ICS 65.120
CCS B 46

中华人民共和国国家标准

GB 7300.304—2024
代替 GB/T 21996—2008

饲料添加剂　第3部分:矿物元素及其络(螯)合物　甘氨酸铁络合物

Feed additives—Part 3:Minerals and their complexes (or chelates)—Ferrous glycine complex

2024-09-29 发布　　2025-10-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会　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。

本文件为GB 7300《饲料添加剂》的第304部分。GB 7300已经发布了以下部分：

——第1部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物　L-苏氨酸(GB 7300.101)；
——第1部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物　甘氨酸(GB 7300.102)；
——第1部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物　蛋氨酸羟基类似物(GB 7300.103)；
——第1部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物　L-缬氨酸(GB 7300.104)；
——第2部分：维生素及类维生素　L-抗坏血酸-2-磷酸酯盐(GB 7300.201)；
——第2部分：维生素及类维生素　维生素D_3油(GB 7300.202)；
——第2部分：维生素及类维生素　甜菜碱(GB 7300.203)；
——第2部分：维生素及类维生素　甜菜碱盐酸盐(GB 7300.204)；
——第3部分：矿物元素及其络(螯)合物　碘化钾(GB 7300.301)；
——第3部分：矿物元素及其络(螯)合物　亚硒酸钠(GB 7300.302)；
——第3部分：矿物元素及其络(螯)合物　碘酸钾(GB 7300.303)；
——第3部分：矿物元素及其络(螯)合物　甘氨酸铁络合物(GB 7300.304)；
——第3部分：矿物元素及其络(螯)合物　碱式氯化铜(GB 7300.305)；
——第4部分：酶制剂　木聚糖酶(GB 7300.401)；
——第4部分：酶制剂　植酸酶(GB 7300.402)；
——第4部分：酶制剂　纤维素酶(GB 7300.403)；
——第5部分：微生物　酿酒酵母(GB 7300.501)；
——第5部分：微生物　植物乳杆菌(GB 7300.502)；
——第5部分：微生物　屎肠球菌(GB 7300.503)；
——第5部分：微生物　嗜酸乳杆菌(GB 7300.504)；
——第6部分：非蛋白氮　尿素(GB 7300.601)；
——第8部分：防腐剂、防霉剂和酸度调节剂　碳酸氢钠(GB 7300.801)；
——第8部分：防腐剂、防霉剂和酸度调节剂　丙酸(GB 7300.802)；
——第9部分：着色剂　β-胡萝卜素粉(GB 7300.901)；
——第9部分：着色剂　β,β-胡萝卜素-4,4-二酮(斑蝥黄)(GB 7300.902)；
——第10部分：调味和诱食物质　谷氨酸钠(GB 7300.1001)；
——第10部分：调味和诱食物质　大蒜素(GB 7300.1002)；
——第10部分：调味和诱食物质　新甲基橙皮苷二氢查耳酮(GB 7300.1003)。

本文件代替GB/T 21996—2008《饲料添加剂　甘氨酸铁络合物》，与GB/T 21996—2008相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

——更改了“外观与性状”(见5.1，2008年版的3.1)；
——增加了“镉”“汞”技术指标及试验方法(见5.4、7.13、7.14)；
——更改了“铅”技术指标(见5.4，2008年版的3.2)；
——更改了“水溶解性”试验方法(见7.2.2，2008年版的4.3.2)；
——增加了“二价铁离子的鉴别”“甘氨酸的鉴别”试验方法(见7.3.3)；

——增加了“总甘氨酸”含量的试验方法氨基酸分析仪法(见 7.6.2);

——更改了“游离甘氨酸”含量的试验方法(见 7.7,2008 年版的 4.7)。

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。

本文件由中华人民共和国农业农村部提出并归口。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为:

——2008 年首次发布为 GB/T 21996—2008;

——本次为第一次修订。

引　言

饲料添加剂是指在饲料加工、制作、使用过程中添加的少量或者微量物质，包括营养性饲料添加剂和一般饲料添加剂。为便于使用，按照产品类型，GB 7300《饲料添加剂》分为以下 13 个大类：

