

中华人民共和国国家标准

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

编制说明  
（公开征求意见稿）

《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》

标准起草工作组

2024年3月

# 中华人民共和国国家标准

## 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

#### 一、工作简况

##### （一）任务来源

根据全国饲料工业标准化技术委员会制修订国家标准计划，长沙兴嘉生物工程股份有限公司承担了主持修订国标“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”的任务，项目计划编号为20230443-Q-326。

本标准起草单位为：长沙兴嘉生物工程股份有限公司、中国农业科学院饲料研究所、江西省农业技术推广中心。

主要起草人：黄逸强、石波、饶辉、洪双胜、周长虹、彭红星、孙毅、乔宇、江中秀、夏赞钦、桑诚诚。

##### （二）标准修订背景和意见

甘氨酸铁络合物为国家饲料添加剂品种目录内产品，适用范围为所有养殖动物。根据中华人民共和国农业部公告（第2625号）《饲料添加剂安全使用规范》，甘氨酸铁络合物在配合饲料或全混合日粮中的推荐添加量（以元素计）为猪40~100 mg/kg，鸡35~120 mg/kg，牛10~50 mg/kg，羊30~50 mg/kg，鱼类30~200 mg/kg。

铁是动物体细胞所需的基本营养成分，具有造血功能，参与血红蛋白的产生，细胞色素和各种酶的合成，促进生长。铁还在运输和携带血液中的营养物质方面发挥作用。如果铁缺乏，就会发生缺铁性贫血，还会引起免疫功能的下降和代谢紊乱。但如果补铁过量，就会发生中毒，主要表现为恶心、呕吐、急性腹痛、腹泻、发热。

传统的无机铁盐虽是相对便宜的，但是在研究和实际应用都已证明，其中的 $Fe^{2+}$ 可利用率极低，由于消化道中的植酸、单宁酸和抗营养因子等其它因素的影响，其生物利用率更低，而余下的全部排出体外，对土壤和水源造成污染，长此

以往，是环保法规所不许的。有机铁的潜在营养价值超过无机铁盐，这也是大家所认同的，特别是氨基酸系列的有机铁，其高生物利用率及良好的环保性更是专业人士所推崇的。

甘氨酸作为分子质量最小的氨基酸，与铁形成的络合物，成为养殖动物饲料所需要的重要微量元素添加剂，其可提供铁元素和氨基酸双重营养，借助甘氨酸吸收，有效促进动物对铁的吸收，促进血红蛋白和肌红蛋白的合成；其在胃酸中的稳定性较无机铁高，可减少对维生素的破坏作用，相对于无机铁源，甘氨酸铁更容易被吸收利用，是一种新一代安全，动物吸收效率高的高效有机补铁剂。

甘氨酸铁在饲料中大规模推广应用，旨在为整个行业的可持续发展提供了安全、高效、环保的优质原料，对节约资源、保护环境、开发高效产品乃至消除食品中有毒有害物超标所带来安全隐患等诸多方面也都具有十分重要的意义。甘氨酸铁的全球市场需求量 2019 年就已达 3 万吨，2020 年需求量 4 万吨。国内主要的甘氨酸铁络合物生产企业及产能情况如下：

表 1 国内主要的甘氨酸铁络合物生产企业情况表

| 企业名称            | 生产规模/吨 | 国内销量/吨 | 国外销量/吨 | 主要生产工艺  |
|-----------------|--------|--------|--------|---|
| 长沙兴嘉生物工程股份有限公司  | 20000  | 5000   | 2000   | 甘氨酸、硫酸亚铁经合成、结晶、离心、干燥筛分制成                                |
| 广汉吉隆达矿物营养有限公司   | 20000  | 6000   | 500    | 甘氨酸、硫酸亚铁经湿法化学合成制成                                       |
| 成都蜀星饲料有限公司      | 1000   | 1000   | ——     | 硫酸亚铁+甘氨酸+水合成甘氨酸亚铁络合物，浓缩降温结晶制成                           |
| 重庆森乐美生物科技有限公司   | 3000   | 3000   | ——     | 甘氨酸、硫酸亚铁合成后经喷雾干燥制成                                      |
| 湖南德邦生物科技股份有限公司  | 60000  | 20000  | 5000   | 七水硫酸亚铁加入反应釜，加水，加入甘氨酸，进行整合反应反应结束后纯化，气流干燥，分筛制成            |
| 广东新晶和生物生物科技有限公司 | 15000  | 8000   | 5000   | 甘氨酸和硫酸亚铁加水溶解后，在一定的条件下进行络合反应，冷却结晶，离心分离甘氨酸铁络合物晶体，经干燥、筛分制成 |

甘氨酸铁络合物的市场需求量在不断提高，但是目前我国各个生产厂家由于生产水平的高低不一，导致产品质量参差不齐，造成市场混乱，好坏不分，这将极大地影响饲料微量元素添加剂的健康发展和整个畜禽业的发展。

随着市场需求量不断提升和消费者对甘氨酸铁络合物的认识的不断加深，新的国家标准的建立对于规范产品质量，加强市场监管，引导行业的发展方向，促

进进出口贸易，都具有非常重要的意义。

### （三）主要工作过程

2023年4月3日接到修标任务后，成立了标准编制小组，标准编制小组认真研究了原标准和相关标准，查阅了国内外标准及相关技术资料，并向主要甘氨酸铁络合物生产单位发函，对饲料添加剂甘氨酸铁络合物的生产和使用情况进行调查，并征求对标准修订工作的意见，结合目前国内企业产品的实际情况，初步确定标准的技术内容，撰写标准文本（工作组讨论一稿）和编制说明（工作组讨论一稿）的基本框架。

2023年5月23日，在长沙召开了《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》国家标准修订工作方案会，参加会议的单位有长沙兴嘉生物工程股份有限公司、江西省农业技术推广中心、全国畜牧总站质量标准处、中国农业科学院饲料研究所、湖南省兽药饲料监察所。与会代表就标准项目的设置、项目的指标、分析方法及标准涉及到的相关内容进行了认真仔细的讨论，拟定了标准修订工作方案。

2023年5月至2023年11月，根据启动会确定的研究思路、研究内容以及前期行业调研情况，收集样品，开展实验。对试验方法进行验证，形成标准文本（定向征求意见稿）和编制说明（定向征求意见稿）。

2023年11月至2024年1月，完成定向征求专家意见汇总，发函单位40个，回函单位20个，未回函单位20个，提出意见单位19个，无意见单位1个。共提出意见117条，采纳99条，部分采纳或不采纳18条。

2024年2月5日，进行标准预审会议，针对专家提出的修改意见做进一步修改，形成标准文本（公开征求意见稿）和编制说明（公开征求意见稿）。

## 二、编制原则、强制性国家标准主要技术要求的依据及理由

### （一）基本原则

在原国家标准 GB/T 21996-2008《饲料添加剂 甘氨酸铁络合物》的基础上，积极采用国外先进国家标准，同时结合我国生产企业及用户要求，以有利于促进技术进步，提高产品质量；有利于合理利用资源，提高经济效益；符合用户要求，保护消费者利益，促进对外贸易为原则修订国标。

文本编写，遵循“GB/T1.1-2020 标准化工作导则 第一部分：标准化文件的结构和起草规则”，“GB/T 20001.4-2015 标准编写规则 第四部分：试验方法标准”，“GB/T 20001.10-2014 标准编写规则 第 10 部分：产品标准”等技术文件的要求编写。

### （三）产品生产工艺

甘氨酸铁络合物是近年来在国内外发展较快的新型饲料添加剂，它是铁源与甘氨酸反应生成的氨基酸络合物，现主要的生产工艺有以甘氨酸和硫酸亚铁为原料，经化学合成制备或者甘氨酸和还原铁粉经喷雾干燥合成。经调研，存在的甘氨酸和还原铁粉的工艺生成出的产品，为甘氨酸与铁摩尔比 2:1 的甘氨酸铁络合物，多用于食品行业，饲料行业暂未使用此种工艺，且此工艺生成的甘氨酸铁络合物分子式与标准不一致，因此标准修订时此工艺不纳入标准范围。

目前，甘氨酸铁络合物的合成以甘氨酸和硫酸亚铁为原料，经化学合成制备。



### （三）主要技术内容确定的依据

2.3.1 国内生产企业及用户要求。

2.3.2 国内外相关标准：原国家标准 GB/T 21996-2008《饲料添加剂 甘氨酸铁络合物》、《Corrigendum to Commission Implementing Regulation (EU) 2017/2330》、《Implementing regulation-2017/2330-EN-EUR-Lex》《Ingredient Definitions Committee Meeting 10/5/18 Recommendations & Minutes》。

2.3.3 修标过程中的试验验证数据（见实验报告）。

### （四）指标项目及参数

#### 1 主要技术变化

本次修订标准的指标项目主要参照原国家标准GB/T 21996-2008《饲料添加剂 甘氨酸铁络合物》和目前主要生产企业的企标及用户要求设置，主要修订内容如下：

表2 标准修订内容对比表

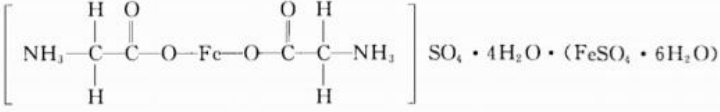
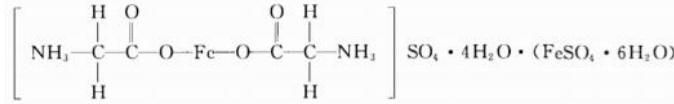
| 原标准GB/T 21996-2008   | 现标准  | 修订原因                   |
|--|--|------------------------|
| 封面、前言  | 封面、前言、引言   | 按新的格式要求进行格式修改          |
| 1 范围 第一段<br>概述标准文本内容   | 1 范围 第一段<br>概述标准文本内容   | 表述修改                   |
| 1 范围 第二段 标准适用范围<br>本标准适用于以甘氨酸、硫酸亚铁为主要原料,经化学合成制得的、分子结构为链状的甘氨酸铁络合物。该产品在饲料中作为矿物质类添加剂。   | 1 范围 第二段 标准适用范围<br>本文件适用于以甘氨酸、硫酸亚铁为原料,经化学合成而成的饲料添加剂甘氨酸铁络合物产品。  | 编辑性修改,删除了该段中对分子结构的重复描述 |
| 1 范围<br>分子式: $C_4H_{30}N_2O_{22}S_2Fe_2$<br>对分子质量: 634.10 (按 2005 年国际相对原子量计算)<br>结构式:<br> | 4 化学名称、分子式、相对分子质量和结构式<br>4.1 化学名称: 甘氨酸铁络合物<br>4.2 分子式: $C_4H_{30}N_2O_{22}S_2Fe_2$<br>4.3 对分子质量: 634.10 (按 2022 年国际相对原子量计算)<br>4.4 结构式:<br> | 增加了化学名称,调整了该部分在标准文本中位置 |
| 2 规范性引用文件  | 2 规范性引用文件  | 适应性修改                  |
| 无  | 3 术语和定义  | 编辑性修改                  |
| 3 要求<br>3.1 外观与性状<br>本品为淡黄色至棕黄色晶体或结晶性粉末,易溶于水。  | 5 技术要求<br>5.1 外观与性状<br>本品应为类白色至黄色细小颗粒或粉末,易溶于水。   | 根据产品的实际外观与性状进行修改       |

