



中华人民共和国国家标准

GB 7300.104—2022

饲料添加剂 第1部分： 氨基酸、氨基酸盐及其类似物 L-缬氨酸

Feed additives—Part 1: Amino acids, their salts and analogues—L-Valine

2022-12-29 发布

2024-01-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

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

本文件是 GB 7300《饲料添加剂》的第 104 部分。GB 7300 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物 L-苏氨酸(GB 7300.101)；
- 第 1 部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物 甘氨酸(GB 7300.102)；
- 第 1 部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物 蛋氨酸羟基类似物(GB 7300.103)；
- 第 1 部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物 L-缬氨酸(GB 7300.104)；
- 第 2 部分：维生素及类维生素 L-抗坏血酸-2-磷酸酯盐(GB 7300.201)；
- 第 2 部分：维生素及类维生素 维生素 D₃ 油(GB 7300.202)；
- 第 2 部分：维生素及类维生素 甜菜碱(GB 7300.203)；
- 第 2 部分：维生素及类维生素 甜菜碱盐酸盐(GB 7300.204)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 碘化钾(GB 7300.301)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 亚硒酸钠(GB 7300.302)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 碘酸钾(GB 7300.303)；
- 第 4 部分：酶制剂 木聚糖酶(GB 7300.401)；
- 第 4 部分：酶制剂 植酸酶(GB 7300.402)；
- 第 4 部分：酶制剂 纤维素酶(GB 7300.403)；
- 第 5 部分：微生物 酿酒酵母(GB 7300.501)；
- 第 6 部分：非蛋白氮 尿素(GB 7300.601)；
- 第 8 部分：防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 碳酸氢钠(GB 7300.801)；
- 第 9 部分：着色剂 β -胡萝卜素粉(GB 7300.901)；
- 第 9 部分：着色剂 β,β -胡萝卜素-4,4-二酮(斑蝥黄)(GB 7300.902)；
- 第 10 部分：调味和诱食物质 谷氨酸钠(GB 7300.1001)；
- 第 10 部分：调味和诱食物质 大蒜素(GB 7300.1002)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中华人民共和国农业农村部提出并归口。

引 言

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

- 氨基酸、氨基酸盐及其类似物;
- 维生素及类维生素;
- 矿物元素及其络(螯)合物;
- 酶制剂;
- 微生物;
- 非蛋白氮;
- 抗氧化剂;
- 防腐剂、防霉剂和酸度调节剂;
- 着色剂;
- 调味和诱食物质;
- 粘结剂、抗结块剂、稳定剂和乳化剂;
- 多糖和寡糖;
- 其他。

本文件的产品缬氨酸属于第 1 大类氨基酸、氨基酸盐及其类似物,因缬氨酸是此大类第 4 个发布的产品标准,所以本文件以 GB 7300.104 编号,作为 GB 7300 的第 104 部分。

饲料添加剂 第 1 部分： 氨基酸、氨基酸盐及其类似物 L-缬氨酸

1 范围

本文件给出了 L-缬氨酸的化学名称、分子式、相对分子质量和结构式，规定了饲料添加剂 L-缬氨酸产品的技术要求、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期，描述了采样和试验方法。

本文件适用于以玉米、淀粉、糖质等为主要原料，用微生物发酵，经提取、结晶、干燥等工艺而制成的饲料添加剂 L-缬氨酸。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 613 化学试剂 比旋光本领（比旋光度）测定通用方法
- GB/T 6435—2014 饲料中水分的测定
- GB/T 6438 饲料中粗灰分的测定
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB 10648 饲料标签
- GB/T 13079—2006 饲料中总砷的测定
- GB/T 14699.1 饲料 采样