——氨基酸、氨基酸盐及其类似物；

——维生素及类维生素；

——矿物元素及其络(螯)合物；

——酶制剂；

——微生物；

——非蛋白氮；

——抗氧化剂；

——防腐剂、防霉剂和酸度调节剂；

——着色剂；

——调味和诱食物质；

——粘结剂、抗结块剂、稳定剂和乳化剂；

——多糖和寡糖；

——其他。

本文件的产品甘氨酸铁络合物属于第 3 大类矿物元素及其络(螯)合物，因甘氨酸铁络合物是此大类第 4 个发布的产品标准，所以本文件以 GB 7300.304 编号，作为 GB 7300 的第 304 部分。

饲料添加剂　第3部分:矿物元素及其络(螯)合物　甘氨酸铁络合物

1　范围

本文件给出了甘氨酸铁络合物的化学名称、分子式、相对分子质量和结构式,规定了饲料添加剂甘氨酸铁络合物的技术要求、采样、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期,描述了试验方法。

本文件适用于以甘氨酸、硫酸亚铁为原料,经化学合成的饲料添加剂甘氨酸铁络合物产品。

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 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 5917.1　饲料粉碎粒度测定　两层筛筛分法

GB/T 6432　饲料中粗蛋白的测定　凯氏定氮法

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 13081　饲料中汞的测定

GB/T 13082　饲料中镉的测定

GB/T 14699　饲料　采样

GB/T 18246—2019　饲料中氨基酸的测定

3　术语和定义

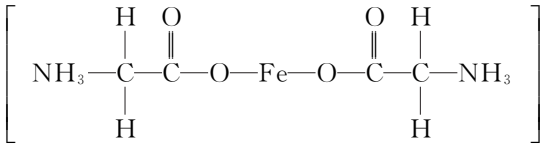
本文件没有需要界定的术语和定义。

4　化学名称、分子式、相对分子质量和结构式

4.1　化学名称:甘氨酸铁络合物。

4.2　分子式:$C_4H_{30}N_2O_{22}S_2Fe_2$。

4.3　相对分子质量:634.09(按2022年国际相对原子质量)。

4.4 结构式： 

5 技术要求

5.1 外观与性状

产品应为类白色至黄色细小颗粒或粉末，易溶于水。

5.2 鉴别

应符合 7.3 的要求。

5.3 理化指标

应符合表 1 的要求。

表 1 理化指标

项目	指标
二价铁(以 Fe^{2+} 计)/%	≥17.0
三价铁(以 Fe^{3+} 计)/%	≤0.50
总甘氨酸/%	≥21.0
游离甘氨酸/%	≤1.50
甘氨酸铁络合物($C_4H_{30}N_2O_{22}S_2Fe_2$)/%	≥90.0
干燥失重/%	≤10.0
粒度(850 μm 试验筛通过率)/%	≥95.0

5.4 卫生指标

应符合表 2 的要求。

表 2 卫生指标

项目	指标
总砷/(mg/kg)	≤5.0
铅/(mg/kg)	≤10.0
镉/(mg/kg)	≤5.0
汞/(mg/kg)	≤0.2

6 采样

按 GB/T 14699 的规定执行。

7 试验方法

警示——试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性，操作时应小心谨慎，并采取适当的安全和防护措施。

7.1 一般规定

除另有说明，所用试剂均为分析纯试剂。所用标准滴定溶液、杂质用标准溶液和其他制剂，应按照GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备。试验用水均为GB/T 6682规定的三级水。

7.2 外观与性状

7.2.1 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和形态。

7.2.2 水溶解性

在20 ℃±5 ℃下，称取1 g试样于100 mL烧杯中，加入10 mL水，每隔5 min搅拌1次，每次30 s，共搅6次，完全溶解为淡黄色至棕黄色液体。

7.3 鉴别试验

7.3.1 试剂或材料

7.3.1.1 铁氰化钾溶液：100 g/L。称取10 g铁氰化钾置于100 mL容量瓶中，加水溶解、定容，摇匀。

7.3.1.2 茚三酮溶液：1 g/L。称取0.1 g茚三酮置于100 mL容量瓶中，加水溶解、定容，摇匀。

7.3.2 仪器设备

分析天平：精度为0.000 1 g。

7.3.3 鉴别方法

7.3.3.1 二价铁离子的鉴别

称取0.1 g试样于100 mL烧杯中，加入50 mL水溶解，滴加2 mL铁氰化钾溶液(7.3.1.1)，生成深蓝色沉淀。

7.3.3.2 甘氨酸的鉴别

称取0.1 g试样于250 mL烧杯中，加入100 mL水溶解，取5 mL此溶液于100 mL烧杯中，加1 mL茚三酮溶液(7.3.1.2)，加热至沸，并维持约3 min，应显紫色。

