

前 言

本标准由国家质量监督检验检疫总局提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准由国家饲料质量监督检验中心(北京)负责起草,诺伟思国际营养有限公司参加起草。

本标准主要起草人:闫惠文、王彤、赵小阳、张秉范。

饲料添加剂 液态蛋氨酸羟基类似物

1 范围

本标准规定了饲料添加剂液态蛋氨酸羟基类似物的要求、试验方法、检验规则及标签、包装、贮存、运输。

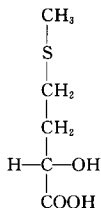
本标准适用于以丙烯醛、甲硫醇、氰化氢为主要原料生产的饲料添加剂液态蛋氨酸羟基类似物。

化学名称：2-羟基-4-甲硫基丁酸

分子式： $C_4H_{10}O_3S$

相对分子质量：150.2(1999 年国际相对原子质量)

化学结构式：



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 滴定分析(溶液分析)用标准溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB 6680—1986 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/T 8450—1987 食品添加剂中砷的测定方法

GB 10648 饲料标签

中华人民共和国药典 2000 版第二部

3 要求

3.1 外观

本产品为褐色或棕色粘稠液体，有巯基的特殊气味，溶于水。

3.2 技术指标

技术指标应符合表 1 规定。

表 1 技术指标

指 标 名 称	指 标
液态蛋氨酸羟基类似物含量/(%)	≥88
铅/(mg/kg)	≤5
砷/(mg/kg)	≤2
铵盐/(%)	≤1.5
氰化物	不得检出
pH	≤1

4 试验方法

注意:本产品 pH 值较低,在操作过程中要避免与皮肤接触,如不慎接触到皮肤,应立即用清水冲洗。

本标准所用试剂和水,在未注明其要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级用水。

试验中所用标准滴定溶液,按 GB/T 601 的规定制备。

4.1 溶液和试剂

4.1.1 无水硫酸铜饱和硫酸溶液:取无水硫酸铜加入硫酸搅拌直至出现沉淀。

4.1.2 2,7-二羟基萘硫酸溶液 0.01%,用时现配。

4.1.3 酸溶液:冰乙酸:水:浓盐酸=50:10:3。

4.1.4 盐酸溶液:1+1(V+V)。

4.1.5 硫代硫酸钠标准滴定液 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1000 \text{ mol/L}$ 。

4.1.6 淀粉指示剂:10 g/L。

4.1.7 溴酸钾-溴化钾标准滴定溶液,约 0.6000 mol/L。称取 17.5 g 溴酸钾,精确至 0.001 g,112.5 g 溴化钾,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,3 mL 盐酸溶液(4.1.4),用硫代硫酸钠标准溶液(4.1.5)滴定,当溶液显黄色时,加 1 mL 淀粉指示剂(4.1.6),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:

$$c_1 \left(\frac{1}{6} \text{KBrO}_3 \right) = \frac{c_2 (V_1 - V_0)}{V_2} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c_2 ——硫代硫酸钠滴定液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——硫代硫酸钠滴定液体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠滴定液体积,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。

4.1.8 硝酸。

4.1.9 高氯酸。

4.1.10 盐酸溶液 $c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$:量取 83.3 mL 盐酸,加水至 1 L。

4.1.11 铅标准工作液:按 GB/T 602 之规定,同时稀释成 0.00 mg/L,1.00 mg/L,2.00 mg/L,3.00 mg/L,4.00 mg/L,5.00 mg/L 的标准系列。

4.1.12 氧化镁。

4.1.13 盐酸溶液:1+3(V+V)。

- 4.1.14 氢氧化钠溶液:10%。
- 4.1.15 碘化钾。
- 4.1.16 氯化汞饱和水溶液。
- 4.1.17 氢氧化钾。
- 4.1.18 纳氏试剂:将碘化钾(4.1.15)10 g溶于10 mL水中,边搅拌边加入氯化汞饱和水溶液(4.1.16),直至生成的红色沉淀不再溶解为止,加入氢氧化钾(4.1.17)并溶解,再加入氯化汞饱和溶液1 mL,加水至200 mL。静置,取上层清液贮存于棕色瓶中。
- 4.1.19 铵标准溶液:0.01 mg/mL(按GB/T 602的规定)。
- 4.1.20 酒石酸溶液:10 g酒石酸加水溶解,定容至100 mL。
- 4.1.21 硫酸亚铁溶液:取硫酸亚铁(7水)8 g,加新沸过的冷水100 mL。
- 4.1.22 氢氧化钠溶液:取氢氧化钠4.3 g加水溶解,定容至100 mL。
- 4.1.23 碱性硫酸亚铁试纸:临用前,取滤纸片,加硫酸亚铁试液(4.1.21)和氢氧化钠试液(4.1.22)各1滴。
- 4.1.24 三氯化铁溶液:取三氯化铁9 g,加水溶解,定容至100 mL。
- 4.1.25 盐酸。
- 4.1.26 标准缓冲液:pH=4。
- 4.1.27 标准缓冲液:pH=7。

4.2 仪器和设备

实验室常用仪器设备,其中包括酸度计。

4.3 鉴别试验

- 4.3.1 取本品25 mg于干燥试管中,加无水硫酸铜饱和硫酸溶液(4.1.1)1 mL,溶液立即显黄色,继而转成黄绿色。
- 4.3.2 取本产品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(4.1.2),置沸水浴中煮沸10 min~15 min,颜色由黄色转为红棕色。

