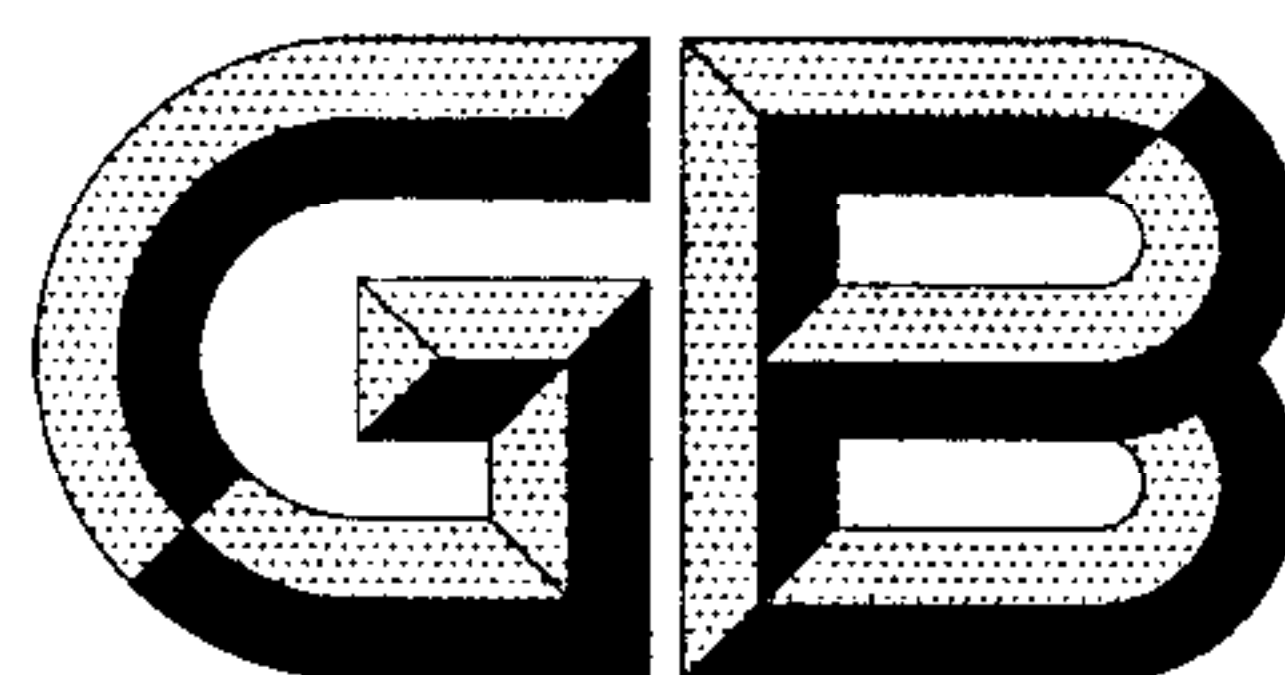




中华人民共和国国家标准

GB/T 17810—2009
代替 GB/T 17810—1999

饲料级 DL-蛋氨酸

Feed grade DL-methionine

2009-05-26 发布

2009-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准代替 GB/T 17810—1999《饲料级 DL-蛋氨酸》。

本标准与 GB/T 17810—1999 的主要技术差异如下：

- 将规范性引用文件中的 GB/T 6678 改为 GB/T 14699.1；
- 将原标准中 3.1 改为“外观和性状 白色或浅灰色粉末或片状结晶。在水中略溶，在乙醇中极微溶解，溶解于稀酸与氢氧化钠(钾)溶液”；
- 将原标准 4.1.5 中的允许差由两次平行测定结果的绝对差值不得大于 0.1% 调整为不得大于 0.3%；
- 增加了产品鉴别方法(离子交换色谱法)；
- 修改了重金属测定方法；
- 修改了砷测定方法；
- 检验规则中增加了“出厂检验”和“型式检验”。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

本标准由中国农业科学院饲料研究所起草。

本标准主要起草人：范志影、刘庆生、马书宇、田园、石冬冬。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 17810—1999。

