

ICS 65.120

CCS B 46

团 体 标 准

T/CFIAS 3005—2022

饲料添加剂 甘氨酸锌

Feed additive — Zinc glycinate

2022-04-13 发布

2022-05-13 实施

中国饲料工业协会

发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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专利的责任。

本文件由中国饲料工业协会团体标准技术委员会提出并归口。

本文件起草单位：四川吉隆达生物科技集团有限公司、湖南德邦生物科技有限公司、营口格瑞生物科技有限公司、广汉吉隆达矿物营养科技有限公司、广州隆达饲料有限公司、山东吉隆达生物科技有限公司、南宁市泽威尔饲料有限责任公司、大连市农产品和水产品检验检测院、成都市标准化研究院。

本文件主要起草人：李家军、邵勇杰、吴兵、代小薇、冯一凡、蔡春林、贾瑞莲、李先锋、王方、许森、宋军、张凤桦、王来泉、张火彬、李冠良、吕程、王明军、吕宗良、谢华均、张魏、陈明剑、肖贻明、周建群、章礼胜、刘雪红、兰菲。

饲料添加剂 甘氨酸锌

1 范围

本文件规定了饲料添加剂甘氨酸锌的技术要求、取样、试验方法、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期。

本文件适用于以甘氨酸和硫酸锌为原料，经合成、结晶、离心、干燥得到的粉末型或颗粒型饲料添加剂甘氨酸锌。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 5917.1 饲料粉碎粒度测定 两层筛筛分法
- 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 13080 饲料中铅的测定 原子吸收光谱法
- GB/T 13082 饲料中镉的测定
- GB/T 13885—2017 饲料中钙、铜、铁、镁、锰、钾、钠和锌含量的测定 原子吸收光谱法
- GB/T 13088 饲料中铬的测定
- GB/T 14699.1 饲料 采样
- GB/T 21996—2008 饲料添加剂 甘氨酸铁络合物

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

游离甘氨酸 free glycine

本产品中未与锌发生反应的甘氨酸。

3.2

游离锌 free zinc

本产品中未与甘氨酸发生反应的锌离子。

4 分子式和相对分子质量

分子式： $[\text{Zn}(\text{C}_2\text{H}_5\text{NO}_2)]\text{SO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量：326.58（按 2016 年国际相对原子质量， $n=5$ ）

5 技术要求

5.1 外观与性状

色泽均匀一致，呈粉末或颗粒状，无结块、异物、异嗅。

5.2 理化指标

应符合表 1 要求。

表 1 理化指标

项目		指标	
		粉末型	颗粒型
总锌（以 Zn 计）（以干基计） ^a /%	≥	22.0	
总甘氨酸（以干基计） ^b /%	≥	24.0	
游离甘氨酸（以干基计） ^c /%	≤	1.5	
游离锌（以 Zn 计）（以干基计） ^d /%	≤	1.5	
甘氨酸锌（以 $\text{C}_2\text{H}_5\text{NO}_2\text{SZn}$ 计）（以干基计） ^e /%	≥	90.0	
干燥失重/%	≤	5	12
铅/（mg/kg）	≤	10	
总砷/（mg/kg）	≤	5	
镉/（mg/kg）	≤	5	
铬/（mg/kg）	≤	20	
细度（孔径 0.50 mm 试验筛通过率）/%	≥	95	

注：表中 a、b、c、d、e “以干基计” 均指 80 ℃±2 ℃条件下恒重的干基。

6 取样

按照 GB/T 14699.1 的规定执行。

7 试验方法

试验方法规定的一些过程可能导致危险情况，操作者应采取适当的安全和防护措施。

除非另有说明，本文件所用的试剂均指分析纯试剂，水为 GB/T 6682 中规定的三级用水；所有滴定分析用标准溶液按照 GB/T 601 配制和标定。

7.1 外观与性状

取适量试样置于白纸上，在自然光线下观其色泽和有无结块及异物，嗅其味。

7.2 总锌

7.2.1 原理

试样经酸溶后，使锌溶出，用原子吸收光谱仪测定吸光度值，外标法定量。

7.2.2 试剂或材料

7.2.2.1 盐酸溶液 (6 mol/L)：盐酸+水=1+1。

7.2.2.2 盐酸溶液 (0.6 mol/L)：盐酸+水=5+95。

7.2.2.3 锌标准储备溶液 (1 mg/mL)：称取4.398 0 g七水硫酸锌，加100 mL水、125 mL盐酸溶液 (7.2.2.2)，溶解、混匀，转移至1 000 mL容量瓶中，用水定容，混匀。或购置有证标准物质。