表 2（续） 标准修订内容对比表

| 原标准GB/T 21996-2008   | 现标准                                 | 修订原因  |  |       |                            |       |                             |       |         |       |          |       |          |       |        |        |       |          |                          |       |  |    |    |                            |       |                             |       |        |       |         |      |  |       |        |       |                         |       |    |    |            |      |           |       |           |      |           |      |  |
|--|-------------------------------------|-------|--|-------|----------------------------|-------|-----------------------------|-------|---------|-------|----------|-------|----------|-------|--------|--------|-------|----------|--------------------------|-------|--|----|----|----------------------------|-------|-----------------------------|-------|--------|-------|---------|------|--|-------|--------|-------|-------------------------|-------|----|----|------------|------|-----------|-------|-----------|------|-----------|------|--|
| <p>3.2 技术要求<br/>甘氨酸铁络合物产品技术指标应符合表1的要求。</p> <p style="text-align: center;"><b>表 1 技术指标</b></p> <table border="1" data-bbox="129 555 795 1086"> <thead> <tr> <th>项 目</th> <th>指 标</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>甘氨酸铁络合物(C<sub>4</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>O<sub>22</sub>S<sub>2</sub>Fe<sub>2</sub>)/%</td> <td>≥90.0</td> </tr> <tr> <td>铁(以 Fe<sup>2+</sup> 计) /%</td> <td>≥17.0</td> </tr> <tr> <td>三价铁(以 Fe<sup>3+</sup> 计)/%</td> <td>≤0.50</td> </tr> <tr> <td>总甘氨酸 /%</td> <td>≥21.0</td> </tr> <tr> <td>游离甘氨酸 /%</td> <td>≤1.50</td> </tr> <tr> <td>干燥失重 / %</td> <td>≤10.0</td> </tr> <tr> <td>铅含量 /%</td> <td>≤0.002</td> </tr> <tr> <td>总砷 /%</td> <td>≤0.000 5</td> </tr> <tr> <td>粒度(孔径 0.84 mm 试验筛通过率) /%</td> <td>≥95.0</td> </tr> </tbody> </table> | 项 目                                 | 指 标   | 甘氨酸铁络合物(C <sub>4</sub> H <sub>30</sub> N <sub>2</sub> O <sub>22</sub> S <sub>2</sub> Fe <sub>2</sub> )/% | ≥90.0 | 铁(以 Fe <sup>2+</sup> 计) /% | ≥17.0 | 三价铁(以 Fe <sup>3+</sup> 计)/% | ≤0.50 | 总甘氨酸 /% | ≥21.0 | 游离甘氨酸 /% | ≤1.50 | 干燥失重 / % | ≤10.0 | 铅含量 /% | ≤0.002 | 总砷 /% | ≤0.000 5 | 粒度(孔径 0.84 mm 试验筛通过率) /% | ≥95.0 | <p>5.2 理化指标<br/>应符合表1的要求。</p> <p style="text-align: center;"><b>表 1 理化指标</b></p> <table border="1" data-bbox="945 502 1541 847"> <thead> <tr> <th>项目</th> <th>指标</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>二价铁（以Fe<sup>2+</sup>计）/%</td> <td>≥17.0</td> </tr> <tr> <td>三价铁（以 Fe<sup>3+</sup>计）/%</td> <td>≤0.50</td> </tr> <tr> <td>总甘氨酸/%</td> <td>≥21.0</td> </tr> <tr> <td>游离甘氨酸/%</td> <td>≤1.5</td> </tr> <tr> <td>甘氨酸铁络合物（C<sub>4</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>O<sub>22</sub>S<sub>2</sub>Fe<sub>2</sub>）/%</td> <td>≥90.0</td> </tr> <tr> <td>干燥失重/%</td> <td>≤10.0</td> </tr> <tr> <td>粒度（孔径 0.84 mm 试验筛通过率）/%</td> <td>≥95.0</td> </tr> </tbody> </table> <p style="text-align: center;"><b>表 2 卫生指标</b></p> <table border="1" data-bbox="949 970 1541 1198"> <thead> <tr> <th>项目</th> <th>指标</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>总砷/（mg/kg）</td> <td>≤5.0</td> </tr> <tr> <td>铅/（mg/kg）</td> <td>≤10.0</td> </tr> <tr> <td>镉/（mg/kg）</td> <td>≤5.0</td> </tr> <tr> <td>汞/（mg/kg）</td> <td>≤0.2</td> </tr> </tbody> </table> | 项目 | 指标 | 二价铁（以Fe <sup>2+</sup> 计）/% | ≥17.0 | 三价铁（以 Fe <sup>3+</sup> 计）/% | ≤0.50 | 总甘氨酸/% | ≥21.0 | 游离甘氨酸/% | ≤1.5 | 甘氨酸铁络合物（C <sub>4</sub> H <sub>30</sub> N <sub>2</sub> O <sub>22</sub> S <sub>2</sub> Fe <sub>2</sub> ）/% | ≥90.0 | 干燥失重/% | ≤10.0 | 粒度（孔径 0.84 mm 试验筛通过率）/% | ≥95.0 | 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 | <p>将技术指标表分为理化指标表和卫生指标表，并根据指标项目及检测顺序调整了指标的位置</p> <p>根据产品的实际检测值收窄铅指标值；参考原料标准及国内外相关标准，增加镉、汞指标</p> |
| 项 目  | 指 标                                 |       |  |       |                            |       |                             |       |         |       |          |       |          |       |        |        |       |          |                          |       |  |    |    |                            |       |                             |       |        |       |         |      |  |       |        |       |                         |       |    |    |            |      |           |       |           |      |           |      |  |
| 甘氨酸铁络合物(C <sub>4</sub> H <sub>30</sub> N <sub>2</sub> O <sub>22</sub> S <sub>2</sub> Fe <sub>2</sub> )/%   | ≥90.0                               |       |  |       |                            |       |                             |       |         |       |          |       |          |       |        |        |       |          |                          |       |  |    |    |                            |       |                             |       |        |       |         |      |  |       |        |       |                         |       |    |    |            |      |           |       |           |      |           |      |  |
| 铁(以 Fe <sup>2+</sup> 计) /%   | ≥17.0                               |       |  |       |                            |       |                             |       |         |       |          |       |          |       |        |        |       |          |                          |       |  |    |    |                            |       |                             |       |        |       |         |      |  |       |        |       |                         |       |    |    |            |      |           |       |           |      |           |      |  |
| 三价铁(以 Fe <sup>3+</sup> 计)/%  | ≤0.50                               |       |  |       |                            |       |                             |       |         |       |          |       |          |       |        |        |       |          |                          |       |  |    |    |                            |       |                             |       |        |       |         |      |  |       |        |       |                         |       |    |    |            |      |           |       |           |      |           |      |  |
| 总甘氨酸 /%  | ≥21.0                               |       |  |       |                            |       |                             |       |         |       |          |       |          |       |        |        |       |          |                          |       |  |    |    |                            |       |                             |       |        |       |         |      |  |       |        |       |                         |       |    |    |            |      |           |       |           |      |           |      |  |
| 游离甘氨酸 /%   | ≤1.50                               |       |  |       |                            |       |                             |       |         |       |          |       |          |       |        |        |       |          |                          |       |  |    |    |                            |       |                             |       |        |       |         |      |  |       |        |       |                         |       |    |    |            |      |           |       |           |      |           |      |  |
| 干燥失重 / %   | ≤10.0                               |       |  |       |                            |       |                             |       |         |       |          |       |          |       |        |        |       |          |                          |       |  |    |    |                            |       |                             |       |        |       |         |      |  |       |        |       |                         |       |    |    |            |      |           |       |           |      |           |      |  |
| 铅含量 /%   | ≤0.002                              |       |  |       |                            |       |                             |       |         |       |          |       |          |       |        |        |       |          |                          |       |  |    |    |                            |       |                             |       |        |       |         |      |  |       |        |       |                         |       |    |    |            |      |           |       |           |      |           |      |  |
| 总砷 /%  | ≤0.000 5                            |       |  |       |                            |       |                             |       |         |       |          |       |          |       |        |        |       |          |                          |       |  |    |    |                            |       |                             |       |        |       |         |      |  |       |        |       |                         |       |    |    |            |      |           |       |           |      |           |      |  |
| 粒度(孔径 0.84 mm 试验筛通过率) /%   | ≥95.0                               |       |  |       |                            |       |                             |       |         |       |          |       |          |       |        |        |       |          |                          |       |  |    |    |                            |       |                             |       |        |       |         |      |  |       |        |       |                         |       |    |    |            |      |           |       |           |      |           |      |  |
| 项目   | 指标                                  |       |  |       |                            |       |                             |       |         |       |          |       |          |       |        |        |       |          |                          |       |  |    |    |                            |       |                             |       |        |       |         |      |  |       |        |       |                         |       |    |    |            |      |           |       |           |      |           |      |  |
| 二价铁（以Fe <sup>2+</sup> 计）/%   | ≥17.0                               |       |  |       |                            |       |                             |       |         |       |          |       |          |       |        |        |       |          |                          |       |  |    |    |                            |       |                             |       |        |       |         |      |  |       |        |       |                         |       |    |    |            |      |           |       |           |      |           |      |  |
| 三价铁（以 Fe <sup>3+</sup> 计）/%  | ≤0.50                               |       |  |       |                            |       |                             |       |         |       |          |       |          |       |        |        |       |          |                          |       |  |    |    |                            |       |                             |       |        |       |         |      |  |       |        |       |                         |       |    |    |            |      |           |       |           |      |           |      |  |
| 总甘氨酸/%   | ≥21.0                               |       |  |       |                            |       |                             |       |         |       |          |       |          |       |        |        |       |          |                          |       |  |    |    |                            |       |                             |       |        |       |         |      |  |       |        |       |                         |       |    |    |            |      |           |       |           |      |           |      |  |
| 游离甘氨酸/%  | ≤1.5                                |       |  |       |                            |       |                             |       |         |       |          |       |          |       |        |        |       |          |                          |       |  |    |    |                            |       |                             |       |        |       |         |      |  |       |        |       |                         |       |    |    |            |      |           |       |           |      |           |      |  |
| 甘氨酸铁络合物（C <sub>4</sub> H <sub>30</sub> N <sub>2</sub> O <sub>22</sub> S <sub>2</sub> Fe <sub>2</sub> ）/%   | ≥90.0                               |       |  |       |                            |       |                             |       |         |       |          |       |          |       |        |        |       |          |                          |       |  |    |    |                            |       |                             |       |        |       |         |      |  |       |        |       |                         |       |    |    |            |      |           |       |           |      |           |      |  |
| 干燥失重/%   | ≤10.0                               |       |  |       |                            |       |                             |       |         |       |          |       |          |       |        |        |       |          |                          |       |  |    |    |                            |       |                             |       |        |       |         |      |  |       |        |       |                         |       |    |    |            |      |           |       |           |      |           |      |  |
| 粒度（孔径 0.84 mm 试验筛通过率）/%  | ≥95.0                               |       |  |       |                            |       |                             |       |         |       |          |       |          |       |        |        |       |          |                          |       |  |    |    |                            |       |                             |       |        |       |         |      |  |       |        |       |                         |       |    |    |            |      |           |       |           |      |           |      |  |
| 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                                |       |  |       |                            |       |                             |       |         |       |          |       |          |       |        |        |       |          |                          |       |  |    |    |                            |       |                             |       |        |       |         |      |  |       |        |       |                         |       |    |    |            |      |           |       |           |      |           |      |  |
| 无  | <p>6 采样<br/>按 GB/T 14699 的规定执行。</p> | 编辑性修改 |  |       |                            |       |                             |       |         |       |          |       |          |       |        |        |       |          |                          |       |  |    |    |                            |       |                             |       |        |       |         |      |  |       |        |       |                         |       |    |    |            |      |           |       |           |      |           |      |  |

表 2 (续) 标准修订内容对比表

| 原标准GB/T 21996-2008   | 现标准  | 修订原因  |
|--|--|---|
| <p>4 试验方法</p> <p>4.1 试剂和溶液</p> <p>4.1.9 冰乙酸溶液：浓度<math>c(\text{CH}_2\text{COOH})=2 \text{ mol/L}</math>，量取冰乙酸 11.3mL，加水定容至100 mL。</p> <p>4.1.11 高氯酸标准滴定溶液：浓度<math>c(\text{HClO}_4)=0.01\text{mol/L}</math>,按GB/T 601配制与标定成0.1 mol/L的标准滴定溶液，然后稀释为0.01 mol/L。</p> | <p>7 试验方法</p> <p>7.7.2.1 冰乙酸</p> <p>7.7.2.3 高氯酸（<math>\text{HClO}_4</math>）标准滴定溶液：0.01 mol/L，按 GB/T 601 配制与标定成 0.1 mol/L 的标准滴定溶液，量取该溶液 100 mL 于 1000 mL 容量瓶中，加冰乙酸稀释至刻度，摇匀。</p> | <p>原标准冰乙酸溶液为水溶液，不能用作提取游离甘氨酸的试剂，应修改为不含水的冰乙酸。修改了高氯酸标准滴定溶液的表述，并将试剂和溶液的位置调整到相应的试验部分</p> |
| <p>4.2 仪器和设备</p>   | <p>7 试验方法</p>  | <p>将仪器和设备的位置调整到相应的试验部分</p>  |
| <p>4.3.1 外观<br/>感官检测</p>   | <p>7.2.1感官检验<br/>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。</p>   | <p>增加具体的操作方法，使标准更具实用性</p>   |
| <p>4.3.2 水溶解性<br/>在<math>20^\circ\text{C}\pm 5^\circ\text{C}</math>下试样加入10 mL水中，每隔5min搅拌一次，每次30s，共搅6次，完全溶解为棕黄色液体（棕黄色为试样中少量三价铁水解所致）。</p>  | <p>7.2.2 水溶解性<br/>在 <math>20^\circ\text{C}\pm 5^\circ\text{C}</math> 下，称取试样 1 g，试样加入 10 mL 水中，每隔 5 min 搅一次，每次 30 s，共搅 6 次，完全溶解为淡黄色至棕黄色液体。</p>                                  | <p>确定称样量，完善表述</p>   |
| <p>无</p>   | <p>7.3.2.1 二价铁离子的鉴别<br/>称取试样 0.1 g 于烧杯中，加入 50 mL 水溶解，滴加 2 mL 铁氰化钾溶液，生成深蓝色沉淀。</p>   | <p>增加二价铁离子鉴别方法</p>  |
| <p>无</p>   | <p>7.3.2.2 甘氨酸的鉴别<br/>称取试样 0.1 g 于烧杯中，溶于 100 mL 水中，取此溶液 5 mL，加茚三酮溶液 1 mL，加热至沸，并维持约 3 min，应显紫色。</p>   | <p>增加甘氨酸鉴别方法</p>  |



表 2（续） 标准修订内容对比表

| 原标准GB/T 21996-2008   | 现标准   | 修订原因                 |
|--|---|----------------------|
| <p>4.4 二价铁（以Fe<sup>2+</sup>计）</p> <p>4.4.1 原理中反应方程式：</p> $\text{Fe}^{2+} + [\text{Ce}(\text{SO}_4)_3]^{2-} = \text{Ce}^{3+} + \text{Fe}^{3+} + 3\text{SO}_4^{2-}$  | <p>7.4 二价铁（以Fe<sup>2+</sup>计）</p> <p>7.4.1 原理</p>   | <p>删除了反应方程式的重复描述</p> |
| <p>4.4.2 测定步骤</p>  | <p>7.4.4 测定步骤</p>   | <p>表述性修改</p>         |
| <p>4.4.3 计算和结果的表示</p> $X_1 = \frac{c \times V \times 0.05585}{m_1 \times 25.00/100} \times 100$ <p>0.05585 与1.00mL硫酸铈标准溶液 {c[Ce(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>]=1.000 mol/L}相当的铁的质量，单位为克(g)</p>               | <p>7.4.5 试验数据处理</p> $w_1 = \frac{c \times V \times M}{m_1 \times 25 / 100 \times 1000} \times 100$ <p><i>M</i>——铁的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）（<i>M</i>=55.85）</p> | <p>更正了原标准公式的错误表述</p> |
| <p>4.5 三价铁（以Fe<sup>3+</sup>计）</p> <p>4.5.1 原理中反应方程式</p> $2\text{Fe}^{3+} + 2\text{I}^- = 2\text{Fe}^{2+} + \text{I}_2$ $\text{I}_2 + 2\text{S}_2\text{O}_3^{2-} = 2\text{I}^- + \text{S}_4\text{O}_6^{2-}$ | <p>7.5 三价铁（以Fe<sup>3+</sup>计）</p> <p>7.5.1 原理</p>   | <p>删除了反应方程式的重复描述</p> |
| <p>4.5.3 计算和结果的表示</p> $X_2 = \frac{c \times V \times 0.05585}{m_2} \times 100$ <p>0.05585--与1.00ml硫代硫酸钠标准溶液 [c(Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)=1.000 mol/L] 相当的铁的质量，单位为克(g)；</p>                 | <p>7.5.5 试验数据处理</p> $w_2 = \frac{c \times V \times M}{m_2 \times 1000} \times 100$ <p><i>M</i>——铁的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）（<i>M</i>=55.85）</p>                 | <p>更正了原标准公式的错误表述</p> |

表 2（续） 标准修订内容对比表

| 原标准GB/T 21996-2008  | 现标准   | 修订原因  |
|---|---|---|
| <p>4.6 总甘氨酸（氨基乙酸）的测定</p> <p>4.6.1测定方法</p> <p>按GB/T6432规定测定试样中氮(D)的质量分数:</p>   | <p>7.6 总氨基酸</p> <p>7.6.1 凯氏定氮法</p> <p>平行做两份试验。按GB/T 6432的规定测定试样中氮（D）的质量分数。</p> <p>7.6.2 氨基酸分析仪法（仲裁法）</p>  | <p>增加氨基酸分析仪法作业仲裁法，该方法方便快捷，既可定性也可定量，增加甘氨酸含量检测仲裁法</p> |
| <p>4.7 游离甘氨酸（氨酸乙酸）的测定</p> <p>4.7.1 测定原理</p> <p>以冰乙酸为溶剂，结晶紫为指示剂，高酸标准溶液为滴定剂，反应生成氨基乙酸的高氯酸盐。</p>  | <p>7.7. 游离甘氨酸</p> <p>7.7.1 检测原理</p> <p>以冰乙酸为溶剂，提取游离甘氨酸，结晶紫为指示剂，高氯酸标准溶液为滴定剂，反应生成的蓝绿色的氨基乙酸的高氯酸盐。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。</p>                                 | <p>完善原理表述</p>                                       |
| <p>4.7.2 测定步骤</p> <p>称取约 0.1g试样(精准至0.0002g),置于250mL,干燥的锥形瓶中,加入 30 mL冰乙酸(4.1.9)溶解,加入2滴结晶紫指示剂(4.1.10),用高氯酸标准滴定溶液(4.1.11)滴定至溶液由紫色变为蓝绿色为终点，同时做空白试验。</p>                         | <p>7.7.2 试验步骤</p> <p>平行做两份试验。称取试样0.1g（精准至0.0001 g），置于250 mL干燥的锥形瓶中，加入30 mL冰乙酸（7.7.2.1）溶解，加入2滴结晶紫指示剂（7.7.2.2），用高氯酸标准滴定溶液（7.7.2.3）滴定至溶液由紫色变为蓝绿色为终点。同法做空白试验。</p> | <p>原标准使用的冰乙酸溶液不符合原理，修改为冰乙酸</p>                      |
| <p>4.7.3 计算和结果的表示</p> $X_i = \frac{c \times (V_1 - V_0) \times 0.07507}{m_3} \times 100$ <p>0.07507与1.00ml高氯酸标准滴定溶液[c(HClO<sub>4</sub>)=1.000 mol/L]相当的氨基乙酸的质量，单位为克(g)；</p> | <p>7.7.5 试验数据处理</p> $w_4 = \frac{c \times (V_1 - V_0) \times M}{m_3 \times 1000} \times 100$ <p><i>M</i>——甘氨酸的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）（<i>M</i>=75.07）；</p>        | <p>更正了原标准公式的错误表述</p>                                |