饲料级 DL-蛋氨酸

1 范围

本标准规定了饲料级 DL-蛋氨酸产品的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、贮存及运输。
本标准适用于以甲硫基丙醛、氰化物、硫酸及氢氧化钠为主要原料生产的饲料级 DL-蛋氨酸。
化学名称:2-氨基-4-甲硫基丁酸
化学分子式: $\text{CH}_3\text{S}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{NH}_2)-\text{COOH}$
相对分子质量:149.2(按 2007 年国际相对原子质量)

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法
- 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
- 《中华人民共和国药典》2005 年版二部

3 要求

3.1 外观和性状

白色或浅灰色粉末或片状结晶。在水中略溶,在乙醇中极微溶解,溶解于稀酸与氢氧化钠(钾)溶液。

3.2 技术指标

技术指标应符合表 1 规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标
DL-蛋氨酸/%	≥ 98.5
干燥失重/%	≤ 0.5
氯化物(以 NaCl 计) /%	≤ 0.2
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤ 20
砷(以 As 计) /(mg/kg)	≤ 2

4 试验方法

本标准所用试剂和水,除特别注明外,均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中规定的三级水。仪器、设备为一般实验室仪器设备。

警告：本标准试验操作中需使用一些强酸，使用时须小心谨慎，避免溅到皮肤上。在使用挥发性试剂时，需在通风橱中进行。

4.1 外观和性状

外观和性状评定应符合 3.1 的要求。

4.2 鉴别

4.2.1 试剂和溶液

4.2.1.1 饱和的无水硫酸铜硫酸溶液：取无水硫酸铜加入浓硫酸中搅拌直至出现沉淀。

4.2.1.2 氢氧化钠溶液：200 g/L。

4.2.1.3 亚硝基铁氰化钠溶液：100 g/L。

4.2.1.4 盐酸溶液：1+10(V+V)。

4.2.1.5 盐酸溶液： $c(\text{HCl})=0.02\text{ mol/L}$ 。

4.2.1.6 不同 pH 和离子强度的洗脱用柠檬酸钠缓冲液：按氨基酸自动分析仪说明书制备。

4.2.1.7 茚三酮溶液：按氨基酸自动分析仪说明书制备。

4.2.1.8 蛋氨酸标准储备液 $c(\text{蛋氨酸})=2.50\text{ }\mu\text{mol/mL}$ ：称取蛋氨酸 93.3 mg 于 100 mL 烧杯中，加水约 50 mL 和数滴浓盐酸溶解，定量地转移到 250 mL 容量瓶中，用水溶解并定容。

4.2.1.9 蛋氨酸标准溶液 $c(\text{蛋氨酸})=100\text{ nmol/mL}$ ：吸取蛋氨酸标准储备液(4.2.1.8)1.00 mL 于 25 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。

4.2.2 仪器

氨基酸自动分析仪：茚三酮柱后衍生离子交换色谱仪，要求各氨基酸分辨率大于 90%。

4.2.3 鉴别步骤

4.2.3.1 称取试样 25 mg，加入饱和的无水硫酸铜硫酸溶液(4.2.1.1)1 mL，液体呈黄色。

4.2.3.2 称取试样 5 mg，加 2 mL 氢氧化钠溶液(4.2.1.2)，振荡混匀，加 0.3 mL 亚硝基铁氰化钠溶液(4.2.1.3)，充分摇匀，在 35℃~40℃下放置 10 min，冰浴冷却 2 min，加入 10 mL 盐酸溶液(4.2.1.4)，摇匀，溶液呈赤色。

4.2.3.3 称取试样约 0.15 g(精确至 0.000 1 g)，用盐酸溶液(4.2.1.5)溶解并稀释至蛋氨酸浓度约为 100 nmol/mL，用氨基酸自动分析仪(4.2.2)测定，色谱图上应唯有蛋氨酸峰，用保留时间法定性，并分别计算蛋氨酸标准溶液(4.2.1.9)及样品溶液中蛋氨酸的峰面积，用外标法计算样品中蛋氨酸含量。要求平行测定结果的算术平均值与样品标示量的绝对差不大于 2%。