7.4 二价铁(以 Fe^{2+} 计)

7.4.1 原理

试样用酸溶解后，其中的二价铁用硫酸铈标准滴定溶液滴定，二价铁被氧化成三价铁，四价铈被还原成三价铈，用二苯胺磺酸钠作指示剂，根据消耗硫酸铈标准滴定溶液的体积计算出二价铁的含量。

7.4.2 试剂或材料

7.4.2.1 硫酸溶液：5%。

7.4.2.2 磷酸溶液：10%。量取 72 mL 磷酸，缓缓注入 700 mL 水中，冷却，稀释至 1 000 mL。

7.4.2.3 硫酸铈标准滴定溶液：0.1 mol/L。

7.4.2.4 二苯胺磺酸钠指示液：5 g/L。

7.4.3 仪器设备

7.4.3.1 分析天平：精度为 0.000 1 g。

7.4.3.2 滴定管。

7.4.4 试验步骤

平行做两份试验。准确称取 2 g 试样(精确至 0.000 1 g)，置于 100 mL 烧杯中，加入 60 mL 硫酸溶液(7.4.2.1)，再加入 20 mL 磷酸溶液(7.4.2.2)，搅拌均匀，然后转移至 100 mL 棕色容量瓶中，加水定容，摇匀。准确移取 25 mL 试样溶液于锥形瓶中，加 25 mL 水及 4 滴二苯胺磺酸钠指示液(7.4.2.4)，用硫酸铈标准滴定溶液(7.4.2.3)滴定至溶液由绿色变为紫红色为终点。

7.4.5 试验数据处理

试样中二价铁(以 Fe^{2+} 计)的含量以质量分数 w_1 计，数值以%表示，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{c \times V \times M}{m_1 \times (25/100) \times 1\,000} \times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

c ——硫酸铈标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V ——滴定试样溶液消耗硫酸铈标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

M ——铁的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)(M=55.85)；

m_1 ——试样质量，单位为克(g)；

1 000——换算系数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值表示，保留至小数点后一位。

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 2%。

7.5 三价铁(以 Fe^{3+} 计)

7.5.1 原理

在酸性溶液中加入碘化钾，利用碘的还原作用，碘可以等量将三价铁还原为二价铁，同时析出单质碘，然后用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定析出的单质碘，从而间接地测定出试样中三价铁的含量。

7.5.2 试剂或材料

7.5.2.1 碘化钾。

7.5.2.2 硫酸溶液：20%。

7.5.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液：0.01 mol/L。按 GB/T 601 配制与标定 0.1 mol/L 的标准滴定溶液，量取该溶液 100 mL 于 1 000 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。

7.5.2.4　淀粉溶液：10 g/L。

7.5.3　仪器设备

7.5.3.1　分析天平：精度为 0.000 1 g。

7.5.3.2　滴定管。

7.5.4　试验步骤

平行做两份试验。准确称取 0.5 g 试样(精确至 0.000 1 g)，置于 250 mL 碘量瓶中，加 50 mL 水溶解，加 2 mL 硫酸溶液(7.5.2.2)、1 g 碘化钾(7.5.2.1)，摇匀后，于暗处放置 30 min，用硫代硫酸钠标准滴定溶液(7.5.2.3)滴定至淡黄色，加 2 mL 淀粉溶液(7.5.2.4)，继续滴定至蓝色消失即为终点。

7.5.5　试验数据处理

试样中三价铁(以 Fe^{3+} 计)的含量以质量分数 w_2 计，数值以%表示，按式(2)计算：

$$w_2=\frac{c\times V\times M}{m_2\times 1\ 000}\times 100 \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：

c　——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V　——滴定试样溶液消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