表 2（续） 标准修订内容对比表

| 原标准GB/T 21996-2008   | 现标准   | 修订原因   |
|--|---|--|
| <p>4.8 甘氨酸铁络合物(C<sub>4</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>O<sub>22</sub>S<sub>2</sub>Fe<sub>2</sub>)<br/>4.2273——甘氨酸络合物的摩尔质量m(1/2甘氨酸铁)与氨基乙酸的摩尔质量m(氨基乙酸)的比值。</p>   | <p>7.8 甘氨酸铁络合物(C<sub>4</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>O<sub>22</sub>S<sub>2</sub>Fe<sub>2</sub>)<br/>4.2273 ——二分之一甘氨酸铁络合物(1/2C<sub>4</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>O<sub>22</sub>S<sub>2</sub>Fe<sub>2</sub>)的摩尔质量与甘氨酸(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>NO<sub>2</sub>)摩尔质量的比值；</p> | <p>更正了原标准对4.2273的错误说明，</p>                     |
| <p>4.9 干燥失重的测定<br/>4.9.1 测定步骤中用已恒重称样皿称取2份平行试样,每份2 g,准确至0.0002g,称样皿盖敞开在80°C±2°C烘箱中烘2 h~4 h(以温度达到80°C开始计时),取出后在干燥器中冷却30 min,称重。重复烘干1 h,冷却、称重,直至两次称重的质量差小于0.002 g。</p>  | <p>7.9 干燥失重的测定<br/>7.9.1 测定步骤中用已恒重称样皿称取2份平行试样,每份2 g,精确至0.0001 g,称样皿盖敞开在80°C±2°C电热恒温干燥箱中干燥4h至恒重(以温度达到80°C开始计时,直至两次称重的重量差小于0.002 g),取出后在干燥器中冷却30 min,称重。</p>  | <p>确定了干燥时间,并对该段表述进行了修改</p>                     |
| <p>4.10 铅含量的测定<br/>按GB/T 13080 执行。<br/>4.11 总砷的测定<br/>按GB/T 13079执行</p>  | <p>7.11 总砷<br/>按GB/T 13079执行<br/>7.12 铅<br/>按GB/T 13080 执行。</p>   | <p>编辑性修改</p>                                   |
| <p>4.12 粒度检验<br/>粒度X<sub>7</sub>按式(7)计算:<br/><br/><math display="block">X_7 = 1 - X_8 \quad \dots\dots\dots(7)</math><br/>式中:<br/>X<sub>7</sub>——孔径0.84 mm试验筛通过率, %;<br/>X<sub>8</sub>——孔径0.84mm试验筛留存率(按GB/T 5917执行), %。</p> | <p>7.10 粒度<br/>按GB/T 5917.1的规定执行。</p>   | <p>粒度检测可直接参考GB/T 5917.1执行,无需对计算公式进行描述,因此删除</p> |
| <p>无</p>   | <p>7.13 镉<br/>按GB/T 13082的规定执行。</p>   | <p>新增指标,同步增加“镉”的测定试验方法</p>                     |
| <p>无</p>   | <p>7.14 汞<br/>按GB/T 13081的规定执行。</p>   | <p>新增指标,同步增加“汞”的测定试验方法</p>                     |

表 2（续） 标准修订内容对比表

| 原标准GB/T 21996-2008   | 现标准  | 修订原因   |
|--|--|--|
| 5.3 出厂检验<br>饲料级甘氨酸铁络合物按本标准的规定对产品性状、甘氨酸铁络合物(C <sub>4</sub> H <sub>30</sub> N <sub>2</sub> O <sub>22</sub> S <sub>2</sub> Fe <sub>2</sub> )、二价铁(以Fe <sup>2+</sup> 计)、三价铁(以 Fe <sup>3+</sup> 计)、总甘氨酸、游离甘氨酸、干燥失重、铅含量、总砷、粒度等进行检验。 | 8.2 出厂检验<br>出厂检验项目为：外观与性状、甘氨酸铁络合物(C <sub>4</sub> H <sub>30</sub> N <sub>2</sub> O <sub>22</sub> S <sub>2</sub> Fe <sub>2</sub> )、二价铁(以Fe <sup>2+</sup> 计)、总甘氨酸、游离甘氨酸 | 删除了三价铁(以 Fe <sup>3+</sup> 计)、干燥失重、铅含量、总砷、粒度检测项目，仅对重要指标进行出厂检验，方便生产供应。 |
| 5.4 型式检验   | 8.3 型式检验   | 编辑性修改  |
| 6 标志、标签<br>7 包装、运输、贮存和保质期  | 9 标签、包装、运输、贮存和保质期  | 编辑性修改  |

指标参数方面，本次修订充分考虑现行标准在十多年的实施过程中生产及使用情况，充分考虑标准适用范围调整后，对设置的各项指标提出的具体要求。在原设置的九项指标外，结合生产工艺中可能存在或影响产品品质的因素，修改铅的技术指标要求，增加了镉和汞的技术指标要求。

## 2 指标项目及指标参数

(1) 外观与性状：本品应为类白色至黄色细小颗粒或粉末，易溶于水。

(2) 理化指标与卫生指标项目

表 3 理化指标确定及修订情况

| 项目  | 原标准GB/T<br>21996-2008指标 | 指标    | 指标值变化情况 |
|---|-------------------------|-------|---------|
| 二价铁(以Fe <sup>2+</sup> 计) / (%)  | ≥17.0                   | ≥17.0 | 不变      |
| 三价铁(以 Fe <sup>3+</sup> 计) / (%)   | ≤0.5                    | ≤0.50 | 不变      |
| 总甘氨酸/ (%)   | ≥21.0                   | ≥21.0 | 不变      |
| 游离甘氨酸/ (%)  | ≤1.5                    | ≤1.50 | 不变      |
| 甘氨酸铁络合物 (C <sub>4</sub> H <sub>30</sub> N <sub>2</sub> O <sub>22</sub> S <sub>2</sub> Fe <sub>2</sub> ) / (%) | ≥90.0                   | ≥90.0 | 不变      |
| 干燥失重/ (%)   | ≤10.0                   | ≤10.0 | 不变      |
| 粒度 (孔径 0.84 mm 试验筛通过率) / (%)  | ≥95.0                   | ≥95.0 | 不变      |

表 4 卫生指标确定及修订情况

| 项目          | 原标准GB/T<br>21996-2008指标 | 指标    | 指标值变化情况 |
|-------------|-------------------------|-------|---------|
| 总砷/ (mg/kg) | ≤5.0                    | ≤5.0  | 不变      |
| 铅/ (mg/kg)  | 20                      | ≤10.0 | 指标值收窄   |
| 镉/ (mg/kg)  | —                       | ≤5.0  | 新增指标    |
| 汞/ (mg/kg)  | —                       | ≤0.2  | 新增指标    |

## 3. 指标及试验方法的确定

表 5 指标试验方法修订情况

| 项目   | 原标准GB/T 21996-2008<br>试验方法 | 试验方法                      | 变化情况                   |
|--|----------------------------|---------------------------|------------------------|
| 感官检验   | 目视法                        | 目视法                       | 不变                     |
| 水溶解性   | 溶解性试验                      | 溶解性试验                     | 不变                     |
| 鉴别试验   | 无                          | 二价铁离子鉴别<br>甘氨酸鉴别          | 新增                     |
| 二价铁(以Fe <sup>2+</sup> 计) / (%)   | 硫酸铈滴定法                     | 硫酸铈滴定法                    | 不变                     |
| 三价铁(以 Fe <sup>3+</sup> 计) / (%)  | 碘量法                        | 碘量法                       | 不变                     |
| 总甘氨酸/ (%)  | GB/T 6432                  | GB/T 6432 和<br>GB/T 18246 | 新增 GB/T 18246<br>作为仲裁法 |
| 游离甘氨酸/ (%)   | 高氯酸滴定法                     | 高氯酸滴定法                    | 不变                     |
| 甘氨酸铁络合物<br>(C <sub>4</sub> H <sub>30</sub> N <sub>2</sub> O <sub>22</sub> S <sub>2</sub> Fe <sub>2</sub> ) / (%) | 总甘氨酸和游离甘氨酸<br>之差求得         | 总甘氨酸和游离甘氨酸<br>之差求得        | 不变                     |
| 干燥失重/ (%)  | 恒温干燥法                      | 恒温干燥法                     | 不变                     |

| 项目                        | 原标准GB/T 21996-2008<br>试验方法 | 试验方法        | 变化情况 |
|---------------------------|----------------------------|-------------|------|
| 粒度（孔径 0.84 mm 试验筛通过率）/（%） | GB/T 5917.1                | GB/T 5917.1 | 不变   |
| 总砷/（mg/kg）                | GB/T 13079                 | GB/T 13079  | 不变   |
| 铅/（mg/kg）                 | GB/T 13080                 | GB/T 13080  | 不变   |
| 镉/（mg/kg）                 | ——                         | GB/T 13082  | 新增   |
| 汞/（mg/kg）                 | ——                         | GB/T 13081  | 新增   |

### 三、标准内容修订说明

#### （一）范围

本次标准修订将原标准范围的第一段关于标准文本内容概述和第二段标准适用范围的表述进行了修改，并删除了第二段中对产品结构的重复描述，内容实质不变。将原标准范围中关于分子式、相对分子质量和结构式的内容移至“4 化学名称、分子式、相对分子质量和结构式”中，修订后的标准范围内容如下：

“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，经化学合成而成的饲料添加剂甘氨酸铁络合物产品。”

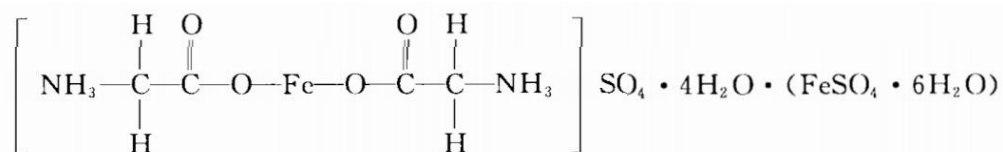
#### （二）化学名称、分子式、相对分子质量和结构式

本部分内容主要来源于原标准范围中的内容，增加了化学名称：“甘氨酸铁络合物”，分子式、相对分子量和结构式与产品合成工艺及产品指标密切相关，与原标准保持一致，具体内容如下：

分子式： $C_4H_{30}N_2O_{22}S_2Fe_2$

相对分子质量：634.10（按 2022 年国际相对原子量计算）

结构式：



### （三）外观与性状

#### 1、指标

本次修订将外观与性状修改为“本品应为类白色至黄色细小颗粒或粉末，易溶于水。”

根据各厂家的样品实测外观，甘氨酸铁络合物的颜色性状为类白色至黄色细小颗粒或粉末。与原标准规定的“本品为淡黄色至棕黄色晶体或结晶性粉末，”的规定不完全一致，经分析，产品出现淡黄色甚至棕黄色是由于产品的二价铁氧化成三价铁引起的。目前，市场上甘氨酸铁产品的生产工艺已非常成熟，可严格控制二价铁向三价铁转化，产品颜色均在类白色至黄色范围内波动，极少出现棕色甘氨酸产品。因此将产品颜色的规定由“淡黄色至棕黄色”修改为“类白色至黄色”。

结晶产品与粉末产品是产品的两种外观表象，由于产品的生产工艺不同引起了，但两者的组成成分一致，是否结晶不影响产品的品质和使用。根据目前市场的甘氨酸铁产品均为细小颗粒或粉末，因此，本次修订将“晶体或结晶性粉末，”修改为“细小颗粒或粉末”，更符合市场需求。

综上，根据甘氨酸铁产品的实际情况及需求，本次标准修订将甘氨酸铁络合物外观指标由“本品为淡黄色至棕黄色晶体或结晶性粉末，易溶于水”修改为“本品应为类白色至黄色细小颗粒或粉末，易溶于水”

#### 2、试验方法：

##### （1）感官检验

本次修订增加了感官检验的具体操作方法：“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”。提高了标准的操作性。

##### （2）水溶解性

在 $20^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下，称取试样1 g，试样加入10 mL水中，每隔5 min搅一次，每次30 s，共搅6次，完全溶解为淡黄色至棕黄色液体。

本次修订增加了具体的称样量，根据水溶解性不同称样量试验，确定在检验水溶解性过程中“称取试样1 g”，使操作再加规范，检验结果更有保障，

按照实际测定的结果，部分样品溶解后为淡黄色液体，与原标准的规定不完全一致，经分析，原因是由于不同厂家的干燥工艺不一致及溶解过程中二价铁

氧化导致溶液中三价铁的含量高低不一，造成水溶液颜色深浅不一颜色，所以本次将原标准“完全溶解为棕黄色液体”修订为“完全溶解为淡黄色至棕黄色液体”。

因本部分为水溶解性试验操作的规定，无需对溶液颜色的产生的原因进行表述，因此，本次修订删除了“（棕黄色为试样中少最三价铁水解所致）”的表述，

### 3、试验数据

#### （1）感官检验

取试样约 20 g 置于清洁、干燥的白瓷盘内，在自然光下目视观察其色泽和状态。

表 6 主要生产厂家产品外观与性状

| 编号 | YF2023051801  | YF2023052001  | YF2023052301  | YF2023060102  | YF2023060501   | YF2023060801  | YF2023092101  |
|----|---|---|---|---|--|---|---|
| 外观 |  |  |  |  |  |  |  |

如表6所示，主要生产厂家所寄样品外观为类白色至黄色细小颗粒或粉末。

#### （2）水溶解性

在 $20^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ 下，分别加1 g、1.5 g、2 g试样加入10 mL水中，每隔5 min搅一次，每次30 s，共搅6次，完全溶解为淡黄色至棕黄色液体。试验结果表明，分别加1 g、1.5 g、2 g试样加入10 mL水中，试样均能完全溶解为淡黄色的液体，说明甘氨酸铁络合物易溶于水。为方便试验操作，确定该试验的称样量为1 g。



图 1 主要生产厂家水溶解性试验

如图 1 所示，主要生产厂家所寄样品水溶解性试验结果均为淡黄色至棕黄色液体。

#### （四）鉴别试验

##### 1、二价铁离子的鉴别



### (1) 试验方法

新增二价铁离子的鉴别试验,参考HG/T 2935《饲料级 硫酸亚铁》、GB 29211《食品添加剂 硫酸亚铁》及GB 30606《食品添加剂 甘氨酸亚铁》的试验方法,使用行业内普遍使用的“铁氰化钾”鉴别。同时根据各企业样品的实测数据,本方法适用于甘氨酸铁络合物中的二价铁离子的鉴别。

方法为:“称取试样0.1 g于烧杯中,加入50 mL水溶解,滴加2 mL铁氰化钾溶液,生成深蓝色沉淀”。

### (2) 试验结果

称取试样 0.1 g 于烧杯中,加入 50 mL 水溶解,滴加 2 mL 铁氰化钾溶液,生成深蓝色沉淀。



图 2 主要生产厂家二价铁离子的鉴别

如图 2 所示,主要生产厂家所寄样品二价铁离子的鉴别检测结果均生成深蓝色沉淀。

## 2、甘氨酸的鉴别

### (1) 试验方法

新增甘氨酸的鉴别试验,参考GB 7300.102《饲料添加剂 第1部分:氨基酸、氨基酸盐及其类似物 甘氨酸》的试验方法,使用行业内普遍使用“茚三酮”鉴别。同时根据各企业样品的实测数据,本方法适用于甘氨酸铁络合物中的甘氨酸的鉴别。

方法为:“称取试样0.1 g于烧杯中,溶于100 mL水中,取此溶液5 mL,加茚三酮溶液1 mL,加热至沸,并维持约3 min,应显紫色。”

### (2) 试验结果

称取试样约 0.1 g 于烧杯中,溶于 100 mL 水中,取此溶液 5 mL,加茚三酮

溶液 1 mL，加热至沸，并维持约 3 min，显紫色。



图 3 主要生产厂家甘氨酸的鉴别

如图 3 所示，主要生产厂家所寄样品甘氨酸的茚三酮试验鉴别检测结果均呈紫色。

### （五）二价铁（以 $\text{Fe}^{2+}$ 计）

#### 1、指标确定

原标准 GB/T 21996-2008 二价铁指标要求  $\geq 17.0\%$ ，结合甘氨酸铁络合物（ $\text{C}_4\text{H}_30\text{N}_2\text{O}_{22}\text{S}_2\text{Fe}_2$ ）中二价铁的理论含量及市场上甘氨酸亚铁饲料添加剂生产工艺及产品实际含量，该指标值合理且符合生产使用企业的需求，因此，沿用原标准指标值，二价铁（以  $\text{Fe}^{2+}$  计） $\geq 17.0\%$ 。

#### 2、试验方法

沿用原标准 GB/T 21996-2008 的硫酸铈滴定法，试样用酸溶解后，其中的二价铁（ $\text{Fe}^{2+}$ ）用硫酸铈标准溶液滴定，二价铁被氧化成三价铁（ $\text{Fe}^{3+}$ ），四价铈（ $\text{Ce}^{4+}$ ）被还原成三价铈（ $\text{Ce}^{3+}$ ），用二苯胺磺酸钠作指示剂，由消耗硫酸铈标准滴定溶液的体积计算出二价铁的含量。由于原理部分已将滴定过程中的氧化还原反应描述清楚，因此，删除了相应的反应方程式的重复描述。