4.3 DL-蛋氨酸含量的测定

4.3.1 原理

在中性介质中准确加入过量的碘溶液，将两个碘原子加到蛋氨酸的硫原子上，过量的碘溶液用硫代硫酸钠标准滴定溶液回滴。

4.3.2 试剂和溶液

4.3.2.1 磷酸氢二钾溶液：500 g/L。

4.3.2.2 磷酸二氢钾溶液：200 g/L。

4.3.2.3 碘化钾溶液：200 g/L，储存于棕色瓶中。

4.3.2.4 碘溶液 $c(1/2\text{I}_2)=0.1\text{ mol/L}$ ：称取 13 g 碘及 35 g 碘化钾溶于水中，稀释至 1 000 mL，摇匀，保存于棕色具塞瓶中。

4.3.2.5 硫代硫酸钠标准滴定溶液 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.100\text{ 0 mol/L}$ ：按 GB/T 601 制备并标定。

4.3.2.6 淀粉溶液：10 g/L。

4.3.3 仪器

4.3.3.1 分析天平：感量 0.1 mg。

4.3.3.2 磁力搅拌器。

4.3.4 分析步骤

称取试样 0.23 g~0.25 g(精确至 0.000 1 g)放入 500 mL 碘量瓶中,加入 70 mL 去离子水,然后分别加入下列试剂:10 mL 磷酸氢二钾溶液(4.3.2.1)、10 mL 磷酸二氢钾溶液(4.3.2.2)、10 mL 碘化钾溶液(4.3.2.3),待全部溶解后准确加入 50.00 mL 碘溶液(4.3.2.4),盖上瓶盖,水封,充分摇匀,于暗处放置 30 min,用硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.3.2.5)滴定过量的碘,边滴定边用磁力搅拌器(4.3.3.2)搅拌,近终点时加入 1 mL 淀粉指示剂(4.3.2.6),滴定至无色并保持 30 s,为终点,同时做空白试验。

4.3.5 结果计算

蛋氨酸含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{c(V_0 - V) \times 0.074\ 6}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_0 ——空白消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V ——滴定试样时消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g);

0.074 6——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000\text{ mol/L}$] 相当的、以克表示的 DL-蛋氨酸的质量。

计算结果表示到小数点后一位。

4.3.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不得大于 0.3%。

4.4 干燥失重的测定

4.4.1 原理

试样在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 烘箱内,在大气压下烘干至恒重。

4.4.2 分析步骤

用已恒重称样皿称取约 10 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 105°C 烘箱中干燥 3 h,取出,放入干燥器中冷却 30 min,称重。再同样烘干 1 h,冷却,称重,直至两次称重之质量差小于 0.002 g。

4.4.3 结果计算

干燥失重 X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_1 ——称样皿质量,单位为克(g);

m_2 ——干燥前称样皿和试样质量,单位为克(g);

m_3 ——干燥后称样皿和试样质量,单位为克(g)。

4.4.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.1%。

4.5 氯化物含量的测定

4.5.1 原理

试样溶解后,加硝酸及硝酸银与氯离子反应生成氯化银浑浊液,与标准色相比较。

4.5.2 试剂与溶液

4.5.2.1 硝酸银溶液:浓度约 0.1 mol/L。

4.5.2.2 硝酸溶液:1+8(V+V)。

4.5.2.3 氯化钠溶液:1 mg/mL。

4.5.3 分析步骤

4.5.3.1 标准比对溶液的制备:于50 mL比色管中,加40 mL水,加入2.0 mL氯化钠溶液(4.5.2.3),1 mL硝酸溶液(4.5.2.2)和1 mL硝酸银溶液(4.5.2.1)混匀,稀释至50 mL,摇匀。

4.5.3.2 试样溶液的制备:称取试样1 g(精确至0.01 g),放于50 mL比色管中,加约40 mL水,缓慢加热,溶解试样,冷却,加1 mL硝酸溶液(4.5.2.2)和1 mL硝酸银溶液(4.5.2.1),稀释至50 mL,摇匀。

4.5.3.3 测定:将制备的试样与标准比对溶液进行比较,试样浊度不深于标准比对液浊度为合格。

注:若试样溶液带有颜色,影响比浊,可采用下述方法操作:准确称取3个1 g试样(精确至0.01 g),编号为A、B、C,分别用25 mL水溶解,然后加10 mL硝酸溶液,于A中加1 mL硝酸银溶液,摇匀,放置5 min作为比对液,将A、B、C均过滤至滤液澄清,分别移入3个50 mL比色管中,于A中加2.0 mL氯化钠溶液,B、C中分别加入1 mL硝酸银溶液,稀释至刻度,摇匀,进行浊度比较。