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 化学名称、分子式、相对分子质量和结构式

4.1 化学名称

L-2-氨基-3-甲基丁酸。

4.2 分子式

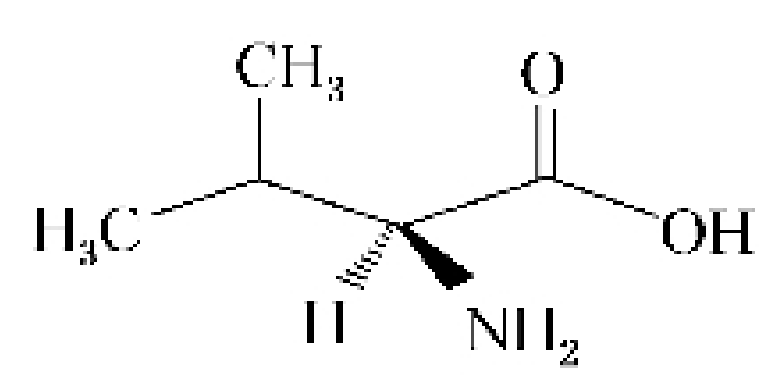
$C_5H_{11}NO_2$ 。

4.3 相对分子质量

117.15。

注：按 2019 年国际相对原子质量。

4.4 结构式



5 技术要求

5.1 外观与性状

本产品为类白色或微黄色结晶或结晶性粉末，无明显气味。

5.2 理化指标

应符合表 1 的要求。

表 1 理化指标

项目	指标
L-缬氨酸(C ₅ H ₁₁ NO ₂ ，以干基计)/%	98.0~101.0
干燥失重/%	≤1.0
灼烧残渣/%	≤0.5
比旋光度 α _m (20℃,D)/[(°)·dm ² ·kg ⁻¹]	+26.6~+29.0
pH(5 g/100 mL 的水溶液)	4.5~6.5

5.3 卫生指标

应符合表 2 的要求。

表 2 卫生指标

项目	指标
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤2.0
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤15

6 采样

按 GB/T 14699.1 的方法采样。

7 试验方法

7.1 一般规定

除另有说明,所用试剂均为分析纯试剂;所用标准滴定溶液和其他试剂,应按照 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备;除另有说明,试验用水均为 GB/T 6682 规定的三级水。试验方法规定的一些过程可能导致危险情况,操作者应采取适当的安全和防护措施。

7.2 外观与性状

取适量试样置于清洁干燥的白瓷盘中,在自然光线下观察其色泽和形态。

7.3 鉴别试验

7.3.1 试剂或材料

7.3.1.1 溴化钾:光谱纯。

7.3.1.2 茚三酮。

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

7.3.1.4 L-缬氨酸对照品:≥98.5%。

7.3.2 仪器设备

7.3.2.1 分析天平:感量为 0.001 g。

7.3.2.2 红外光谱仪:扫描范围为 $4\,000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$,最高分辨率 $\geq 4.0\text{ cm}^{-1}$ 。

7.3.2.3 恒温水浴锅。

7.3.3 鉴别方法

7.3.3.1 茚三酮法

称取试样 0.1 g,溶于 100 mL 水中,取该溶液 5 mL,加 1 mL 茚三酮溶液(7.3.1.3),置沸水浴反应 15 min,溶液呈蓝紫色。

7.3.3.2 红外光谱法

称取试样适量,加溴化钾(7.3.1.1)研磨均匀,压片,在 $4\,000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 内录制试样和对照品的红外光谱图。试样的红外吸收图谱应与对照品的图谱一致(对照品图谱见附录 A)。

7.4 L-缬氨酸含量的测定

7.4.1 原理

试样用无水甲酸和冰乙酸溶解, α -萘酚苯基甲醇作为指示剂,用高氯酸标准滴定溶液滴定,以高氯酸标准滴定溶液消耗的体积代入公式,计算 L-缬氨酸含量。

7.4.2 试剂或材料

7.4.2.1 无水甲酸。

7.4.2.2 冰乙酸。

7.4.2.3 α -萘酚苯基甲醇。

7.4.2.4 高氯酸标准滴定溶液： $c(\text{HClO}_4)=0.1\text{ mol/L}$ 。

7.4.2.5 α -萘酚苯基甲醇指示液(2 g/L)：称取 0.2 g 的 α -萘酚苯基甲醇于 100 mL 容量瓶中，加冰乙酸溶解，定容至刻度，混匀。

7.4.3 仪器设备

7.4.3.1 分析天平：感量为 0.000 1 g。

7.4.3.2 酸式滴定管。

7.4.4 试验步骤

平行做两份试验。称取预先在 $(103\pm 2)^\circ\text{C}$ 干燥至恒重的试样约 0.1 g(精确至 0.000 1 g)，加 3.0 mL 无水甲酸使其完全溶解，再加入 50 mL 冰乙酸，摇匀，加 α -萘酚苯基甲醇指示液(7.4.2.5)10 滴，用高氯酸标准滴定溶液(7.4.2.4)滴定，溶液由黄色变为黄绿色为终点。同法做空白试验。