修订后的标准对该检测步骤的表述做了调整，调整后的表述更加流畅，易懂。修订后的检测步骤如下：平行做两份试验。准确称取试样 2 g（精确至 0.0001 g），置于 100 mL 烧杯中，加入硫酸溶液 60 mL，再加入磷酸溶液 20 mL，搅拌均匀，然后转移至 100 mL 的棕色容量瓶中，加水定容，摇匀。用移液管准确移取 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，用硫酸铈标准滴定溶液滴定至溶液由绿色变为紫红色为终点。

#### 3、试验结果

按上述方法该平行做两份试验，试验的空白试验消耗的标准滴定溶液体积为半滴，即约为 0.02 mL，说明该试验的空白试验影响非常小，可忽略不计，因此，在试验过程中不体现空白试验。

主要生产厂家共13批次检测结果见表7，同一批次重复6次精密度检测结果见表8。

表 7 主要生产厂家样品二价铁含量检测结果

| 序号 | 样品编号         | 二价铁含量 (%) | 平均含量(%) | 相对偏差 (%) |
|----|--------------|-----------|---------|----------|
| 1  | YF2023051801 | 17.58     | 17.5    | 0.57     |
|    |              | 17.38     |         |          |
| 2  | YF2023052001 | 18.66     | 18.6    | 0.32     |
|    |              | 18.54     |         |          |
| 3  | YF2023052301 | 17.51     | 17.6    | 0.43     |
|    |              | 17.66     |         |          |
| 4  | YF2023060102 | 17.37     | 17.4    | 0.06     |
|    |              | 17.39     |         |          |
| 5  | YF2023060501 | 17.72     | 17.7    | 0.06     |
|    |              | 17.70     |         |          |
| 6  | YF2023060502 | 17.87     | 17.8    | 0.20     |
|    |              | 17.80     |         |          |
| 7  | YF2023060503 | 17.81     | 17.9    | 0.28     |
|    |              | 17.91     |         |          |
| 8  | YF2023060504 | 17.75     | 17.8    | 0.36     |
|    |              | 17.88     |         |          |
| 9  | YF2023060801 | 17.75     | 17.8    | 0.45     |
|    |              | 17.91     |         |          |
| 10 | YF2023060802 | 17.80     | 17.9    | 0.31     |
|    |              | 17.91     |         |          |
| 11 | YF2023060803 | 17.89     | 17.8    | 0.34     |
|    |              | 17.77     |         |          |
| 12 | YF2023060804 | 17.83     | 17.8    | 0.37     |
|    |              | 17.70     |         |          |
| 13 | YF2023092101 | 18.67     | 18.6    | 0.48     |
|    |              | 18.49     |         |          |

根据以上实验数据，主要生产厂家共 13 批次样品，二价铁含量平均检测结果最高不大于 18.6%，最低不小于 17.3%，13 批次样品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 0.57%。因此符合标准中规定的二价铁含量不小于 17.0%，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%。

表 8 同一批次二价铁含量重复 6 次精密度检测结果

| 序号       | 检测结果  |
|----------|-------|
| 1        | 17.64 |
| 2        | 17.61 |
| 3        | 17.52 |
| 4        | 17.56 |
| 5        | 17.56 |
| 6        | 17.63 |
| 平均含量 (%) | 17.6  |
| 标准偏差 (%) | 0.05  |

同一批次重复 6 次精密度检测标准偏差不大于 0.05%，精密度良好。

### (六) 三价铁 (Fe<sup>3+</sup>) 含量

#### 1、指标确定

原标准 GB/T 21996-2008 三价铁指标要求 ≤0.50%，根据市场上甘氨酸铁络合物饲料添加剂产品的三价铁检测数据，有近 50% 的样品三价铁含量在 0.2~0.3% 之间，所有样品三价铁均低于 0.50%，属于正常波动，三价铁含量 ≤0.50% 符合生产使用企业的需求。因此，沿用原标准，二价铁（以 Fe<sup>3+</sup> 计）≤0.50%。

#### 2、试验方法

沿用原标准 GB/T 21996-2008 的碘量法，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。由于原理部分已将滴定过程中的氧化还原反应描述清楚，因此删除了相应的反应方程式的重复描述。

修订后的标准将该检测步骤中的“精确至 0.0002 g”适应性修改为“精确至 0.0001 g”，适应了目前的分析天平的感应量的要求。修订后的检测步骤如下：平行做两份试验。准确称取试样 0.5 g（精确至 0.0001 g），置于 250 mL 碘量瓶中，加 50 mL 水溶解，加 2 mL 硫酸溶液、1 g 碘化钾，摇匀后，于暗处放置 30 min，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色，加 2 mL 淀粉溶液，继续滴定至蓝色刚刚消失即为终点。

#### 3、试验结果

按上述方法该平行做两份试验，该试验的空白试验消耗的标准滴定溶液体积为半滴，即约为 0.02 mL，说明该试验的空白试验影响非常小，可忽略不计，因

此，在试验过程中不体现空白试验。

主要生产厂家13批次检测结果见表9，同一批次重复6次精密度检测结果见表10。

表 9 主要生产厂家样品三价铁含量检测结果

| 序号 | 样品编号         | 三价铁含量 (%) | 平均含量(%) | 相对偏差 (%) |
|----|--------------|-----------|---------|----------|
| 1  | YF2023051801 | 0.168     | 0.18    | 7.44     |
|    |              | 0.195     |         |          |
| 2  | YF2023052001 | 0.081     | 0.09    | 6.36     |
|    |              | 0.092     |         |          |
| 3  | YF2023052301 | 0.069     | 0.07    | 4.17     |
|    |              | 0.075     |         |          |
| 4  | YF2023060102 | 0.124     | 0.12    | 4.64     |
|    |              | 0.113     |         |          |
| 5  | YF2023060501 | 0.175     | 0.17    | 5.11     |
|    |              | 0.158     |         |          |
| 6  | YF2023060502 | 0.156     | 0.15    | 2.97     |
|    |              | 0.147     |         |          |
| 7  | YF2023060503 | 0.172     | 0.17    | 1.78     |
|    |              | 0.166     |         |          |
| 8  | YF2023060504 | 0.179     | 0.18    | 1.42     |
|    |              | 0.174     |         |          |
| 9  | YF2023060801 | 0.209     | 0.22    | 4.13     |
|    |              | 0.227     |         |          |
| 10 | YF2023060802 | 0.121     | 0.12    | 2.02     |
|    |              | 0.126     |         |          |
| 11 | YF2023060803 | 0.180     | 0.18    | 1.91     |
|    |              | 0.187     |         |          |
| 12 | YF2023060804 | 0.156     | 0.16    | 3.11     |
|    |              | 0.166     |         |          |
| 13 | YF2023092101 | 0.554     | 0.55    | 0.64     |
|    |              | 0.547     |         |          |

重新检测根据以上实验数据，13 批次样品，12 个批次三价铁含量检测结果最高不大于 0.3%，仅 1 个批次为 0.55%，该批次由于其生产商的生产工艺不同，产品中水分含量较低，导致三价铁含量相对偏高。13 批次样品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 8%。因此，符合标准中规定的三价铁含量不大于 0.50%，两次平行检测结果的相对偏差不大于 10%。

表 10 同一批次三价铁含量重复 6 次精密度检测结果

| 序号 | 检测结果  |
|----|-------|
| 1  | 0.103 |
| 2  | 0.227 |
| 3  | 0.122 |

| 序号       | 检测结果  |
|----------|-------|
| 4        | 0.176 |
| 5        | 0.131 |
| 6        | 0.207 |
| 平均含量 (%) | 0.16  |
| 标准偏差 (%) | 0.05  |

同一批次重复 6 次精密度检测标准偏差不大于 0.05%。精密度良好。

## (七) 总甘氨酸

### 1、指标确定

原标准 GB/T 21996-2008 总甘氨酸指标要求  $\geq 21.0\%$ ，结合甘氨酸铁络合物 ( $C_4H_{30}N_2O_{22}S_2Fe_2$ ) 中总甘氨酸的理论含量及市场上甘氨酸亚铁饲料添加剂产品生产工艺及产品实际含量，该指标值合理且符合生产使用企业的需求，因此，沿用原标准，总氨酸含量  $\geq 21.0\%$ 。

### 2、试验方法

#### (1) 凯氏定氮法

原标准 GB/T 21996-2008 使用 GB/T 6432 规定的凯氏定氮法测定总甘氨酸的含量，该方法是测定试样中氮含量，再通过甘氨酸相对分子质量与氮的相对原子质量比值计算出总甘氨酸含量。该方法是测定氨基酸含量的经典方法。本次修订保留该方法。

#### (2) 氨基酸分析仪法（仲裁法）

GB/T 18246-2019《饲料中氨基酸的测定》是对提取的氨基酸用离子交换色谱分离、茚二酮柱后衍生测定。该方法中适合的前处理方法有常规酸水解法、酸提取法。酸水解法前处理时间过长，考虑到检测的快速性，不考虑此前处理方法。甘氨酸铁络合物易溶于水，适用于酸提取法，通过回收率及稳定性试验确定样品称样量和样品稀释倍数，确定甘氨酸浓度达到  $50 \text{ nmol/mL} \sim 250 \text{ nmol/mL}$  进行上机测定，该方法不仅可以定量，还可以定性，已普遍用于氨基酸的测定。因此，本次修订增加氨基酸分析仪法作为总甘氨酸含量测定的仲裁法。

### 3、试验结果

#### (1) 凯氏定氮法

平行做两份试验。按 GB/T 6432 的规定测定试样中氮 (D) 的质量分数，计算总甘氨酸的含量。

主要生产厂家13批次检测结果见表11，同一批次重复6次精密度检测结果见表12。

表 11 主要生产厂家样品总甘氨酸含量检测

| 序号 | 样品编号         | 总甘氨酸含量 (%) | 平均含量 (%) | 相对偏差 (%) |
|----|--------------|------------|----------|----------|
| 1  | YF2023051801 | 24.23      | 24.3     | 0.43     |
|    |              | 24.44      |          |          |
| 2  | YF2023052001 | 21.81      | 21.9     | 0.39     |
|    |              | 21.98      |          |          |
| 3  | YF2023052301 | 23.85      | 23.8     | 0.10     |
|    |              | 23.80      |          |          |
| 4  | YF2023060102 | 22.07      | 22.1     | 0.18     |
|    |              | 22.15      |          |          |
| 5  | YF2023060501 | 24.26      | 24.2     | 0.10     |
|    |              | 24.21      |          |          |
| 6  | YF2023060502 | 24.24      | 24.3     | 0.12     |
|    |              | 24.30      |          |          |
| 7  | YF2023060503 | 24.13      | 24.2     | 0.27     |
|    |              | 24.26      |          |          |
| 8  | YF2023060504 | 24.31      | 24.3     | 0.25     |
|    |              | 24.19      |          |          |
| 9  | YF2023060801 | 23.79      | 23.8     | 0.15     |
|    |              | 23.72      |          |          |
| 10 | YF2023060802 | 23.91      | 24.0     | 0.33     |
|    |              | 24.07      |          |          |
| 11 | YF2023060803 | 23.85      | 23.8     | 0.29     |
|    |              | 23.71      |          |          |
| 12 | YF2023060804 | 23.81      | 23.9     | 0.15     |
|    |              | 23.88      |          |          |
| 13 | YF2023092101 | 26.29      | 26.4     | 0.42     |
|    |              | 26.51      |          |          |

根据以上实验数据，13 批次样品，总甘氨酸含量平均检测结果最低不小于 21.9%，13 批次样品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 0.43%。因此符合标准中规定的总甘氨酸含量大于等于 21.0%，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%。

表 12 同一批次总甘氨酸含量重复 6 次精密度检测结果

| 序号 | 检测结果  |
|----|-------|
| 1  | 23.78 |
| 2  | 23.79 |
| 3  | 23.82 |
| 4  | 23.86 |
| 5  | 23.97 |

| 序号       | 检测结果  |
|----------|-------|
| 6        | 24.01 |
| 平均含量 (%) | 23.9  |
| 标准偏差 (%) | 0.09  |

同一批次重复 6 次精密度检测标准偏差不大于 0.09%。精密度良好。

## (2) 氨基酸分析仪法（仲裁法）

平行做两份试验。准确称取试样 200 mg~300 mg（精确到 0.1 mg），加入 0.1 mol/L 的盐酸提取溶液 30 mL，用超声波震荡器超声提取 15 min，静置片刻，将上清液过滤至 100mL 容量瓶中，再用 15mL 至 20mL 水重复提取两次，将上清液过滤到上述容量瓶中，定容，摇匀。用移液管精确吸取适量的溶液于烧杯中，加入 50 mL 柠檬酸钠缓冲溶液稀释，使试样中甘氨酸浓度达到 50 nmol/mL~250 nmol/mL，摇匀，过滤或离心，上清液待上机测定。测定按 GB/T 18246-2019 中 3.5.2 的规定执行。

主要生产厂家 13 批次检测结果见表 13，同一批次重复 6 次检测结果见表 14。

表 13 主要生产厂家样品总甘氨酸含量检测

| 序号 | 样品编号         | 总甘氨酸含量 (%) | 平均含量 (%) | 相对偏差 (%) |
|----|--------------|------------|----------|----------|
| 1  | YF2023051801 | 24.22      | 24.2     | 0.02     |
|    |              | 24.23      |          |          |
| 2  | YF2023052001 | 21.81      | 21.8     | 0.09     |
|    |              | 21.77      |          |          |
| 3  | YF2023052301 | 23.34      | 23.4     | 0.15     |
|    |              | 23.41      |          |          |
| 4  | YF2023060102 | 22.27      | 22.3     | 0.25     |
|    |              | 22.38      |          |          |
| 5  | YF2023060501 | 24.37      | 24.4     | 0.12     |
|    |              | 24.43      |          |          |
| 6  | YF2023060502 | 24.19      | 24.2     | 0.12     |
|    |              | 24.25      |          |          |
| 7  | YF2023060503 | 24.37      | 24.4     | 0.10     |
|    |              | 24.42      |          |          |
| 8  | YF2023060504 | 24.37      | 24.3     | 0.29     |
|    |              | 24.23      |          |          |
| 9  | YF2023060801 | 23.55      | 23.6     | 0.08     |
|    |              | 23.59      |          |          |
| 10 | YF2023060802 | 23.9       | 24.0     | 0.21     |
|    |              | 24         |          |          |
| 11 | YF2023060803 | 23.89      | 23.9     | 0.06     |



| 序号 | 样品编号         | 总甘氨酸含量 (%) | 平均含量 (%) | 相对偏差 (%) |
|----|--------------|------------|----------|----------|
|    |              | 23.86      |          |          |
| 12 | YF2023060804 | 23.98      | 24.0     | 0.15     |
|    |              | 23.91      |          |          |
| 13 | YF2023092101 | 26.35      | 26.5     | 0.53     |
|    |              | 26.63      |          |          |

根据以上实验数据，13 批次样品，总甘氨酸含量平均检测结果最低不小于 21.8%，13 批次样品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 0.53%。符合标准中规定的总甘氨酸含量大于等于 21.0%，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%。

表 14 同一批次总甘氨酸重复 6 次精密度检测结果

| 序号       | 检测结果  |
|----------|-------|
| 1        | 23.55 |
| 2        | 23.59 |
| 3        | 23.58 |
| 4        | 23.44 |
| 5        | 23.45 |
| 6        | 23.54 |
| 平均含量 (%) | 23.5  |
| 标准偏差 (%) | 0.06  |