4.4 液态蛋氨酸类似物含量的测定

4.4.1 原理

在酸性介质中,蛋氨酸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。

4.4.2 分析步骤

称取约0.7 g(精确到0.000 2 g)试样于250 mL三角瓶中,加50 mL酸溶液(4.1.3),充分混匀后,用溴酸钾-溴化钾标准滴定溶液(4.1.7)滴定至溶液显淡黄色为终点。同时做空白试验。

4.4.3 结果计算

液态蛋氨酸类似物($\text{C}_5\text{H}_{10}\text{O}_3\text{S}$)含量 X_1 以质量分数表示,按式(2)计算:

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

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 1——与1.00 mL 溴酸钾-溴化钾标准溶液 $[\frac{1}{6}\text{KBrO}_3] = 1.000 \text{ mol/L}]$ 相当的、以克表示的液态

蛋氨酸羟基类似物的质量。

4.4.4 允许差

两个平行测定结果绝对值之差,小于等于0.2%。

4.5 铅的测定

4.5.1 试样的处理

称取约5 g试样,精确至0.000 2 g,置于瓷坩埚中缓慢加热至炭化,在550℃高温下加热4 h,直至试样呈灰白色,用少量水将炭化物湿润,加5 mL硝酸(4.1.8),5 mL高氯酸(4.1.9),电炉上加热至近干涸,冷却,加10 mL盐酸溶液(4.1.10),加热至微沸,待溶液稍冷后,转移至50 mL容量瓶中,用水多次冲洗坩埚,定容至刻度。过滤,滤液备用。同时做空白试验。

4.5.2 工作曲线绘制

将铅标准系列导入原子吸收分光光度计,在波长283.3 nm处测定其吸光度。以吸光度为纵坐标,浓度为横坐标,绘制标准曲线。

4.5.3 试样测定

将试样溶液(4.5.1)导入原子吸收分光光度计,按4.5.2条件测定试样吸光度,同时测定空白溶液的吸光度。由工作曲线求出测定液中铅的浓度。

4.5.4 结果计算

试样中铅的含量 X_2 (mg/kg),按式(3)计算:

$$X_2 = \frac{c_2 \times V_5}{m_2} \dots\dots\dots (3)$$

式中

c_2 ——由工作曲线求得的试样测定液中铅的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

m_2 ——试样质量,单位为克(g);

V_5 ——试样溶液的体积,单位为毫升(mL)。

4.5.5 允许差

同一分析者对同一试样同时或快速连续地进行两次测定结果的差值不得超过其平均值的20%。

4.6 砷的测定

准确称取1 g试样(精确至0.000 2 g),准确吸取2.00 mL砷标准工作液(1.00 mg/L),按GB/T 8450—1987测定。

4.7 铍盐的测定

准确称取试剂0.20 g,置于蒸馏瓶中,加水70 mL,加1 g氧化镁(4.1.12),进行蒸馏,用5 mL盐酸溶液(4.1.13)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(4.1.14),20 mL水,1 mL纳氏试剂(4.1.18),用水稀释至50 mL,摇匀。

准确移取3 mL铍标准溶液(4.1.19)于另一支纳氏比色管中,与试样同时同样显色,试样液颜色不得深于标准溶液。

4.8 氰化物的测定

按中华人民共和国药典2000年版第二部中氰化物检查方法测定,具体方法如下:

准确称取试样1.00 g,加水10 mL,酒石酸溶液(4.1.20)3 mL,迅速将装有碱性硫酸亚铁试纸(4.1.23)的导气管密塞于A瓶上,摇匀,小火加热,微沸1 min。取下碱性硫酸亚铁试纸,加三氯化铁试液(4.1.24)和盐酸(4.1.25)各1滴,15 min内不得显绿色或蓝色。仪器装置同砷斑法仪器装置。

4.9 pH值的测定

用标准缓冲液校准酸度计,测定液态蛋氨酸羟基类似物的pH值。

5 检验规则

5.1 饲料添加剂液态蛋氨酸羟基类似物应由生产企业的质量监督部门按本标准进行检验,本标准规定所有项目为出厂检验项目,生产企业应保证所有产品均符合本标准规定的要求。每批产品都应附有产品合格证。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的液态蛋氨酸羟基类似物产品进行验收,验收时间在货到1个月内进行。

5.3 采样方法按照 GB 6680—1986 执行。具体采样方法如下:

5.3.1 在制造厂的最终容器中采样:用适宜的采样器从容器的各个部位采样。

5.3.2 在制造厂的产品装桶时采样:在产品分装到交货容器的过程中,以有规律的时间间隔从放料口采得相同数量的样品混合成平均样品。

5.3.3 在交货容器中采样:采样前先检查所有容器的状况,根据供货数量确定并随机选取适当数量的容器供采样用。打开每个选定的容器,从容器内不同部位采样,混合成平均样品。

5.4 判定规则:若检验结果有一项指标不符合本标准要求时,应加倍抽样进行复验,复验结果仍有一项指标不符合本标准要求时,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。标有“有腐蚀性”字样。

6.2 包装

本产品采用 250 kg(或按用户要求)塑料桶包装,密封。

6.3 运输

本产品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的地方,防止日晒、雨淋、受潮,严禁与有毒有害的物品混贮。

本产品在规定的贮存条件下,保质期 24 个月。