7.2.2.4 锌标准中间溶液 (20 μg/mL)：准确移取锌标准储备溶液 (7.2.2.3) 2.00 mL于100 mL容量瓶中，用盐酸溶液 (7.2.2.2) 稀释定容，配制成20 μg/mL锌标准中间溶液。

7.2.2.5 锌标准系列溶液：准确移取锌标准中间溶液 (7.2.2.4) 0 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL、40.00 mL，分别置于100 mL容量瓶中，用盐酸溶液 (7.2.2.2) 稀释、定容，混匀，配制成浓度分别为0.00 μg/mL、0.50 μg/mL、1.00 μg/mL、2.00 μg/mL、4.00 μg/mL、8.00 μg/mL锌标准系列溶液。

7.2.3 仪器设备

所有的容器，包括配制标准溶液的移液管，在使用前用盐酸溶液 (7.2.2.2) 冲洗。

7.2.3.1 原子吸收分光光度计：带锌空心阴极灯。

7.2.3.2 分析天平：感量0.1 mg。

7.2.3.3 电热干燥箱：可控温80 ℃±2 ℃。

7.2.3.4 电热板。

7.2.4 试验步骤

平行做两份试验。称取预先在80 ℃±2 ℃干燥至恒重的试样1 g (精确至0.1 mg)，置于100 mL烧杯中，取20 mL盐酸溶液 (7.2.2.1)，缓慢加入，旋转烧杯并加热至完全溶解，冷却后转移至500 mL容量瓶中。用水定容、过滤，准确移取1.00 mL滤液于250 mL容量瓶中，用盐酸溶液 (7.2.2.2) 定容。同时做空白试验。按照GB/T 13885—2017中8.6的规定测定。

7.2.5 试验数据处理

试样中总锌 w_1 以质量分数计，数值以%表示，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 500 \times 250}{m_1 \times 10^6} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ_1 ——试样溶液中锌的浓度，单位为微克每毫升 (μg/mL)；

ρ_0 ——空白溶液中锌的浓度，单位为微克每毫升 (μg/mL)；

500——稀释倍数；

250——试液体积，单位为毫升 (mL)；

m_1 ——试样质量，单位为克 (g)；

10^6 ——g与μg单位换算的系数。

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。

7.2.6 精密度

在重复性条件下，两次独立测定结果的绝对差值不大于 1%。

7.3 总甘氨酸

称取预先在 80 °C ± 2 °C 干燥至恒重的试样，按照 GB/T 21996—2008 中 4.6 的规定执行。总甘氨酸 w_2 以质量分数计，数值以%表示。

7.4 游离甘氨酸

7.4.1 原理

采用非水滴定，用高氯酸标准溶液滴定，生成甘氨酸的高氯酸盐。

7.4.2 试剂或材料

7.4.2.1 冰乙酸。

7.4.2.2 结晶紫指示剂 (5 g/L)：按照 GB/T 603 配制。

7.4.2.3 高氯酸标准滴定溶液， $c(\text{HClO}_4) = 0.01 \text{ mol/L}$ ：0.1 mol/L 的高氯酸标准滴定溶液按照 GB/T 601 配制、标定，然后稀释为 0.01 mol/L。

7.4.3 仪器设备

7.4.3.1 分析天平：感量 0.1 mg。

7.4.3.2 酸式滴定管：10 mL。

7.4.3.3 电热干燥箱：可控温 80 °C ± 2 °C。

7.4.4 试验步骤

平行做两份试验。称取预先在 80 °C ± 2 °C 干燥至恒重的试样 0.1 g (精确至 0.1 mg)，置于 250 mL 干燥的锥形瓶中，加入 30 mL 冰乙酸 (7.4.2.1)，加入两滴结晶紫指示剂 (7.4.2.2)，用高氯酸标准滴定溶液 (7.4.2.3) 滴定至溶液由紫色变为蓝绿色为终点。同时做空白试验。

7.4.5 试验数据处理

试样中游离甘氨酸 w_3 以质量分数计，数值以%表示，按式 (2) 计算：

$$w_3 = \frac{c \times (V_1 - V_0) \times 0.07507}{m_2} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