M　——铁的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)(M=55.85)；

m_2　——试样质量，单位为克(g)；

1 000——换算系数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值表示，保留至小数点后两位。

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　总甘氨酸

7.6.1　凯氏定氮法

7.6.1.1　测定步骤

平行做两份试验。按 GB/T 6432 的规定测定试样中氮的质量分数。

试样中总甘氨酸的含量以质量分数 w_3 计，数值以%表示，按式(3)计算：

$$w_3=5.358\ 3D \qquad \cdots\cdots(3)$$

式中：

5.358 3——甘氨酸的相对分子质量与氮的相对原子质量的比值；

D　——试样中氮的质量分数，%。

试验结果以平行测定结果的算术平均值表示，保留至小数点后两位。

7.6.1.2　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 2%。

7.6.2 氨基酸分析仪法(仲裁法)

7.6.2.1 原理

甘氨酸亚铁络合物经离子交换色谱分离、茚三酮柱后衍生测定。

7.6.2.2 试剂或材料

7.6.2.2.1 水:GB/T 6682,一级。

7.6.2.2.2 盐酸提取溶液:0.1 mol/L。取 8.3 mL 盐酸于 1 000 mL 容量瓶中,加 20 mL 硫二甘醇,用水定容,摇匀。

7.6.2.2.3 柠檬酸钠缓冲溶液:pH=2.2,$c(Na^+)$=0.2 mol/L。称取柠檬酸三钠 19.6 g 于 1 000 mL 容量瓶中,加水溶解后加入盐酸 16.5 mL,硫二甘醇 5.0 mL,苯酚 1 g,用水定容并过滤。

7.6.2.2.4 微孔滤膜:0.45 μm,水系。

7.6.2.3 仪器设备

7.6.2.3.1 氨基酸自动分析仪:具备阳离子交换柱,茚三酮柱后衍生装置及 570 nm 光度检测器。

7.6.2.3.2 分析天平:精度为 0.1 mg。

7.6.2.3.3 超声波振荡器。

7.6.2.4 试验步骤

平行做两份试验。准确称取 200 mg～300 mg 试样(精确至 0.1 mg)于 100 mL 烧杯中,加入 30 mL 盐酸提取溶液(7.6.2.2.2),用超声波振荡器超声 15 min,试样溶解后,转移至 100 mL 容量瓶中,定容,摇匀。准确移取适量溶液于 100 mL 容量瓶中,用柠檬酸钠缓冲溶液(7.6.2.2.3)定容,使试样溶液中甘氨酸浓度为 50 nmol/mL～250 nmol/mL,摇匀,过微孔滤膜(7.6.2.2.4)后上机测定。测定按 GB/T 18246—2019 中 3.5.2 的规定执行。

7.6.2.5 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 2%。

7.7 游离甘氨酸

7.7.1 原理

甘氨酸铁络合物不溶于冰乙酸,游离甘氨酸溶于冰乙酸,冰乙酸中的游离甘氨酸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游离甘氨酸的含量。

7.7.2 试剂或材料

7.7.2.1 冰乙酸。

7.7.2.2 高氯酸标准滴定溶液:0.01 mol/L,按 GB/T 601 配制与标定 0.1 mol/L 的标准滴定溶液,量取该溶液 100 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,加冰乙酸稀释至刻度,摇匀。

7.7.2.3 结晶紫指示剂溶液:5 g/L。

7.7.3 仪器设备

7.7.3.1 分析天平:精度为 0.000 1 g。

7.7.3.2 微量滴定管:10 mL,最小刻度为 0.05 mL。

7.7.4 试验步骤

平行做两份试验。准确称取 0.1 g 试样(精准至 0.000 1 g),置于 250 mL 干燥的锥形瓶中,加入 30 mL 冰乙酸(7.7.2.1),加入 2 滴结晶紫指示剂(7.7.2.3),用高氯酸标准滴定溶液(7.7.2.2)滴定至溶液由紫色变为蓝绿色为终点。同法做空白试验。

7.7.5 试验数据处理

试样中游离甘氨酸的含量以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{c \times (V_1 - V_0) \times M}{m_3 \times 1\,000} \times 100 \qquad \cdots\cdots(4)$$

式中:

c ——高氯酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定试样溶液消耗高氯酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白溶液消耗高氯酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