同一批次重复 6 次精密度检测标准偏差不大于 0.06%。精密度良好。

#### 4、凯氏定氮法与氨基酸分析仪法对比

按照凯氏定氮法与氨基酸分析仪法对同一样品进行平行检测，进行检测结果数据对比。对比结果见表 15。

表 15 总甘氨酸检测凯氏定氮法与氨基酸分析仪法对比检测结果

| 序号 | 样品编号         | 方法一    | 方法二    | 相对偏差 (%) |
|----|--------------|--------|--------|----------|
|    |              | 含量 (%) | 含量 (%) | (%)      |
| 1  | YF2023051801 | 24.3   | 24.2   | 0.23     |
| 2  | YF2023052001 | 21.9   | 21.8   | 0.25     |
| 3  | YF2023052301 | 23.8   | 23.4   | 0.95     |
| 4  | YF2023060102 | 22.1   | 22.3   | 0.50     |
| 5  | YF2023060501 | 24.2   | 24.4   | 0.33     |
| 6  | YF2023060502 | 24.3   | 24.2   | 0.10     |
| 7  | YF2023060503 | 24.2   | 24.4   | 0.41     |
| 8  | YF2023060504 | 24.3   | 24.3   | 0.10     |
| 9  | YF2023060801 | 23.8   | 23.6   | 0.40     |
| 10 | YF2023060802 | 24.0   | 24.0   | 0.08     |

| 序号 | 样品编号         | 方法一    | 方法二    | 相对偏差 (%) |
|----|--------------|--------|--------|----------|
|    |              | 含量 (%) | 含量 (%) | (%)      |
| 11 | YF2023060803 | 23.8   | 23.9   | 0.21     |
| 12 | YF2023060804 | 23.9   | 24.0   | 0.21     |
| 13 | YF2023092101 | 26.4   | 26.5   | 0.17     |

总甘氨酸的凯氏定氮法与氨基酸分析仪法对同一样品平行实验结果的相对偏差最大值为 0.95%，符合相对偏差不大于 2% 的要求。两个方法都适用于总甘氨酸的检测分析，且两个方法的检测之间的结果偏差较小。

### (八) 游离氨基酸的测定

#### 1、指标确定

原标准 GB/T 21996-2008 游离甘氨酸指标要求 $\leq 1.5\%$ ，结合市场上甘氨酸亚铁饲料添加剂生产工艺及产品实际检测值，该指标值合理且符合生产使用企业的需求，且在标准修订过程中未接到该指标值修订反馈，因此，沿用原标准，游离氨基酸含量 $\leq 1.50\%$ 。

#### 2、试验方法

由于甘氨酸铁络合物易溶于水，游离甘氨酸的测定应该在非水条件下进行滴定，但原标准中使用的溶剂为 2 mol/L 的冰乙酸溶液，为错误方法。本次修订将使用的溶剂修改为冰乙酸，并在原理描述中增加的滴定终点时溶液的颜色描述。

本次修订对称样量、高氯酸标准滴定溶液的浓度、冰乙酸添加量三个因素对检测结果的影响进行了验证，确定方法为：“平行做两份试验。准确称取试样 0.1 g（精准至 0.0001 g），置于 250 mL 干燥的锥形瓶中，加入 30 mL 冰乙酸溶解，加入 2 滴结晶紫指示剂，用 0.01 mol/L 高氯酸标准滴定溶液滴定至溶液由紫色变为蓝绿色为终点。同法做空白试验”。

#### 3、试验结果

##### (1) 称样量对检测结果的影响

平行做两份试验。分别称取试样 0.1g、0.2g、0.3g（精准至 0.0001 g），置于 250 mL 干燥的锥形瓶中，加入 30 mL 冰乙酸溶解，加入 2 滴结晶紫指示剂，用 0.01mol/L 的高氯酸标准滴定溶液滴定至溶液由紫色变为蓝绿色为终点。同法做空白试验。检测结果如下：

表 16 不同称样量对游离甘氨酸含量检测结果

| 试验序号 | 称样量 (g) | 高氯酸标准滴定溶液浓度 (mol/L) | 检测结果 (%) | 平均值 (%) | 相对偏差 (%) |
|------|---------|---------------------|----------|---------|----------|
| 试验 1 | 0.1     | 0.01049             | 0.359    | 0.36    | 0.70     |
|      | 0.1002  | 0.01049             | 0.354    |         |          |
| 试验 2 | 0.2002  | 0.01049             | 0.355    | 0.35    | 0.71     |
|      | 0.2001  | 0.01049             | 0.35     |         |          |
| 试验 3 | 0.3004  | 0.01049             | 0.341    | 0.34    | 1.19     |
|      | 0.3001  | 0.01049             | 0.333    |         |          |

试验结果表明，称取试样 0.1g、0.2g、0.3g 的检测值相近，相对偏差小，证明不同称样量对检测结果影响不大，称样 0.1 g 能满足试验需求，保证检测结果的准确性。

(2) 高氯酸标准滴定溶液浓度对检测结果的影响

平行做两份试验。分别称取试样 1g、2g、3g（精准至 0.0001 g），置于 250 mL 干燥的锥形瓶中，加入 30 mL 冰乙酸溶解，加入 2 滴结晶紫指示剂，用 0.1mol/L 的高氯酸标准滴定溶液滴定至溶液由紫色变为蓝绿色为终点。同法做空白试验。结果如下：

表 17 0.1mol/L 的高氯酸标准滴定溶液测定的游离甘氨酸含量

| 试验序号 | 称样量 (g) | 高氯酸标准滴定溶液浓度 (mol/L) | 检测结果 (%) | 平均值 (%) | 相对偏差 (%) |
|------|---------|---------------------|----------|---------|----------|
| 试验 1 | 1.0004  | 0.1049              | 0.179    | 0.19    | 3.24     |
|      | 1.0004  | 0.1049              | 0.191    |         |          |
| 试验 2 | 2       | 0.1049              | 0.19     | 0.19    | 2.31     |
|      | 2       | 0.1049              | 0.199    |         |          |
| 试验 3 | 3.0001  | 0.1049              | 0.208    | 0.21    | 0.72     |
|      | 3.0002  | 0.1049              | 0.211    |         |          |

用 0.1mol/L 的高氯酸标准滴定溶液的检测值相比于 0.01mol/L 的高氯酸标准滴定溶液测定的检测值偏低，是由于称样量多，添加的冰乙酸体积不能完全溶解试样中游离甘氨酸，导致结果偏低。因此，为保证检测结果的可靠性，应用 0.01mol/L 的高氯酸标准滴定溶液滴定 0.1g 试样。

(3) 冰乙酸添加量对检测结果的影响

平行做两份试验。分别称取试样 0.1g（精准至 0.0001 g），置于 250 mL 干燥的锥形瓶中，分别加入 30 mL、30 mL、40 mL 冰乙酸溶解，加入 2 滴结晶紫指示剂，用 0.01mol/L 的高氯酸标准滴定溶液滴定至溶液由紫色变为蓝绿色为终

点。同法做空白试验。结果如下：

表 18 不同冰乙酸添加量测定的游离甘氨酸含量结果

| 试验序号 | 称样量<br>(g) | 冰乙酸添加量<br>(mL) | 检测结果 (%) | 平均值 (%) | 相对偏差 (%) |
|------|------------|----------------|----------|---------|----------|
| 试验 1 | 0.1        | 20             | 0.351    | 0.36    | 2.90     |
|      | 0.1001     | 20             | 0.372    |         |          |
| 试验 2 | 0.1001     | 30             | 0.389    | 0.39    | 0.38     |
|      | 0.1        | 30             | 0.392    |         |          |
| 试验 3 | 0.1003     | 40             | 0.381    | 0.39    | 1.30     |
|      | 0.1003     | 40             | 0.391    |         |          |

上述试验表明，加入 20 mL 的冰乙酸相比于加 30 mL 和 40 mL 冰乙酸的检测平均值低 0.03%，添加 30mL 冰乙酸和添加 40 mL 冰乙酸的检测值相近，相对偏差较小，说明添加 30 mL 冰乙酸能完全溶解游离甘氨酸，保证检测值的准确性。

#### (4) 主要生产厂家13批次检测结果

平行做两份试验。准确称取试样0.1 g（精准至0.0001 g），置于250 mL干燥的锥形瓶中，加入30 mL冰乙酸溶解，加入2滴结晶紫指示剂，用0.01 mol/L高氯酸标准滴定溶液滴定至溶液由紫色变为蓝绿色为终点。同法做空白试验。

主要生产厂家 13 批次检测结果见表 19，同一批次重复 6 次精密度检测结果见表 20。

表 19 主要生产厂家样品游离甘氨酸含量检测结果

| 序号 | 样品编号         | 游离甘氨酸含量<br>(%) | 平均含量 (%) | 相对偏差 (%) |
|----|--------------|----------------|----------|----------|
| 1  | YF2023051801 | 0.712          | 0.73     | 2.86     |
|    |              | 0.754          |          |          |
| 2  | YF2023052001 | 0.573          | 0.59     | 3.21     |
|    |              | 0.611          |          |          |
| 3  | YF2023052301 | 0.516          | 0.53     | 3.37     |
|    |              | 0.552          |          |          |
| 4  | YF2023060102 | 0.303          | 0.31     | 1.78     |
|    |              | 0.314          |          |          |
| 5  | YF2023060501 | 0.751          | 0.77     | 2.34     |
|    |              | 0.787          |          |          |
| 6  | YF2023060502 | 0.701          | 0.70     | 0.65     |
|    |              | 0.692          |          |          |
| 7  | YF2023060503 | 0.738          | 0.73     | 1.10     |
|    |              | 0.722          |          |          |
| 8  | YF2023060504 | 0.692          | 0.68     | 1.10     |
|    |              | 0.677          |          |          |

| 序号 | 样品编号         | 游离甘氨酸含量 (%) | 平均含量 (%) | 相对偏差 (%) |
|----|--------------|-------------|----------|----------|
| 9  | YF2023060801 | 0.635       | 0.65     | 2.46     |
|    |              | 0.667       |          |          |
| 10 | YF2023060802 | 0.711       | 0.70     | 2.23     |
|    |              | 0.680       |          |          |
| 11 | YF2023060803 | 0.711       | 0.68     | 4.25     |
|    |              | 0.653       |          |          |
| 12 | YF2023060804 | 0.581       | 0.60     | 3.41     |
|    |              | 0.622       |          |          |
| 13 | YF2023092101 | 1.476       | 1.50     | 1.80     |
|    |              | 1.530       |          |          |

根据以上实验数据，13 批次样品，游离甘氨酸含量平均检测结果最高不大于 1.50%，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 4.25%。因此符合在标准中规定游离甘氨酸含量小于等于 1.50%，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%。

表 20 同一批次游离甘氨酸重复六次精密度检测结果

| 序号       | 检测结果 |
|----------|------|
| 1        | 0.63 |
| 2        | 0.66 |
| 3        | 0.66 |
| 4        | 0.62 |
| 5        | 0.65 |
| 6        | 0.64 |
| 平均含量 (%) | 0.64 |
| 标准偏差 (%) | 0.02 |

同一批次重复六次精密度检测标准偏差不大于 0.02%。精密度良好。

### (九) 甘氨酸铁络合物 (C<sub>4</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>O<sub>22</sub>S<sub>2</sub>Fe<sub>2</sub>)

#### 1、指标确定

原标准 GB/T 21996-2008 甘氨酸铁络合物 (C<sub>4</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>O<sub>22</sub>S<sub>2</sub>Fe<sub>2</sub>) 指标要求 ≥ 90.0%，该指标值合理且符合生产使用企业的需求，在标准修订过程中未接到该指标修订反馈，因此，沿用原标准，甘氨酸铁络合物 (C<sub>4</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>O<sub>22</sub>S<sub>2</sub>Fe<sub>2</sub>) 含量 ≥ 90.0%。

#### 2、计算方法

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和游离甘氨酸之差求得。

### 3、计算结果

主要生产厂家13批次检测结果见表21。

表 21 主要生产厂家样品甘氨酸铁络合物含量计算结果

| 序号 | 样品编号         | 甘氨酸铁络合物含量（%） |
|----|--------------|--------------|
| 1  | YF2023051801 | 99.8         |
| 2  | YF2023052001 | 90.1         |
| 3  | YF2023052301 | 98.5         |
| 4  | YF2023060102 | 92.1         |
| 5  | YF2023060501 | 99.1         |
| 6  | YF2023060502 | 99.3         |
| 7  | YF2023060503 | 99.2         |
| 8  | YF2023060504 | 99.9         |
| 9  | YF2023060801 | 97.9         |
| 10 | YF2023060802 | 98.5         |
| 11 | YF2023060803 | 97.7         |
| 12 | YF2023060804 | 98.1         |
| 13 | YF2023092101 | 105.1        |

根据以上实验数据，13 批次样品，甘氨酸铁络合物（ $C_4H_{30}N_2O_{22}S_2Fe_2$ ）含量结果最低不小于 90.1%，因此符合并在标准中规定的甘氨酸铁络合物（ $C_4H_{30}N_2O_{22}S_2Fe_2$ ）含量大于等于 90.0%。

### （十）干燥失重的检测

#### 1、指标确定

原标准 GB/T 21996-2008 干燥失重的指标要求 $\leq 10.0\%$ ，结合市场上甘氨酸亚铁饲料添加剂生产工艺及产品实际检测值，该指标值合理且符合生产使用企业的需求，因此，本修订沿用原标准，干燥失重的指标要求 $\leq 10.0\%$ 。

#### 2、试验方法

本次修订沿用原标准的 GB/T 21996-2008 中的试验方法，在原试验方法的基础上，验证了试样干燥至恒重的具体时间为 4h，确认试验方法为：平行做两份试验。洁净称样皿，在  $80^{\circ}C \pm 2^{\circ}C$  电热恒温干燥箱中干燥 1 h，取出。在干燥器中冷却 30 min，称重（精确至 0.0001 g），重复烘干 30 min，冷却、称重直至两次重量之差小于 0.0005 g 为恒重。

用已恒重称样皿称取 2 份平行试样，每份 2 g，精确至 0.0001 g，称样皿盖敞开在 80℃±2℃ 电热恒温干燥箱中干燥 4 h 至恒重（以温度达到 80℃ 开始计时，直至两次称重的重量差小于 0.002 g），取出后在干燥器中冷却 30 min，称重。

### 3、试验结果

#### （1）干燥至恒重时间的确定

选择试样水分分别在 6%~7%，7%-8% 和 8%~9% 的三个甘氨酸亚铁样品，按照上述方法测定干燥失重，从干燥两小时开始每小时检测样品干燥失重，记录干燥至恒重时时间。结果如下：

表 22 干燥至恒重时间测定结果

| 试样序号                | 1       | 2       | 3       | 4       | 5       | 6       |
|---------------------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| 称样皿+样品重量(g)         | 22.2127 | 27.2051 | 30.4049 | 28.4765 | 31.5665 | 29.0182 |
| 干燥 2h 的称样皿+样品重量(g)  | 22.0687 | 27.0606 | 30.2252 | 28.2948 | 31.4069 | 28.8571 |
| 干燥 2h 的失重(g)        | 0.144   | 0.1445  | 0.1797  | 0.1817  | 0.1596  | 0.1611  |
| 干燥 3h 的称样皿+样品重量(g)  | 22.0679 | 27.0594 | 30.2244 | 28.2938 | 31.4048 | 28.8546 |
| 干燥 2h 至 3h 的失重差值(g) | 0.0008  | 0.0012  | 0.0008  | 0.001   | 0.0021  | 0.0025  |
| 干燥 4h 的称样皿+样品重量(g)  |         |         |         |         | 31.4046 | 28.8542 |
| 干燥 3h 至 4h 的失重差值(g) |         |         |         |         | 0.0002  | 0.0004  |
| 恒重时干燥失重 (%)         | 6.96    | 7.01    | 7.85    | 7.79    | 8.82    | 8.88    |

上述结果表明，水分含量在 8% 以下的甘氨酸亚铁样品，干燥至恒重时间为 3h，水分在 8% 以上甘氨酸亚铁样品干燥至恒重的时间为 4h。因此，确定干燥失重测定方法中干燥至恒重时间为 4h。