式中：

c ——高氯酸标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

V_1 ——试样消耗高氯酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

V_0 ——空白试样消耗高氯酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

0.07507——甘氨酸的摩尔质量，单位为克每毫摩尔 (g/mmol)；

m_2 ——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，保留两位有效数字。

7.4.6 精密度

在重复性条件下，两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的 10%。

7.5 游离锌

7.5.1 原理

用甲醇提取试样中游离锌，用原子吸收光谱仪测定吸光度值，外标法定量。

7.5.2 试剂或材料

7.5.2.1 甲醇

7.5.2.2 盐酸溶液 (0.6 mol/L)：同 7.2.2.2。

7.5.2.3 锌标准储备溶液 (1 mg/mL)：同 7.2.2.3。

7.5.2.4 锌标准中间溶液：同 7.2.2.4。

7.5.2.5 锌标准系列溶液：同 7.2.2.5。

7.5.3 仪器设备

7.5.3.1 原子吸收分光光度计：带锌空心阴极灯。

7.5.3.2 分析天平：感量 0.1 mg。

7.5.3.3 超声波清洗机。

7.5.3.4 离心机。

7.5.4 试验步骤

平行做两份试验。称取预先在 80 °C ± 2 °C 干燥至恒重的试样 1.0 g (精确至 0.1 mg)，置于 25 mL 容量瓶中，加 20 mL 甲醇 (7.5.2.1)，塞紧盖子，超声提取 20 min，冷却后用甲醇 (7.5.2.1) 定容；提取液于 3 000 r/min 下离心 10 min，准确移取 1 mL 上层清液于 50 mL 容量瓶中，用盐酸溶液 (7.2.2.2) 定容，摇匀，得试样稀释液，备用。将试样稀释液导入原子吸收分光光度计中，测定其在 213.8 nm 处的吸光度。同时做空白试验。按照 GB/T 13885—2017 中 8.6 的规定测定。

7.5.5 试验数据处理

试样中游离锌含量 w_4 以质量分数计，数值以 % 表示，按式 (3) 计算：

$$w_4 = \frac{(\rho_2 - \rho_3) \times 25 \times 50}{m_3 \times 10^6} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

ρ_2 —— 试样溶液中锌的浓度，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

ρ_3 —— 空白溶液中锌的浓度，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

25 —— 稀释倍数；

50 —— 测试液体体积，单位为毫升 (mL)；

m_3 —— 试样的质量，单位为克 (g)；

10^6 —— g 与 μg 单位换算的系数。

测定结果用平行测定的算术平均值表示，保留两位有效数字。

7.5.6 精密度

在重复性条件下，两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的 10%。

7.6 甘氨酸锌

试样中甘氨酸锌含量 w_5 以质量分数计，数值以%表示，按式（4）计算：

$$w_5 = 3.8707 \times (w_2 - w_3) \dots \dots \dots (4)$$

式中：

3.8707 ——甘氨酸锌的摩尔质量与甘氨酸的摩尔质量的比值；

w_2 ——总甘氨酸含量，单位为%；

w_3 ——游离甘氨酸含量，单位为%。

测定结果用平行测定的算术平均值表示，保留至小数点后两位。

7.7 干燥失重

按照 GB/T 21996—2008 中 4.9 的规定执行。

7.8 铅

按照 GB/T 13080 的规定执行。

7.9 总砷

按照 GB/T 13079 的规定执行。

7.10 镉

按照 GB/T 13082 的规定执行。

7.10 铬

按照 GB/T 13088 的规定执行。

7.11 细度

按照 GB/T 5917.1 的规定执行。

8 检验规则

8.1 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，最大批量不超过 40 t。

8.2 出厂检验

检验项目为外观与性状、总锌、游离锌、总甘氨酸、游离甘氨酸。

8.3 型式检验

型式检验项目为本文件第 5 章的全部要求。产品正常生产时，每半年至少进行一次型式检验，但有下列情况之一时，亦进行型式检验：

- a) 产品定型时；
- b) 生产工艺、配方或原料来源有较大改变，可能影响产品质量时；
- c) 停产三个月以上，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。

8.4 判定规则

8.4.1 所检项目全部合格, 判定该批产品合格。

8.4.2 检验结果中有任何指标不符合本文件规定时, 可自同批产品中重新加倍取样进行复验。复验结果即使有一项指标不符合本文件规定, 则判定该批产品不合格。

8.4.3 各项目指标的极限数值判定按照 GB/T 8170 中修约值比较法执行。

9 标签、包装、运输、贮存和保质期

9.1 标签

按照 GB 10648 的规定执行。

9.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮、密闭。

9.3 运输

运输工具应清洁、干燥, 不得与有毒有害物质混运。运输过程中应注意防潮、防日晒、防雨淋。

9.4 贮存

贮存时防止日晒、雨淋, 禁止与有毒有害物质混贮。

9.5 保质期

未开启包装的产品, 在符合本文件规定的运输、贮存条件下, 原包装产品自生产之日起的保质期为 24 个月。