M ——甘氨酸的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)(M=75.07);

m_3 ——试样质量,单位为克(g);

1 000——换算系数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值表示,保留至小数点后两位。

7.7.6 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%。

7.8 甘氨酸铁络合物($C_4H_{30}N_2O_{22}S_2Fe_2$)

根据络合甘氨酸含量以及其在甘氨酸铁络合物分子式结构中所占的比例可以折算出甘氨酸铁络合物($C_4H_{30}N_2O_{22}S_2Fe_2$)的含量。络合甘氨酸含量由上述总甘氨酸($w_3$)和游离甘氨酸($w_4$)之差求得。

试样中甘氨酸铁络合物($C_4H_{30}N_2O_{22}S_2Fe_2$)的含量以质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_5 = 4.223\,5 \times (w_3 - w_4) \qquad \cdots\cdots(5)$$

式中:

4.223 5——甘氨酸铁络合物($C_4H_{30}N_2O_{22}S_2Fe_2$)的摩尔质量与两分子甘氨酸($2C_2H_5NO_2$)摩尔质量的比值;

w_3 ——试样中总甘氨酸含量,%;

w_4 ——试样中游离甘氨酸含量,%。

计算结果保留至小数点后一位。

7.9 干燥失重

7.9.1 仪器设备

7.9.1.1 分析天平:精度为 0.000 1 g。

7.9.1.2 电热恒温干燥箱:控温范围 80 ℃±2 ℃。

7.9.2 试验步骤

平行做两份试验。将洁净的称量瓶放入 80 ℃±2 ℃电热恒温干燥箱中,取下称量瓶盖放在称量瓶

的旁边，干燥 1 h 后盖上称量瓶盖，将称量瓶取出，放在干燥器中冷却至室温，称重，精确至 0.000 1 g。重复烘干 30 min，冷却、称重，直至两次质量之差小于 0.000 5 g 为恒重。

准确称取 2 g 试样(精确至 0.000 1 g)于已恒重的称量瓶中，并摊平，将称量瓶放入 80 ℃±2 ℃电热恒温干燥箱中，取下称量瓶盖放在称量瓶旁边，当温度达到 80 ℃±2 ℃后，干燥 4 h，盖上称量瓶盖，将称量瓶取出放入干燥器冷却至室温，称重。重复干燥 1 h，冷却，称量。直至两次质量之差小于 0.002 g 为恒重，以第一次称量的质量按式(6)计算干燥失重。

7.9.3 试验数据处理

试样中干燥失重的含量以质量分数 w_6 计，数值以%表示，按式(6)计算：

$$w_6 = \frac{m_4 - m_5}{m_4 - m_0} \times 100 \qquad \cdots\cdots(6)$$

式中：

m_4——80 ℃烘干前试样及称量瓶的质量，单位为克(g)；

m_5——80 ℃烘干后试样及称量瓶的质量，单位为克(g)；

m_0——已恒重的称量瓶的质量，单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值表示，保留至小数点后一位。

7.9.4 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 5%。

7.10 粒度

按 GB/T 5917.1 的规定执行。

7.11 总砷

按 GB/T 13079 的规定执行。

7.12 铅

按 GB/T 13080 的规定执行。

7.13 镉

按 GB/T 13082 的规定执行。

7.14 汞

按 GB/T 13081 的规定执行。

8 检验规则

8.1 组批

以相同材料、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，但每批产品不应超过 50 t。

8.2 出厂检验

出厂检验项目应为外观与性状、二价铁(以 Fe^{2+} 计)、总甘氨酸、游离甘氨酸。

8.3 型式检验

型式检验项目应为第5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。有下列情况之一，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) 产品停产3个月以上，重新恢复生产时；
d) 出厂检验结果与上一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 所验项目全部合格，判定为该批次产品合格。

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检。若复检结果仍不符合本文件规定，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GB 10648的规定执行。

9.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮、密封。

9.3 运输

运输中防止包装破损、日晒、雨淋，不应与有毒有害物质共运。

9.4 贮存

贮存于干燥、通风处，防止日晒、雨淋，不应与有毒有害物质混储。

9.5 保质期

未开启包装的产品，在规定的包装、运输、贮存条件下，产品保质期与标签中标明的保质期应一致。