#### （2）主要生产厂家 13 批次检测结果，见表 23。

表 23 主要生产厂家样品干燥失重检测结果

| 序号 | 样品编号         | 干燥失重 (%) | 平均失重 (%) | 相对偏差 (%) |
|----|--------------|----------|----------|----------|
| 1  | YF2023051801 | 6.66     | 6.8      | 1.55     |
|    |              | 6.87     |          |          |
| 2  | YF2023052001 | 4.91     | 5.0      | 2.00     |
|    |              | 5.11     |          |          |
| 3  | YF2023052301 | 7.50     | 7.6      | 1.32     |
|    |              | 7.70     |          |          |
| 4  | YF2023060102 | 5.68     | 5.6      | 1.43     |
|    |              | 5.52     |          |          |
| 5  | YF2023060501 | 6.37     | 6.3      | 1.11     |

| 序号 | 样品编号         | 干燥失重 (%) | 平均失重 (%) | 相对偏差 (%) |
|----|--------------|----------|----------|----------|
|    |              | 6.23     |          |          |
| 6  | YF2023060502 | 6.29     | 6.3      | 0.23     |
|    |              | 6.32     |          |          |
| 7  | YF2023060503 | 6.09     | 6.0      | 1.42     |
|    |              | 5.92     |          |          |
| 8  | YF2023060504 | 5.20     | 5.1      | 2.16     |
|    |              | 4.98     |          |          |
| 9  | YF2023060801 | 7.81     | 7.7      | 1.36     |
|    |              | 7.60     |          |          |
| 10 | YF2023060802 | 7.58     | 7.5      | 1.13     |
|    |              | 7.41     |          |          |
| 11 | YF2023060803 | 7.51     | 7.5      | 0.81     |
|    |              | 7.39     |          |          |
| 12 | YF2023060804 | 8.21     | 8.1      | 1.42     |
|    |              | 7.98     |          |          |
| 13 | YF2023092101 | 0.30     | 0.3      | 1.52     |
|    |              | 0.29     |          |          |

根据以上实验数据，13 批次样品，干燥失重结果最低不大于 8.21%，因此符合并在标准中规定干燥失重小于等于 10%。13 批次样品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 2.16%。符合标准中规定的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%。

### (十一) 粒度检验

#### 1、指标确定

原标准 GB/T 21996-2008 粒度（孔径 0.84 mm 试验筛通过率）的指标要求  $\geq 95.0\%$ ，该指标值符合甘氨酸亚铁饲料添加剂产品生产工艺要求及生产使用企业的需求，在标准修订过程中未接到该指标修订反馈，因此，本修订沿用原标准，粒度（孔径 0.84 mm 试验筛通过率） $\geq 95.0\%$ 。

#### 2、试验方法

按 GB/T 5917.1 的规定执行。

#### 3、试验结果

主要生产厂家 13 批次检测结果，见表 24。

表 24 主要生产厂家样品粒度检测结果

| 序号 | 样品编号         | 粒度(孔径 0.84mm 试验筛通过率)/% |
|----|--------------|------------------------|
| 1  | YF2023051801 | 100%                   |
| 2  | YF2023052001 | 100%                   |



| 序号 | 样品编号         | 粒度(孔径 0.84mm 试验筛通过率)/% |
|----|--------------|------------------------|
| 3  | YF2023052301 | 100%                   |
| 4  | YF2023060102 | 100%                   |
| 5  | YF2023060501 | 100%                   |
| 6  | YF2023060502 | 100%                   |
| 7  | YF2023060503 | 100%                   |
| 8  | YF2023060504 | 100%                   |
| 9  | YF2023060801 | 100%                   |
| 10 | YF2023060802 | 100%                   |
| 11 | YF2023060803 | 100%                   |
| 12 | YF2023060804 | 100%                   |
| 13 | YF2023092101 | 100%                   |

根据以上实验数据，13 批次样品，孔径 0.84mm 试验筛通过率都为 100%，考虑到各厂家生产工艺和对产品粒度要求的差异，将粒度（孔径 0.84mm 试验筛通过率）指标规定为 $\geq 95\%$ 。

## （十二） 总砷

### 1、 指标确定

本次修订总砷指标保持不变。原国家标准 GB/T 21996-2008 中总砷指标为 $\leq 0.0005\%$ 、欧盟标准总砷指标为 $\leq 30\%$ ，美国标准总砷指标为 $\leq 50\%$ ，结合国内生产厂家寄送样品及各生产使用厂家近一年检测数据，见表 25，因此将总砷指标规定为 $\leq 5 \text{ mg/kg}$ 。

表 25 总砷国外先进指标及产品实测数据

| 总砷          | 欧盟标准      | 美国标准      | 原标准      | 本次修订后标准  | 近一年生产使用厂家样品数据 |
|-------------|-----------|-----------|----------|----------|---------------|
| 指标值 (mg/kg) | $\leq 30$ | $\leq 50$ | $\leq 5$ | $\leq 5$ | 0.22~0.53     |

### 2、 试验方法

按 GB/T 13079 《饲料中总砷的测定》的规定执行。

### 3、 试验结果

平行做两份试验。准确称取试样 0.5 g（精确至 0.0001 g），按照 GB/T 13079—2022 的规定测定样品。检测结果见表 26。

表 26 主要生产厂家样品总砷检测结果

| 序号 | 样品编号         | 砷 (mg/kg) |
|----|--------------|-----------|
| 1  | YF2023051801 | 0.39      |
| 2  | YF2023052001 | 0.45      |

| 序号 | 样品编号         | 砷 (mg/kg) |
|----|--------------|-----------|
| 3  | YF2023052301 | 0.48      |
| 4  | YF2023060102 | 0.57      |
| 5  | YF2023060501 | 0.40      |
| 6  | YF2023060502 | 0.53      |
| 7  | YF2023060503 | 0.37      |
| 8  | YF2023060504 | 0.55      |
| 9  | YF2023060801 | 0.39      |
| 10 | YF2023060802 | 0.54      |
| 11 | YF2023060803 | 0.32      |
| 12 | YF2023060804 | 0.40      |
| 13 | YF2023092101 | 0.40      |

对本次收集到的所有样品进行检测，均符合总砷含量 $\leq 5\text{mg/kg}$ 的要求。

### (十三) 铅

#### 1、指标确定

原国家标准 GB/T 21996-2008 中铅指标为 $\leq 0.002\%$ 、欧盟标准铅指标为 $\leq 100\%$ ，美国标准铅指标为 $\leq 50\%$ ，结合本次标准修订过程中征集的意见及各厂家的样品实测数据（铅的范围为 $0.55\sim 2.38\text{mg/kg}$ ），国内生产厂家寄送样品及各生产使用厂家近 1 年检测数据，铅的含量为 $0.44\sim 2.71\text{mg/kg}$ ，因此，将铅指标由原标准的“ $\leq 20\text{ mg/kg}$ ”收窄至“ $\leq 10\text{ mg/kg}$ ”。

表 27 铅国外先进指标及产品实测数据

| 铅           | 欧盟标准       | 美国标准      | 原标准       | 本次修订后标准   | 近一年生产使用厂家样品数据   |
|-------------|------------|-----------|-----------|-----------|-----------------|
| 指标值 (mg/kg) | $\leq 100$ | $\leq 50$ | $\leq 20$ | $\leq 10$ | $0.44\sim 2.71$ |

#### 2、试验方法

按照 GB/T 13080《饲料中铅的测定 原子吸收光谱法》的规定执行。

#### 3、试验结果

平行做两份试验。准确称取试样 5 g（精确至 0.0001 g），按照 GB/T 13080—2018 的规定测定样品。检测结果见表 28。

表 28 主要生产厂家样品铅检测结果

| 序号 | 样品编号         | 铅 (mg/kg) |
|----|--------------|-----------|
| 1  | YF2023051801 | 1.76      |
| 2  | YF2023052001 | 1.35      |

| 序号 | 样品编号         | 铅 (mg/kg) |
|----|--------------|-----------|
| 3  | YF2023052301 | 0.55      |
| 4  | YF2023060102 | 0.88      |
| 5  | YF2023060501 | 1.15      |
| 6  | YF2023060502 | 0.76      |
| 7  | YF2023060503 | 1.80      |
| 8  | YF2023060504 | 1.34      |
| 9  | YF2023060801 | 1.38      |
| 10 | YF2023060802 | 1.82      |
| 11 | YF2023060803 | 0.67      |
| 12 | YF2023060804 | 1.21      |
| 13 | YF2023092101 | 2.38      |

对本次收集到的所有样品进行检测，均符合铅含量 $\leq 10\text{mg/kg}$ 的要求。

#### (十四) 镉

##### 1、指标确定

本次标准修订新增镉指标。镉为饲料卫生标准的重要指标，行业内相关饲料添加剂等产品都有设立对应的镉指标，甘氨酸铁络合物的原料之一的硫酸亚铁对应的国家标准 GB 34465 有设立镉指标 ( $\leq 3\text{mg/kg}$ )，作为使用该原料合成产品，同样需要设立镉卫生指标。欧盟标准和美国标准镉指标均为 $\leq 10\text{mg/kg}$ ，国内生产厂家寄送样品均未检测出镉，各生产使用厂家近 1 年检测数据显示，大部分产品未检出镉，个别产品镉含量低于  $1\text{mg/kg}$ ，考虑到各厂家使用的原料差异性，本次标准修订将镉指标规定为 $\leq 5\text{mg/kg}$ 。

表 29 镉国外先进指标及产品实测数据

| 镉           | 欧盟标准      | 美国标准      | 原标准 | 本次修订后标准  | 近一年生产使用厂家样品数据 |
|-------------|-----------|-----------|-----|----------|---------------|
| 指标值 (mg/kg) | $\leq 10$ | $\leq 10$ | 无   | $\leq 5$ | 0~0.92        |

##### 2、试验方法

按 GB/T 13082 《饲料中镉的测定》的规定执行。

##### 3、试验结果

按 GB/T 13082 的规定测定样品。检测结果见表 30。

表 30 主要生产厂家样品镉检测结果

| 序号 | 样品编号         | 镉 (mg/kg) |
|----|--------------|-----------|
| 1  | YF2023051801 | 未检出       |

| 序号 | 样品编号         | 镉 (mg/kg) |
|----|--------------|-----------|
| 2  | YF2023052001 | 未检出       |
| 3  | YF2023052301 | 未检出       |
| 4  | YF2023060102 | 未检出       |
| 5  | YF2023060501 | 未检出       |
| 6  | YF2023060502 | 未检出       |
| 7  | YF2023060503 | 未检出       |
| 8  | YF2023060504 | 未检出       |
| 9  | YF2023060801 | 未检出       |
| 10 | YF2023060802 | 未检出       |
| 11 | YF2023060803 | 未检出       |
| 12 | YF2023060804 | 未检出       |
| 13 | YF2023092101 | 未检出       |

对本次收集到的所有样品进行检测，均符合镉含量 $\leq 5\text{mg/kg}$ 的要求。

## （十五）汞

### 1、指标确定

本次标准修订新增镉指标。汞为饲料卫生标准的重要指标，行业内相关饲料添加剂等产品都有设立对应的汞指标，欧盟标准汞指标为 $\leq 0.1\text{mg/kg}$ ，美国标准汞指标为 $\leq 0.2\text{mg/kg}$ ，通过调研，部分甘氨酸铁络合物的部分原料可能引入汞。根据产品的主要生产厂家的样品实测数据，汞的范围在 $0\sim 0.17\text{mg/kg}$ （大部分样品检测结果为：未检出），主要生产厂家近一年卫生指标汞 $0\sim 0.21\text{mg/kg}$ ，及参考 GB 13078《饲料卫生标准》中对石粉、矿物质饲料原料、其他矿物质饲料原料的饲料添加剂国家标准汞指标为 $\leq 2\text{mg/kg}$ ，同时对所有收集样品的汞进行检测，均符合 $\leq 0.2\text{mg/kg}$ 的要求。

因此，本标准修订，设立饲料添加剂甘氨酸铁络合物的汞为 $\leq 0.2\text{mg/kg}$ 。

表 31 汞国外先进指标及产品实测数据

| 汞           | 欧盟标准       | 美国标准       | 原标准 | 本次修订后标准    | 主要生产厂家近一年                |
|-------------|------------|------------|-----|------------|--------------------------|
| 指标值 (mg/kg) | $\leq 0.1$ | $\leq 0.2$ | 无   | $\leq 0.2$ | $0\sim 0.21\text{mg/kg}$ |

### 2、试验方法

按 GB/T 13081《饲料中汞的测定》的规定执行。

### 3、试验结果

按 GB/T 13081 的规定测定样品。检测结果见表 32。

表 32 主要生产厂家样品汞检测结果

| 序号 | 样品编号         | 汞 (mg/kg) |
|----|--------------|-----------|
| 1  | YF2023051801 | 未检出       |
| 2  | YF2023052001 | 0.17      |
| 3  | YF2023052301 | 未检出       |
| 4  | YF2023060102 | 未检出       |
| 5  | YF2023060501 | 未检出       |
| 6  | YF2023060502 | 未检出       |
| 7  | YF2023060503 | 未检出       |
| 8  | YF2023060504 | 未检出       |
| 9  | YF2023060801 | 未检出       |
| 10 | YF2023060802 | 未检出       |
| 11 | YF2023060803 | 未检出       |
| 12 | YF2023060804 | 未检出       |
| 13 | YF2023092101 | 未检出       |

对本次收集到的所有样品进行检测，均符合汞含量 $\leq 0.2\text{mg/kg}$ 的要求。

#### （十六） 保质期

各生产企业生产工艺存在部分差异，同样包装材料和包装方式同样存在差异，对于产品的保质期同样存在差异。对主要生产企业的企业标准进行调研，保质期存在12个月至24个月多种保质期设立。考虑本次标准修订后由原推荐性标准变为强制性国家标准，考虑适用性，因此本次标准修订不规定固定的保质期期限。

因此将原标准“饲料添加剂甘氨酸铁络合物在符合本标准包装、运输和贮存条件下，该产品从生产之日起保质期为24个月”修订为“未开启包装的产品，在规定的运输、贮存条件下，产品保质期与标签中标明的保质期一致”

#### （十七） 试验结果汇总分析

按照2023年5月23日启动会专家意见，起草组收集国内甘氨酸铁络合物主要生产厂家的13批次样品检测含量，考虑到国内实验室普遍所具备的检测条件及方法的检测误差，实验结果统计见附表3。

主要生产厂家的13批次样品中二价铁含量均大于17.0%，三价铁含量均不高于0.50%，总甘氨酸含量均大于21.0%，游离甘氨酸含量不高于1.50%，干燥失重不高于10%，根据以上检测结果，确定二价铁含量为大于等于17.0%，三价铁含量小于等于0.50%，总甘氨酸含量大于等于21.0%，游离甘氨酸含量小于等于1.50%，干燥失重小于等于10%，粒度(孔径0.84mm试验筛通过率)大于等于95%。

国内主要生产厂家都能达到标准中规定的技术指标的要求。卫生指标符合设定值。标准修订后，可更好规范市场流通，避免贸易壁垒，减少贸易纠纷，促进产业健康发展。

#### **四、与有关法律、行政法规和其他强制性标准的关系，配套推荐性标准的制定情况**

本标准所涉及的引用标准均为本行业现行有效的饲料添加剂国家标准及行业标准，强制性标准有GB 10648《饲料标签》，其余均为推荐性标准。本标准与其它现行法律、法规、规章保持一致。

#### **五、与国际标准化组织、其他国家或者地区有关法律法规和标准的比对分析**

本标准技术水平达到国际同类产品先进水平。

本标准测定方法中涉及有国标通则的，都采用通则测定。

对比表见附表 1、附表 2。

#### **六、重大分歧意见的处理经过和依据**

在标准的修订中没有产生重大分歧意见。

#### **七、贯彻标准的要求和措施建议（包括组织实施、技术措施、过渡办法、实施日期等）**

建议按照强制性国家标准管理办法设置自发布日期至实施日期的过渡期，并在过渡期期间，对已生产产品库存销售和已经印刷的包装材料消耗；产品标签重新根据标准进行修改设计印刷，并与供应商沟通确认；与下游客户沟通修改质量规格协议，修订相关的合同内容；根据企业情况评估是否需要购进或改进技术装备、检测手段等，以配合产品的质量达标或相关检测。整个改造过程完成，需要 6 个月左右时间。

#### **八、与实施强制性国家标准有关的政策措施**

根据《强制性国家标准管理办法》第九条，县级以上人民政府标准化行政主管部门和有关行政主管部门依据法定职责，对强制性国家标准的实施进行监督检查。根据《饲料和饲料添加剂管理条例》第三条规定，国务院农业行政主管部门