7.4.5 试验数据处理

L-缬氨酸含量(以干基计)以质量分数 w_1 计，数值以%表示，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{(V - V_0) \times 117.15 \times c}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V ——试样滴定消耗高氯酸标准滴定溶液体积，单位为毫升(mL)；

V_0 ——空白滴定消耗高氯酸标准滴定溶液体积，单位为毫升(mL)；

117.15 ——L-缬氨酸的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)；

c ——高氯酸标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

m ——试样的质量，单位为克(g)；

1 000 ——体积转换系数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值表示，保留三位有效数字。

7.4.6 精密度

在重复性条件下，两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

7.5 干燥失重的测定

按 GB/T 6435—2014 中 8.1 规定执行。

7.6 灼烧残渣的测定

按 GB/T 6438 规定执行。

7.7 比旋光度的测定

7.7.1 试剂或材料

7.7.1.1 水：GB/T 6682，二级。

7.7.1.2 盐酸。

7.7.1.3 盐酸溶液： $c(\text{HCl})=6.0\text{ mol/L}$ ，等体积的盐酸与水混合，摇匀。

7.7.2 仪器设备

7.7.2.1 分析天平：感量 0.001 g。

7.7.2.2 旋光仪:589.3 nm±0.3 nm 波长的光源。

7.7.2.3 容量瓶。

7.7.3 试验步骤

平行做两份试验。试样在(103±2)℃干燥至恒重,称取干燥试样 4.0 g(精确至 0.001 g),用盐酸溶液(7.7.1.3)溶解,并定容至 50 mL 容量瓶中。调节溶液温度至 20 ℃,中速定性滤纸过滤,按照 GB/T 613 的方法测定。

7.7.4 试验数据处理

比旋光度 α_m (20 ℃,D),数值以(°)·dm²·kg⁻¹表示,按式(2)计算:

$$\alpha_m = \frac{\alpha}{l \times \rho}$$

.....(2)

式中:

- α ——试样溶液在 20 ℃时测得的旋光度,单位为度(°);
- l ——旋光管的长度,单位为分米(dm);
- ρ ——溶液中 L-缬氨酸的质量浓度,单位为克每毫升(g/mL)。

7.8 pH 的测定

7.8.1 仪器设备

7.8.1.1 分析天平:感量 0.001 g。

7.8.1.2 pH 计。

7.8.2 试验步骤

平行做两份试验。称取试样 5.0 g(精确至 0.001 g),置于烧杯中,加 100 mL 水溶解,摇匀,测定 pH,待读数稳定,记录结果,结果用算术平均值表示,保留两位有效数字。

7.9 砷的测定

平行做两份试验。称取试样 2.5 g(精确至 0.001 g),试样前处理按照 GB/T 13079—2006 中 5.4.1.3 规定执行,测定按照 GB/T 13079—2006 中第 5 章规定执行。

7.10 重金属的测定

7.10.1 试剂或材料

- 7.10.1.1 硫酸。
- 7.10.1.2 硝酸。
- 7.10.1.3 盐酸。
- 7.10.1.4 乙醇。
- 7.10.1.5 硫化钠。
- 7.10.1.6 乙酸铵。
- 7.10.1.7 硝酸铅。
- 7.10.1.8 酚酞。
- 7.10.1.9 氨水。
- 7.10.1.10 铅单元素标准溶液:1 000 μg/mL。