4.6 重金属的测定

4.6.1 原理

试样溶解后,在试验条件下重金属与硫化钠作用生成棕色硫化物,与同等条件下的参比液比色。

4.6.2 试剂和溶液

4.6.2.1 氢氧化钠溶液:43 g/L。

4.6.2.2 硫化钠溶液:100 g/L。

4.6.2.3 铅标准贮备液(100 $\mu\text{g/mL}$):称取硝酸铅0.160 g,置1 000 mL容量瓶中,加浓硝酸5 mL与水50 mL溶解后,用水稀释至刻度。

4.6.2.4 铅标准溶液(10 $\mu\text{g/mL}$):移取铅标准贮备液(4.6.2.3)10 mL于100 mL容量瓶中,加水稀释至刻度。

4.6.3 分析步骤

取25 mL纳氏比色管两支,编号为甲管和乙管,甲管中加入铅标准溶液(4.6.2.4)2 mL和5 mL氢氧化钠溶液(4.6.2.1),加水稀释成25 mL,称取试样1 g(精确至0.01 g)于乙管中,加入5 mL氢氧化钠溶液(4.6.2.1)和少量水使试样溶解后,用水稀释至25 mL;再在甲乙两管中分别滴加硫化钠溶液(4.6.2.2)5滴,摇匀,放置2 min,同置白纸上,自上向下透视,乙管中显示的棕色与甲管比较,不得更深。

注:若试样溶液有颜色,影响比色,可采用下述方法操作:称取试样2 g(精确至0.01 g),加10 mL氢氧化钠溶液,加水溶解后使成40 mL,将溶液分成甲乙两等份,乙液经滤膜(孔径3 μm)滤过,置于比色管乙中,加硫化钠溶液5滴,加水稀释成25 mL;甲液中滴加硫化钠溶液5滴,摇匀,放置2 min后,经滤膜(孔径3 μm)滤过,收滤液于比色管甲中,加入铅标准溶液2 mL,加水至25 mL;照上述方法比较甲乙两管。

4.7 砷的测定

称取试样1 g(精确至0.01 g),加水23 mL和浓盐酸5 mL,溶解后,依法检查(《中华人民共和国药典》2005年版二部附录Ⅷ J第一法)。

5 检验规则

5.1 产品应由生产厂的质量检验部门进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准第3章的要求,并附有一定格式的质量证明书。

5.2 以同一批原料同一班次生产且包装的,具有同样工艺条件、同一批号、规格和同样质量证明证书的产品为一个批次。

5.3 取样袋数按GB/T 14699.1的规定执行。取样时,将取样器插入料层深度的四分之三处,将取得的样品混匀,用四分法缩分约500 g样品,分装于两个干燥、清洁、带磨口塞的瓶中,瓶上粘贴标签,注明生产厂名称、产品名称、生产日期、批次,一瓶用于检验,一瓶保存备用。

5.4 出厂检验:每批产品出厂时进行出厂检验。检验项目为感官指标、干燥失重、DL-蛋氨酸含量。

5.5 型式检验:每半年进行一次型式检验。型式检验项目包括本标准第3章规定的全部要求。有下列情况之一时,应对产品的质量进行型式检验:

- a) 生产工艺、主要原料有变化时;
- b) 停产3个月以上,恢复生产时;
- c) 法定质检部门提出要求时;
- d) 合同规定。

5.6 判定规则:检验结果全部符合本标准第3章的要求判为合格品。有一项指标不符合本标准要求时,应重新取样进行复验,复验结果中有一项不符合标准即判定为不合格。

5.7 本标准数据处理按GB/T 1250,采用修约值比较法。

6 标签、包装、运输、贮存

6.1 标签的内容应符合GB 10648的规定。

6.2 产品采用袋装,包装袋分三层,外层为聚乙烯复合布,中层为牛皮纸,内层为低密度聚乙烯薄膜或无毒聚氯乙烯薄膜,亦可采用能够保证产品质量的其他包装。

6.3 产品在运输过程中防止雨淋、受潮和日晒,严禁与有毒品混运。

6.4 产品应贮存在干燥、清洁的室内仓库里,避免雨淋和受潮,不得与有毒物品混存。

6.5 原包装在规定的贮存条件下保质期为36个月。