负责全国饲料、饲料添加剂的监督管理工作。县级以上地方人民政府负责饲料、饲料添加剂管理的部门（以下简称饲料管理部门），负责本行政区域饲料、饲料添加剂的监督管理工作。第四条，县级以上地方人民政府统一领导本行政区域饲料、饲料添加剂的监督管理工作，建立健全监督管理机制，保障监督管理工作的开展。

违反该强制性国家标准的行为，依据第609号国务院令《饲料和饲料添加剂管理条例》、农业农村部公告第2625号《饲料添加剂安全使用规范》、主席令2000年第33号《中华人民共和国产品质量法》和主席令第11号《中华人民共和国标准化法》等相关法律法规相关条款进行处理。

## 九、是否需要对外通报的建议及理由

国外市场流通的饲料添加剂甘氨酸铁络合物产品，有来自国内企业生产的产品，按照世界贸易组织（WTO）的 TBT 规则，为保证产品公正、公平进行贸易，同时依据《强制性国家标准管理办法》要求，建议对外通报。

## 十、废止现行有关标准的建议

建议自本标准实施起废止国家标准 GB/T 21996-2008《饲料添加剂 甘氨酸铁络合物》。

## 十一、涉及专利的有关说明专利说明

经检索，本标准不涉及专利。

## 十二、强制性国家标准所涉及的产品、过程或者服务目录

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，经化学合成而成的饲料添加剂甘氨酸铁络合物产品。

## 十三、其它应予说明的事项

为控制饲料添加剂强制性国家标准数量，规范标准名称，2019年，全国饲

料工业标准化技术委员会以《关于报送饲料添加剂产品强制性标准分类原则和编号方法建议的函》（全饲标【2019】16号）文件的形式向市场监管总局标准技术管理司建议饲料添加剂强制性标准按GB 7300饲料添加剂产品系列标准进行编号。截止2021年年底，我国已经发布GB 7300系列强制性国家标准24项，本标准名称是参照此文件对标准名称进行了编辑性修改，确定标准名称为：“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”。



附表 1：国内外标准技术指标对比表

| 项目   | 标准 | 原国家标准<br>GBT 21996-2008 | 欧盟标准 | 美国标准 | 企业标准<br>Q/OKKW008-2<br>021 | 企业标准<br>Q/70920556-4<br>54-2022 | 企业标准<br>Q/ZWE<br>018-2019 | 本次修订确定<br>指标 |
|--|----|-------------------------|------|------|----------------------------|---------------------------------|---------------------------|--------------|
| 甘氨酸铁络合物(C <sub>4</sub> H <sub>30</sub> N <sub>2</sub> O <sub>22</sub> S <sub>2</sub> Fe <sub>2</sub> )/(%) |    | ≥90                     | —    | —    | —                          | ≥90                             | —                         | ≥90.0        |
| 二价铁(以Fe <sup>2+</sup> 计) / (%)   |    | ≥17                     | ≥15  | ≥15  | ≥17                        | ≥17                             | ≥15                       | ≥17.0        |
| 三价铁(以 Fe <sup>3+</sup> 计) / (%)  |    | ≤0.5                    | —    | —    | ≤0.5                       | ≤0.5                            | ≤2                        | ≤0.50        |
| 总甘氨酸/ (%)  |    | ≥21                     | —    | —    | ≥21                        | ≥21                             | ≥40                       | ≥21.0        |
| 游离甘氨酸/ (%)   |    | ≤1.50                   | —    | —    | ≤1.5                       | ≤1.5                            | ≤5                        | ≤1.50        |
| 干燥失重/ (%)  |    | ≤10                     | ≤10  | —    | ≤10                        | ≤10                             | ≤10                       | ≤10.0        |
| 粒度(孔径 0.84mm 试验筛通过率)/ (%)  |    | ≤95                     | —    | —    | ≤95                        | ≤95                             | ≤95                       | ≤95.0        |
| 总砷 (以As计) / (mg/kg)  |    | ≤5                      | ≤30  | ≤50  | ≤5                         | ≤5                              | ≤5                        | ≤5.0         |
| 铅 (以Pb计) / (mg/kg)   |    | ≤20                     | ≤100 | ≤50  | ≤10.0                      | ≤10.0                           | ≤10.0                     | ≤20.0        |
| 镉 (以Cd计) / (mg/kg)   |    | —                       | ≤10  | ≤10  | ≤5.0                       | ≤5.0                            | —                         | ≤5.0         |
| 汞 (以Hg计) / (mg/kg)   |    | —                       | ≤0.1 | ≤0.2 | —                          | —                               | —                         | ≤0.2         |

附表 2：国内外标准试验方法对比表

| 项目 \ 标准                   | 原国家标准<br>GBT 21996-2008 | 欧盟标准             | 美国标准             | 企业标准<br>Q/OKKW008-2021 | 企业标准<br>Q/70920556-4·54-2<br>022 | 企业标准 Q/ZWE<br>018-2019 | 本次修订           |
|---------------------------|-------------------------|------------------|------------------|------------------------|----------------------------------|------------------------|----------------|
| 甘氨酸铁络合物含量                 | 总甘氨酸含量减去<br>游离甘氨酸含量     | ---              | ---              | ---                    |                                  | ---                    | 总甘氨酸和游离甘氨酸之差求得 |
| 二价铁离子鉴别                   | ---                     | ---              | ---              |                        |                                  | ---                    | 铁氰化钾显色法        |
| 甘氨酸鉴别                     | ---                     | ---              | ---              |                        |                                  | ---                    | 茚三酮反应和亚硝基试验    |
| 二价铁(以Fe <sup>2+</sup> 计)  | 硫酸铈滴定法                  | ---              | ---              |                        |                                  | 硫酸铈滴定法                 | 硫酸铈滴定法         |
| 三价铁(以 Fe <sup>3+</sup> 计) | 碘量法                     | ---              | ---              |                        |                                  | 碘量法                    | 碘量法            |
| 总甘氨酸                      | 凯氏定氮法                   | ---              | ---              |                        |                                  | 凯氏定氮法                  | 凯氏定氮法和氨基酸分析仪法  |
| 游离甘氨酸                     | 滴定法                     | ---              | ---              |                        |                                  | 高氯酸滴定法                 | 高氯酸滴定法         |
| 干燥失重                      | 重量法                     | ---              | ---              |                        |                                  | 恒温干燥法                  | 恒温干燥法          |
| 粒度(孔径 0.84mm 试验筛通过率)      | 试验筛                     | ---              | ---              |                        |                                  | 试验筛法                   | 试验筛法           |
| 总砷(以As计)                  | 原子吸收                    | 比色法              | 比色法              |                        |                                  | 原子吸收                   | 原子吸收           |
| 铅(以Pb计)                   | 原子吸收                    | 比色法              | 比色法              |                        |                                  | 原子吸收                   | 原子吸收           |
| 镉(以Cd计)                   | ---                     | 比色法              | 比色法              |                        |                                  | ---                    | 原子吸收           |
| 汞(以Hg计)                   | ---                     | 原子荧光光谱法<br>(AFS) | 原子荧光光谱法<br>(AFS) |                        |                                  | ---                    | 原子荧光光谱法、冷原子吸收  |

附表 3：各生产企业甘氨酸铁络合物检测数据

| 厂家                              | 广东新晶和生物科技有限公司 | 成都蜀星饲料有限公司   | 四川吉隆达生物科技集团有限公司 | 湖南德邦生物科技股份有限公司 | 长沙兴嘉生物工程股份有限公司 |              |              |              | 昕嘉生物技术（长沙）有限公司 |              |              |              | 南宁市泽威尔饲料有限责任公司 |
|---------------------------------|---------------|--------------|-----------------|----------------|----------------|--------------|--------------|--------------|----------------|--------------|--------------|--------------|----------------|
| 样品编号                            | YF2023051801  | YF2023052001 | YF2023052301    | YF2023060102   | YF2023060501   | YF2023060502 | YF2023060503 | YF2023060504 | YF2023060801   | YF2023060802 | YF2023060803 | YF2023060804 | YF2023092101   |
| 项目                              |               |              |                 |                |                |              |              |              |                |              |              |              |                |
| 二价铁离子的鉴别                        | 深蓝色           | 深蓝色          | 深蓝色             | 深蓝色            | 深蓝色            | 深蓝色          | 深蓝色          | 深蓝色          | 深蓝色            | 深蓝色          | 深蓝色          | 深蓝色          | 深蓝色            |
| 甘氨酸的鉴别                          | 紫色            | 紫色           | 紫色              | 紫色             | 紫色             | 紫色           | 紫色           | 紫色           | 紫色             | 紫色           | 紫色           | 紫色           | 紫色             |
| 甘氨酸铁络合物 / (%)                   | 99.81         | 90.08        | 98.50           | 92.11          | 99.05          | 99.34        | 99.21        | 99.85        | 97.86          | 98.54        | 97.74        | 98.07        | 105.12         |
| 铁(以 Fe <sup>2+</sup> 计)/(%)     | 17.7          | 18.7         | 17.7            | 17.4           | 17.7           | 17.9         | 17.8         | 17.8         | 17.9           | 17.8         | 17.9         | 17.8         | 18.56          |
| 三价铁(以 Fe <sup>3+</sup> 计) / (%) | 0.16          | 0.09         | 0.07            | 0.12           | 0.19           | 0.15         | 0.17         | 0.18         | 0.16           | 0.12         | 0.18         | 0.16         | 0.55           |
| 总甘氨酸 / (%)                      | 24.34         | 21.9         | 23.83           | 22.11          | 24.2           | 24.2         | 24.20        | 24.3         | 23.8           | 24.0         | 23.8         | 23.8         | 26.39          |
| 游离甘氨酸 / (%)                     | 0.73          | 0.59         | 0.53            | 0.31           | 0.77           | 0.7          | 0.73         | 0.68         | 0.65           | 0.69         | 0.68         | 0.6          | 1.50           |
| 干燥失重 / (%)                      | 6.8           | 5.0          | 7.6             | 5.6            | 6.3            | 6.4          | 6.0          | 5.1          | 7.7            | 7.5          | 7.4          | 8.1          | 0.28           |

附表 3（续）：各生产企业甘氨酸铁络合物检测数据

| 厂家                        | 广东新晶和生物科技有限公司 | 成都蜀星饲料有限公司   | 四川吉隆达生物科技集团有限公司 | 湖南德邦生物科技股份有限公司 | 长沙兴嘉生物工程股份有限公司 |              |              |              | 昕嘉生物技术（长沙）有限公司 |              |              |              | 南宁市泽威尔饲料有限责任公司 |
|---------------------------|---------------|--------------|-----------------|----------------|----------------|--------------|--------------|--------------|----------------|--------------|--------------|--------------|----------------|
| 样品编号                      | YF2023051801  | YF2023052001 | YF2023052301    | YF2023060102   | YF2023060501   | YF2023060502 | YF2023060503 | YF2023060504 | YF2023060801   | YF2023060802 | YF2023060803 | YF2023060804 | YF2023092101   |
| 项目                        |               |              |                 |                |                |              |              |              |                |              |              |              |                |
| 粒度（孔径 0.84 mm 试验筛通过率）/（%） | 100           | 100          | 100             | 100            | 100            | 100          | 100          | 100          | 100            | 100          | 100          | 100          | 100            |
| 总砷（以As计）/（mg/kg）          | 0.39          | 0.45         | 0.48            | 0.57           | 0.40           | 0.53         | 0.37         | 0.55         | 0.39           | 0.54         | 0.32         | 0.40         | 0.40           |
| 铅（以Pb计）/（mg/kg）           | 1.76          | 1.35         | 0.55            | 0.88           | 1.15           | 0.76         | 1.8          | 1.34         | 1.38           | 1.82         | 0.67         | 1.21         | 2.38           |
| 镉（以Cd计）/（mg/kg）           | 未检出           | 未检出          | 未检出             | 未检出            | 未检出            | 未检出          | 未检出          | 未检出          | 未检出            | 未检出          | 未检出          | 未检出          | 未检出            |
| 汞（以Hg计）/（mg/kg）           | 未检出           | 0.17         | 未检出             | 未检出            | 未检出            | 未检出          | 未检出          | 未检出          | 未检出            | 未检出          | 未检出          | 未检出          | 未检出            |

附表 4：生产企业 A 甘氨酸铁 3 个月质量报表

| 编号       | 甘氨酸铁络合物<br>( $C_4H_{30}N_2O_{22}S_2$<br>$Fe_2$ ) / (%) | 二价铁(以<br>$Fe^{2+}$ 计)/ (%) | 三价铁(以<br>$Fe^{3+}$ 计)/ (%) | 总甘氨酸<br>/ (%) | 游离甘氨酸/<br>(%) | 干燥失<br>重/ (%) | 粒度 (孔径<br>0.84mm 试验筛<br>通过率) / (%) | 总砷 (以 As<br>计)/(mg/kg) | 铅(以 Pb 计)<br>/ (mg/kg) | 镉(以 Cd 计)<br>/ (mg/kg) | 汞(以 Hg 计)<br>/ (mg/kg) |
|----------|--|----------------------------|----------------------------|---------------|---------------|---------------|------------------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|
| 20230601 | 98.07  | 18.08                      | 0.06                       | 23.87         | 0.67          | 6.61          | 100.00                             | 0.53                   | 1.89                   | 0.92                   | 未检出                    |
| 20230602 | 99.89  | 17.86                      | 0.21                       | 24.03         | 0.40          | 6.80          | 100.00                             | 0.33                   | 1.52                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230603 | 99.89  | 17.80                      | 0.12                       | 24.29         | 0.66          | 6.03          | 100.00                             | 0.33                   | 2.40                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230604 | 99.38  | 18.13                      | 0.23                       | 24.22         | 0.71          | 4.38          | 100.00                             | 0.39                   | 1.66                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230605 | 99.98  | 18.48                      | 0.23                       | 24.14         | 0.49          | 3.23          | 100.00                             | 0.39                   | 1.02                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230606 | 99.81  | 18.39                      | 0.22                       | 24.16         | 0.55          | 2.84          | 100.00                             | 0.32                   | 1.08                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230607 | 99.30  | 18.31                      | 0.23                       | 23.98         | 0.49          | 4.82          | 100.00                             | 0.38                   | 0.97                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230608 | 99.55  | 18.21                      | 0.36                       | 24.10         | 0.55          | 2.23          | 100.00                             | 0.32                   | 1.65                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230609 | 99.68  | 18.27                      | 0.22                       | 24.03         | 0.45          | 4.57          | 100.00                             | 0.51                   | 1.32                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230610 | 98.16  | 17.54                      | 0.35                       | 23.67         | 0.45          | 8.28          | 100.00                             | 0.39                   | 0.69                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230701 | 98.58  | 18.18                      | 0.11                       | 23.69         | 0.37          | 5.46          | 100.00                             | 0.39                   | 0.44                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230702 | 98.71  | 17.61                      | 0.11                       | 24.14         | 0.79          | 8.75          | 100.00                             | 0.39                   | 1.74                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230703 | 99.89  | 17.84                      | 0.08                       | 24.25         | 0.62          | 7.47          | 100.00                             | 0.39                   | 0.64                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230704 | 98.12  | 17.50                      | 0.22                       | 23.96         | 0.75          | 8.32          | 100.00                             | 0.33                   | 0.77                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230705 | 98.62  | 17.76                      | 0.24                       | 23.84         | 0.51          | 8.65          | 100.00                             | 0.33                   | 2.13                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230706 | 98.12  | 17.99                      | 0.26                       | 23.72         | 0.51          | 7.59          | 100.00                             | 0.39                   | 1.25                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230707 | 98.24  | 17.58                      | 0.07                       | 23.86         | 0.62          | 8.71          | 100.00                             | 0.33                   | 1.21                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230708 | 98.62  | 17.53                      | 0.13                       | 23.77         | 0.44          | 8.97          | 100.00                             | 0.33                   | 1.89                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230709 | 98.33  | 17.63                      | 0.07                       | 23.93         | 0.67          | 9.14          | 100.00                             | 0.33                   | 1.20                   | 未检出                    | 未检出                    |

