



中华人民共和国国家标准

GB XXXX—20XX

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

(征求意见稿)

20xx-xx-xx 发布

20xx-xx-xx 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布

前 言

GB 7300《饲料添加剂》按产品分为若干部分。

本文件为 GB 7300 的第 104 部分。

本文件按照 GB/T 1.1-2020 给出的规则起草。

本文件由中华人民共和国农业农村部提出并归口。

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这些专利的责任。

本文件起草单位：中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所[国家饲料质量监督检验中心（北京）]。

本文件主要起草人：

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

GB 7300的本部分规定了饲料添加剂L-缬氨酸产品的技术要求、试验方法、检验规则及标签、包装、运输、贮存和保质期。

本文件适用于以玉米、淀粉、糖质等为主要原料，用谷氨酸棒杆菌发酵，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 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/T 9725 化学试剂 电位滴定法通则
- 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

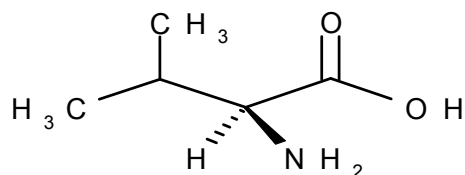
3 化学名称、分子式、相对分子质量和结构式

化学名称：L-2-氨基-3-甲基丁酸

分子式：C₅H₁₁NO₂

相对分子质量：117.15（以 C₅H₁₁NO₂ 计，按 2016 年国际相对原子质量表计算）

结构式：



4 技术要求

4.1 外观与性状

类白色或灰白色结晶性粉末，无嗅、味苦，在水中溶解，在乙醇、乙醚、丙酮等有机溶剂中几乎不溶解。

4.2 鉴别：

4.2.1 茛三酮鉴别

应符合氨基酸茛三酮试验的反应特征。

4.2.2 红外光谱法

缬氨酸试样的红外吸收图谱应与对照品的图谱一致。

4.2.3 比旋光度法

比旋光度符合表 1 要求。

4.3 技术指标

缬氨酸技术指标应符合表 1 规定。

表 1 技术指标

项目	指标
缬氨酸 (C ₅ H ₁₁ NO ₂ , 以干基计) /%	98.0~101.5
干燥失重/ (%)	≤ 1.0
灼烧残渣/ (%)	≤ 0.5
比旋光度 $[\alpha]_D^{20}$ [(°) · m ² /kg]	+26.0~+29.0
pH (5%的水溶液)	4.0~7.0
砷 / (mg/kg)	≤ 2.0
重金属 (以 Pb 计) / (mg/kg)	≤ 15

5 取样

按GB/T 14699.1规定执行。

6 试验方法

本标准所用的试剂和水, 除非另有规定, 仅使用分析纯试剂, 色谱用水符合GB/T 6682中一级用水规定, 试剂和溶液的制备应符合GB/T 601、GB/T 602和GB/T 603的规定。

6.1 感官检验

取适量试样置于清洁干燥的白瓷盘中, 在自然光线下, 应为类白色或灰白色结晶性粉末。嗅其气味, 无嗅, 味苦。取少量试样分别用水和乙醇溶解, 试样易溶于水, 在乙醇中几乎不溶。

6.2 鉴别

6.2.1 试剂或溶液

6.2.1.1 水: 符合 GB/T 6682 中规定的二级水。

6.2.1.2 溴化钾: 光谱纯。

6.2.1.3 茛三酮溶液: 1 g/L 水溶液, 称取 0.1 g 茛三酮于 100 mL 容量瓶中, 加水溶解并定容至刻度, 摇匀。

6.2.1.4 盐酸溶液: c (HCL) =6.0 mol/L, 等体积的盐酸与水混合, 摇匀。

6.2.2 仪器设备

6.2.2.1 分析天平: 感量为 0.001g, 0.0001g。

6.2.2.2 红外分光光度计。

6.2.2.3 旋光仪, 589.3 nm ± 0.3 nm 波长的光源。

6.2.2.4 恒温水浴 (可调节温度)。

6.2.3 鉴别方法

6.2.3.1 茛三酮鉴别

称取试样0.1 g，溶于100 mL水中，取该溶液5 mL，加1 mL茛三酮（6.2.1.3），置沸水浴反应15 min，溶液呈蓝紫色。

6.2.3.2 红外光谱法

称取试样适量，加溴化钾（6.2.1.2）研磨均匀，压片，在 $4000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 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（对照品图谱可参见附录 A）。

6.2.3.3 比旋光度法

试样在 105°C 干燥至恒重，称取干燥试样约 4g（精确至 0.0001g），用 6.0 mol/L 盐酸溶解，并定容至 50 mL 容量瓶中。调节溶液温度至 20°C ，中速定性滤纸过滤，滤液用旋光仪测定旋光度。