7.10.1.11 10%氨水溶液:量取氨水 40 mL,加水稀释至 100 mL,摇匀。

7.10.1.12 盐酸溶液 I:量取盐酸 63 mL,加水稀释至 100 mL,摇匀。

7.10.1.13 盐酸溶液 II:量取盐酸 18 mL,加水稀释至 100 mL,摇匀。

7.10.1.14 硫化钠溶液:称取硫化钠 100 g,加水溶解、定容至 1 000 mL,摇匀。

7.10.1.15 乙酸盐缓冲液(pH 3.5):称取乙酸铵 25 g,加 25 mL 水溶解,加盐酸溶液 I (7.10.1.12) 38 mL,用盐酸溶液 II (7.10.1.13)或氨水溶液(7.10.1.9)准确调节 pH 值至 3.5,用水稀释至 100 mL,摇匀。

7.10.1.16 铅标准储备溶液(1 000 $\mu\text{g/mL}$):称取硝酸铅 0.159 9 g,置 100 mL 容量瓶中,加 5 mL 硝酸、50 mL 水,溶解,用水稀释至刻度,摇匀,作为铅标准储备溶液。或购置有证铅标准物质。

7.10.1.17 铅标准工作溶液(15 $\mu\text{g/mL}$):准确移取铅标准储备溶液(7.10.1.16)1.5 mL,置于 100 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.10.1.18 1%酚酞指示液:称取酚酞 1 g,加乙醇 100 mL 使溶解,摇匀。

7.10.2 仪器设备

7.10.2.1 分析天平:感量 0.000 1 g。

7.10.2.2 高温炉。

7.10.3 试验步骤

7.10.3.1 试样溶液的制备

平行做两份试验。称取试样 1.0 g(精确至 0.000 1 g),置于瓷坩埚中,缓缓炽灼至完全炭化,放冷。加硫酸 0.5 mL~1 mL 使湿润,低温加热至硫酸蒸气除尽后,在 550 $^{\circ}\text{C}$ 炽灼使完全灰化,放冷。加硝酸 0.5 mL,蒸干至氧化氮蒸气除尽后,放冷。加盐酸 2.0 mL,置水浴上蒸干后加水 15 mL,滴加氨水溶液(7.10.1.11)至酚酞指示液(7.10.1.18)显微红色,再加乙酸盐缓冲液(7.10.1.15)2.0 mL,微热溶解后,移至纳氏比色管中,加水稀释至 25 mL,作为待测管。

7.10.3.2 标准比色溶液的制备

另取与 7.10.3.1 中相同体积的硫酸、硝酸和盐酸,置瓷坩埚中蒸干后,加乙酸盐缓冲液(7.10.1.15) 2.0 mL 与水 15 mL,微热溶解后,移至纳氏比色管中,加铅标准工作溶液(7.10.1.17)1.5 mL,再用水稀释至 25 mL,作为标准管。

7.10.3.3 测定与结果判定

在待测管、标准管两管中分别加硫化钠溶液(7.10.1.14)各 5 滴,摇匀,放置 2 min,同置白纸上,自上向下透视,肉眼观察比较标准管与待测管的颜色,如待测管所显颜色未深于标准管,则判定为符合规定。

8 检验规则

8.1 组批

以相同材料、相同生产工艺、连续生产或同一班次生产的同一规格的产品为一批,但每批产品不得超过 150 t。

8.2 出厂检验

8.2.1 每批产品应经企业质检部门检验合格。

8.2.2 出厂检验项目为：外观与性状、L-缬氨酸含量、干燥失重、pH。

8.3 型式检验

型式检验项目为第 5 章规定的所有项目。在正常生产情况下，每半年至少进行 1 次型式检验。有下列情况之一，应进行型式检验：

- 产品定型投产时；
- 生产工艺、配方或主要原料来源有较大改变，可能影响产品质量时；
- 停产 3 个月以上，重新恢复生产时；
- 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- 饲料行政管理部门提出检验要求时。