附表 4（续）：生产企业 A 甘氨酸铁 3 个月质量报表

| 编号       | 甘氨酸铁络合物<br>( $C_4H_{30}N_2O_{22}S_2$<br>$Fe_2$ ) / (%) | 二价铁(以<br>$Fe^{2+}$ 计)/ (%) | 三价铁(以<br>$Fe^{3+}$ 计)/ (%) | 总甘氨酸<br>/ (%) | 游离甘氨酸/<br>(%) | 干燥失<br>重/ (%) | 粒度 (孔径<br>0.84mm 试验筛<br>通过率) / (%) | 总砷 (以 As<br>计)/(mg/kg) | 铅(以 Pb 计)<br>/ (mg/kg) | 镉(以 Cd 计)<br>/ (mg/kg) | 汞(以 Hg 计)<br>/ (mg/kg) |
|----------|--|----------------------------|----------------------------|---------------|---------------|---------------|------------------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|
| 20230710 | 98.71  | 17.55                      | 0.13                       | 23.88         | 0.53          | 9.28          | 100.00                             | 0.40                   | 1.20                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230801 | 98.54  | 17.72                      | 0.11                       | 23.96         | 0.65          | 9.79          | 100.00                             | 0.33                   | 1.98                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230802 | 98.33  | 17.90                      | 0.24                       | 23.85         | 0.59          | 6.45          | 100.00                             | 0.38                   | 1.01                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230803 | 98.71  | 17.65                      | 0.12                       | 23.96         | 0.61          | 9.12          | 100.00                             | 0.31                   | 1.98                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230804 | 98.07  | 17.91                      | 0.20                       | 23.86         | 0.66          | 7.86          | 100.00                             | 0.36                   | 1.54                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230805 | 98.41  | 17.65                      | 0.21                       | 23.92         | 0.64          | 6.28          | 100.00                             | 0.31                   | 1.79                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230806 | 98.33  | 17.71                      | 0.27                       | 23.99         | 0.73          | 7.94          | 100.00                             | 0.33                   | 1.28                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230807 | 99.00  | 17.80                      | 0.27                       | 24.01         | 0.59          | 8.21          | 100.00                             | 0.36                   | 1.73                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230808 | 98.96  | 17.66                      | 0.23                       | 23.95         | 0.54          | 8.64          | 100.00                             | 0.33                   | 1.52                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230809 | 98.54  | 17.78                      | 0.26                       | 23.84         | 0.53          | 9.96          | 100.00                             | 0.30                   | 1.58                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230810 | 98.58  | 17.96                      | 0.13                       | 23.89         | 0.57          | 8.18          | 100.00                             | 0.40                   | 1.99                   | 未检出                    | 未检出                    |

附表 5：生产企业 B 甘氨酸铁 3 个月质量报表

| 编号       | 甘氨酸铁络合物<br>( $C_4H_{30}N_2O_{22}S_2$<br>$Fe_2$ ) / (%) | 二价铁(以<br>$Fe^{2+}$ 计)/ (%) | 三价铁(以<br>$Fe^{3+}$ 计)/ (%) | 总甘氨酸<br>/ (%) | 游离甘氨酸/<br>(%) | 干燥失<br>重/ (%) | 粒度 (孔径<br>0.84mm 试验筛<br>通过率) / (%) | 总砷 (以 As<br>计)/(mg/kg) | 铅(以 Pb 计)<br>/ (mg/kg) | 镉(以 Cd 计)<br>/ (mg/kg) | 汞(以 Hg 计)<br>/ (mg/kg) |
|----------|--|----------------------------|----------------------------|---------------|---------------|---------------|------------------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|
| 20230601 | 99.43  | 17.59                      | 0.06                       | 24.09         | 0.57          | 8.12          | 100.00                             | 0.42                   | 2.32                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230602 | 99.72  | 17.61                      | 0.06                       | 24.01         | 0.42          | 9.46          | 100.00                             | 0.34                   | 1.29                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230603 | 98.88  | 17.56                      | 0.06                       | 23.81         | 0.42          | 9.04          | 100.00                             | 0.38                   | 2.47                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230604 | 99.81  | 17.73                      | 0.12                       | 23.94         | 0.33          | 7.44          | 100.00                             | 0.45                   | 2.71                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230605 | 99.81  | 17.73                      | 0.12                       | 23.94         | 0.33          | 7.44          | 100.00                             | 0.45                   | 2.71                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230606 | 98.24  | 17.79                      | 0.20                       | 24.01         | 0.77          | 8.12          | 100.00                             | 0.46                   | 1.67                   | 0.06                   | 未检出                    |
| 20230607 | 98.45  | 17.58                      | 0.14                       | 23.96         | 0.67          | 4.78          | 100.00                             | 0.37                   | 1.57                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230608 | 98.33  | 17.57                      | 0.21                       | 23.95         | 0.69          | 8.01          | 100.00                             | 0.38                   | 0.84                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230609 | 98.92  | 17.66                      | 0.13                       | 24.05         | 0.65          | 6.87          | 100.00                             | 0.51                   | 1.06                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230610 | 99.09  | 18.26                      | 0.05                       | 23.71         | 0.27          | 8.85          | 100.00                             | 0.22                   | 0.87                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230701 | 98.07  | 17.84                      | 0.19                       | 23.86         | 0.66          | 1.10          | 100.00                             | 0.45                   | 2.05                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230702 | 98.79  | 17.7                       | 0.08                       | 23.89         | 0.52          | 7.83          | 100.00                             | 0.38                   | 2.68                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230703 | 98.28  | 17.64                      | 0.17                       | 23.61         | 0.36          | 7.74          | 100.00                             | 0.36                   | 1.17                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230704 | 98.62  | 17.81                      | 0.27                       | 23.95         | 0.62          | 7.49          | 100.00                             | 0.38                   | 1.69                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230705 | 98.28  | 17.75                      | 0.21                       | 23.86         | 0.61          | 9.62          | 100.00                             | 0.34                   | 1.05                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230706 | 98.50  | 17.86                      | 0.26                       | 23.9          | 0.60          | 8.61          | 100.00                             | 0.32                   | 1.98                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230707 | 98.37  | 17.82                      | 0.23                       | 23.98         | 0.71          | 8.20          | 100.00                             | 0.31                   | 1.87                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230708 | 98.37  | 17.67                      | 0.27                       | 23.91         | 0.64          | 8.40          | 100.00                             | 0.37                   | 1.65                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230709 | 96.97  | 17.94                      | 0.19                       | 23.69         | 0.75          | 6.63          | 100.00                             | 0.32                   | 1.22                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230710 | 98.07  | 17.78                      | 0.20                       | 23.75         | 0.55          | 8.12          | 100.00                             | 0.34                   | 1.08                   | 未检出                    | 未检出                    |

附表 5（续）：生产企业 B 甘氨酸铁 3 个月质量报表

| 编号       | 甘氨酸铁络合物<br>( $C_4H_{30}N_2O_{22}S_2$<br>$Fe_2$ ) / (%) | 二价铁(以<br>$Fe^{2+}$ 计)/ (%) | 三价铁(以<br>$Fe^{3+}$ 计)/ (%) | 总甘氨酸<br>/ (%) | 游离甘氨酸/<br>(%) | 干燥失<br>重/ (%) | 粒度 (孔径<br>0.84mm 试验筛<br>通过率) / (%) | 总砷 (以 As<br>计)/(mg/kg) | 铅(以 Pb 计)<br>/ (mg/kg) | 镉(以 Cd 计)<br>/ (mg/kg) | 汞(以 Hg 计)<br>/ (mg/kg) |
|----------|--|----------------------------|----------------------------|---------------|---------------|---------------|------------------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|
| 20230801 | 98.12  | 17.97                      | 0.25                       | 23.93         | 0.72          | 6.34          | 100.00                             | 0.37                   | 1.36                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230802 | 98.58  | 17.74                      | 0.24                       | 23.93         | 0.61          | 7.81          | 100.00                             | 0.39                   | 1.37                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230803 | 98.71  | 17.52                      | 0.14                       | 24.00         | 0.65          | 7.16          | 100.00                             | 0.31                   | 1.42                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230804 | 98.67  | 17.72                      | 0.20                       | 23.84         | 0.50          | 8.44          | 100.00                             | 0.33                   | 1.22                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230805 | 98.79  | 17.90                      | 0.19                       | 23.91         | 0.54          | 7.87          | 100.00                             | 0.30                   | 1.16                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230806 | 98.41  | 17.93                      | 0.12                       | 24.04         | 0.76          | 7.52          | 100.00                             | 0.39                   | 1.61                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230807 | 98.33  | 17.69                      | 0.11                       | 24.02         | 0.76          | 7.54          | 100.00                             | 0.39                   | 1.45                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230808 | 98.79  | 17.55                      | 0.18                       | 23.93         | 0.56          | 9.84          | 100.00                             | 0.36                   | 1.01                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230809 | 98.50  | 17.52                      | 0.22                       | 23.92         | 0.62          | 6.45          | 100.00                             | 0.33                   | 1.34                   | 未检出                    | 未检出                    |
| 20230810 | 98.54  | 17.92                      | 0.12                       | 23.83         | 0.52          | 8.42          | 100.00                             | 0.35                   | 1.51                   | 未检出                    | 未检出                    |



附表 6：甘氨酸铁络合物主要生产使用企业反馈意见汇总表

| 企业名称               | 修订意见   | 采纳情况   |
|--------------------|--|--|
| 湖南德邦生物科技<br>股份有限公司 | <p>1、技术指标：建议重新确定甘氨酸铁的结构式；建议干燥失重指标修改为&lt;11%。</p> <p>2、试验方法：原标准中 4.1.9 使用的冰乙酸溶液，建议修改为无水冰乙酸，而不是冰乙酸溶液。</p>  | <p>部分采纳。</p> <p>采纳：<br/>1、冰乙酸溶液，修订为冰乙酸。</p> <p>不采纳：<br/>1、重新确定甘氨酸铁的结构式，为新物质。本次为国<br/>标修订，暂不进行修改；<br/>2、干燥失重指标为≤10%，符合现有产品结构式，及<br/>饲料产品通用标准。</p> |
| 长沙兴嘉生物工程<br>股份有限公司 | <p>1、相对分子质量更新为：634.10（按 2022 年国际相对原子质量）；</p> <p>2、5.1 外观与性状更改为：本品为灰白色至棕黄色晶体或结晶性粉末，易溶于水；</p> <p>3、5.2 技术指标中:铅含量由原来的≤20mg/kg 修订为≤10mg/kg；</p> <p>4、5.2 技术指标中:增加镉指标，标准为≤5mg/kg；</p> <p>5、5.2 技术指标中:增加汞的含是指标，标准为≤0.2mg/kg；</p> <p>6、7.8.2 修订”冰乙酸（2mol/L）”为”冰乙酸；<br/>—新加 7.4 鉴别试验；</p> <p>7、8.3 型式检验调整为：“型式检验项目为本文件第 5 章规定的所有项目。在正常生产情况下，每半年至少进行 1 次型式检验。有下列情况之一时，亦应进行型式检验：”。</p> | <p>采纳</p>  |

附表6（续）：甘氨酸铁络合物主要生产使用企业反馈意见汇总表

| 企业名称          | 修订意见  | 采纳情况  |
|---------------|---|---|
| 广东新晶和生物科技有限公司 | <p>1、主要技术指标：二价铁含量<math>\geq 17\%</math>；总甘氨酸含量<math>\geq (75.067/55.845 \times \text{产品中二价铁含量} + \text{游离甘氨酸含量})</math>，其中，75.067为甘氨酸的分子量，55.845为铁的原子量)；游离甘氨酸<math>\leq 1.5\%</math>；三价铁<math>\leq 0.2\%</math>；游离水分<math>\leq 10\%</math>。</p> <p>2、分析试验方法：建议沿用原国家标准推荐的方法。其中检测游离甘氨酸应使用冰醋酸做溶剂，建议在溶剂和滴定液中加入醋酸酐以消除水分的干扰；</p> <p>3、运输:运输过程中，不得与有毒、有害、污染和放射性的物质混放混载；</p> <p>4、贮存:应贮存在清洁、干燥、阴凉、通风的仓库中。</p> | <p>部分采纳。</p> <p>采纳：</p> <p>1、冰乙酸溶液，修订为冰乙酸。</p> <p>2、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。</p> <p>3、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。</p> <p>不采纳</p> <p>1、建议的总甘氨酸含量计算较为复杂，甘氨酸为产品的主要组成成分且有检测方法，应进行检测。</p> <p>2、根据附表4和附表5中三价铁检测数据，有近50%的样品三价铁含量在0.2~0.3%之间，所有样品三价铁均低于0.5%，属于正常波动，三价铁含量沿用原标准为：<math>\leq 0.50\%</math>。</p> |
| 重庆森乐美生物科技有限公司 | <p>1、技术指标修订：二价铁<math>\geq 18\%</math>、总甘氨酸<math>\geq 22\%</math>、三价铁<math>\leq 0.5\%</math>、游离甘氨酸<math>\leq 1.5\%</math>、干燥失重<math>\leq 6\%</math>。</p> <p>2、分析方法修订：</p> <p>(1) 二价铁含量测定建议直接称量，省略稀释定容步骤。</p> <p>(2) 游离甘氨酸测定建议样品溶解后取上清液进行测定。</p> <p>(3) 铅砷测定建议将样品前处理具体步骤表述出来。</p>   | <p>不采纳：</p> <p>1、技术指标按照实际产品含量值及化学分子式进行计算，不做单独修改；</p> <p>2、二价铁含量测定直接称量，省略稀释定容步骤。样品称样量减小，易出现取样代表性较低的情况。</p> <p>3、测定游离甘氨酸时用冰乙酸充分提取游离甘氨酸，且样品中游离甘氨酸含量较低，为降低误差，不再进行移液稀释等操作。</p> <p>4、铅砷测定的引用标准中已有详细的样品前处理步骤。</p>  |

附表 6（续）：甘氨酸铁络合物主要生产使用企业反馈意见汇总表

| 企业名称            | 修订意见   | 采纳情况  |
|-----------------|--|---|
| 成都蜀星饲料有限公司      | <p>1、鉴别实验：新增甘氨酸亚铁红外图谱作为鉴别方法。</p> <p>2、外观与性状：甘氨酸亚铁外观应该是类白色至淡黄色颗粒或粉末;不至于至棕色。</p> <p>3、试验方法：游离甘氨酸非水滴定，实验室环境温度，湿度，溶解样品放置时间这些细节均应该详细规定，并且样品应该烘干后检测。</p> <p>4、试剂和溶液：参考 GB34465-2017 直接用硫磷混酸，没有必要特意分开加。</p> <p>5、技术指标:三价铁建议控制更低一些，行业内大都是对三价铁指标较为关注；干燥失重，建议控制到 5%左右；总甘氨酸建议用氨基酸分析仪，或者高效液相色谱法。</p> | <p>部分采纳。</p> <p>采纳：</p> <p>1、增加甘氨酸和二价铁的鉴别试验；</p> <p>2、修订外观与性状为：本品为类白色至黄色细小颗粒或粉末，易溶于水；</p> <p>3、冰乙酸溶液，修订为冰乙酸。</p> <p>4、总甘氨酸检测增加氨基酸分析仪法。</p> <p>不采纳：</p> <p>1、不同水分含量的甘氨酸亚铁络合物红外图谱差异较大，暂无统一红外的标准图谱进行比对；</p> <p>2、根据样品检测数据，三价铁技术指标为<math>\leq 0.50\%</math>符合行业大部分生产使用企业需求。</p> <p>3、干燥失重指标为<math>\leq 10\%</math>，符合现有产品结构式，及饲料产品通用标准。</p> |
| 四川吉隆达矿物营养科技有限公司 | <p>1、术语和定义：原标准中甘氨酸铁络合物的表示。</p> <p>2、试验方法：原标准中游离甘氨酸检测引入水的问题。原标准中公式量纲问题。</p>   | <p>部分采纳。</p> <p>采纳：</p> <p>1、冰乙酸溶液，修订为无水冰乙酸。</p> <p>不采纳：</p> <p>1、本文件没有需要界定的术语和定义。</p>  |