8.4 判定规则

8.4.1 所验项目全部合格，判定为该批次产品合格。

8.4.2 检验结果中有任何指标不符合本文件规定时，可自同批产品中重新加倍取样进行复检。若复检结果仍不符合本文件规定，则判定该批产品不合格。

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

9 标签、包装、运输、贮存和保质期

9.1 标签

按 GB 10648 规定执行。

9.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮、避光、密封。

9.3 运输

运输中防止包装破损、日晒、雨淋，禁止与有毒有害物质共运。

9.4 贮存

贮存时防止日晒、雨淋，禁止与有毒有害物质混储。

9.5 保质期

未开启包装的产品，在规定的包装、运输、贮存条件下，产品保质期与标签中标明的保质期一致。

附 录 A
(资料性)
L-缬氨酸对照品红外光谱图

L-缬氨酸对照品红外光谱图见图 A.1。

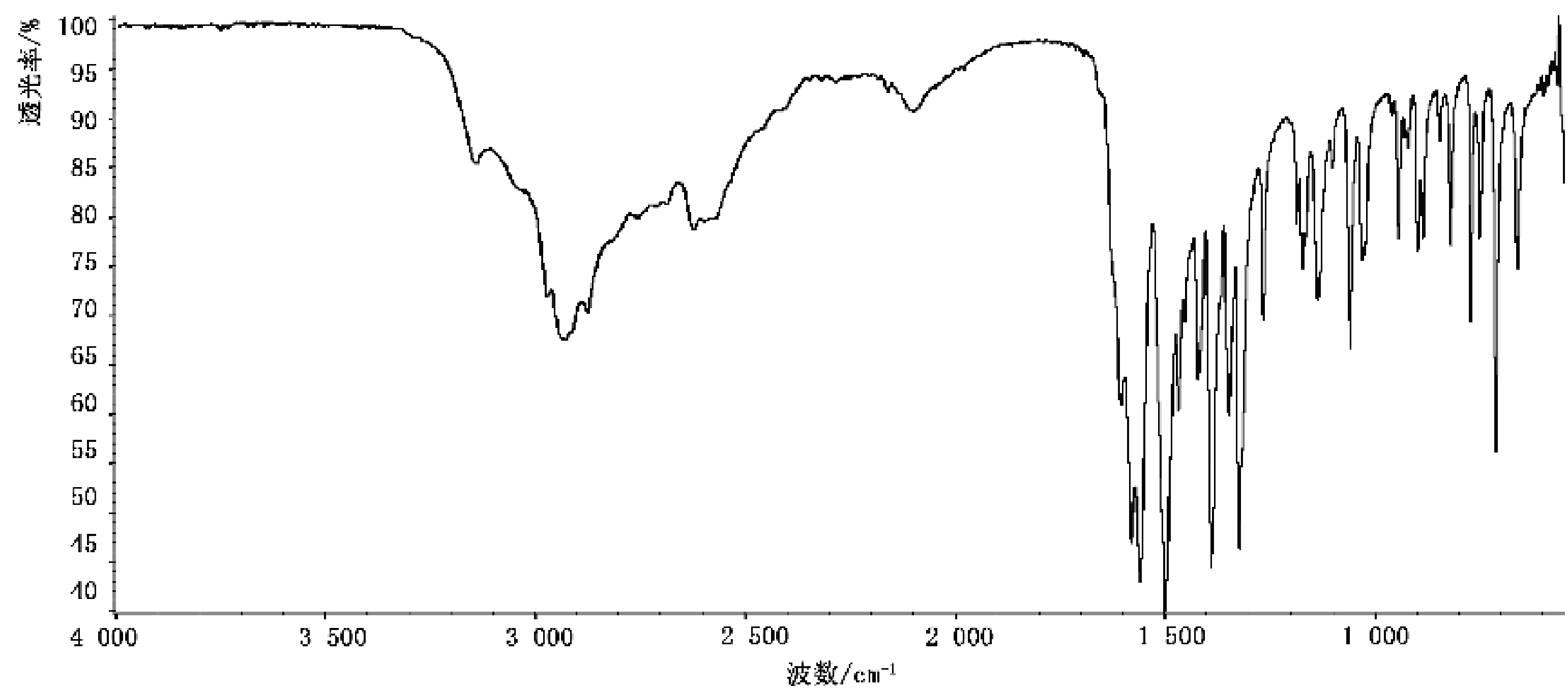


图 A.1 L-缬氨酸对照品红外光谱图