缬氨酸在 20°C 下，对钠光谱 D 线（569.2nm）的比旋光度 $[\alpha]_{\text{D}}^{20}$ 按式(1)计算：

$$[\alpha]_{\text{D}}^{20} = \frac{100\alpha}{lc} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- α — 试样溶液的旋光度，单位为度 $[(^{\circ}) \cdot \text{m}^2/\text{kg}]$ ；
- l — 旋光管的长度，单位为分米（dm）；
- c — 溶液中缬氨酸的浓度，单位为克每 100 毫升（g/100 mL）。

比旋光度应符合表 1 比旋光度要求。

6.3 缬氨酸含量的测定

6.3.1 原理

试样用无水甲酸和冰醋酸溶解，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，计算缬氨酸含量。

6.3.2 试剂和溶液

6.3.2.1 无水甲酸。

6.3.2.2 冰乙酸。

6.3.2.3 高氯酸标准滴定溶液： $c(\text{HClO}_4) = 0.1\text{ mol/L}$ ，按 GB/T 601 规定制备和标定。

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

6.3.3 仪器和设备

6.3.3.1 分析天平：感量为 0.0001 g。

6.3.3.2 电位滴定仪：以玻璃电极为指示电极，饱和甘汞电极为参比电极（或采用复合电极）。

6.3.3.3 酸式滴定管。

6.3.4 试验步骤

称取约 0.1 g（精确到 0.0001 g）干燥至恒重的试样于干燥的 100mL 烧杯中，加 1.0 mL 无水甲酸使其完全溶解，再加入 50 mL 冰醋酸，涡旋混匀，将电极插入溶液中，调节搅拌速度至溶液充分涡旋，用高氯酸标准滴定溶液（6.3.2.3）滴定至终点。或选用指示剂，加 α -萘酚苯基甲醇指示液（6.3.2.4）3 滴，用高氯酸标准滴定溶液（6.3.2.3）滴定，溶液由黄色变为黄绿色为终点。同时做空白试验。

6.3.5 结果计算

缬氨酸（ $\text{C}_5\text{H}_{11}\text{NO}_2$ ）含量 ω_1 以质量分数表示，按式（2）计算：

$$\omega_1 = \frac{c \times (v - v_0) \times 117.15}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- c ——高氯酸标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升，mol/L；
 v ——滴定试样消耗高氯酸标准滴定溶液体积，单位为毫升，ml；
 v_0 ——空白试验消耗高氯酸标准滴定溶液体积，单位为毫升，ml；
 m ——试样质量，单位为克，g；
 117.15——缬氨酸摩尔质量，g/mol。

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。

6.3.6 重复性

两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5 %。

6.4 干燥失重的测定

按照 GB/T 6435-2014 中 8.1 的规定执行。

6.5 灼烧残渣的测定

按照 GB/T 6438 的规定执行。

6.6 比旋光度的测定

同 6.2.3.3。

6.7 pH 的测定

6.7.1 仪器设备

6.7.1.1 天平：感量 0.001 g。

6.7.1.2 酸度计。

6.7.2 试验步骤

准确称取试样 5.0 g（准确至 0.001 g），置于烧杯中，加 100mL 水溶解，摇匀，作为试样溶液，用 pH 计测定试样溶液的 pH 值，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。

6.8 砷的测定

准确称取试样 1 g（准确至 0.0001 g），按照 GB/T 13079-2006 中 5 银盐法 5.4.1.3 干灰化法制备试液，并按该标准规定的任一方法进行砷测定。

6.9 重金属(以 pb 计)测定（按照 2015 版药典进行修改）

6.9.1 试剂或溶液

6.9.1.1 硫酸。

注意：硫酸是强腐蚀液，操作者需戴防护眼镜、手套，以防灼伤。

6.9.1.2 硝酸。

6.9.1.3 盐酸。

6.9.1.4 10%氨水溶液：取氨水 40 mL，加水适量使成 100 mL，摇匀（按 GB/T 603 制备）。

6.9.1.5 盐酸溶液 I：取盐酸 63 mL，加水适量使成 100 mL，摇匀。

6.9.1.6 盐酸溶液 II：取盐酸 18 mL，加水适量使成 100 mL，摇匀。

6.9.1.7 硫化钠溶液：取硫化钠 100 g，加水使溶解成 1000 mL。

6.9.1.8 醋酸盐缓冲液（pH 3.5）：取醋酸铵 25 g，加水 25 mL 溶解，加盐酸溶液 I（6.9.1.5）38 mL，用盐酸溶液 II（6.10.1.6）或氨水溶液（6.10.1.4）准确调节 pH 值至 3.5（电位计指示），用水稀释至 100 mL，摇匀。

6.9.1.9 铅标准贮备溶液（1000 $\mu\text{g/mL}$ ）：称取硝酸铅 0.1599 g，置 1000 mL 量瓶中，加硝酸 5 mL 与水 50 mL 溶解后，用水稀释至刻度，摇匀，作为贮备液。或者市售铅单元素标准溶液：1000 $\mu\text{g/mL}$ 。

6.9.1.10 铅标准工作液（10 $\mu\text{g/mL}$ ）：精密量取铅标准溶液（6.10.1.9）2 mL，置 200 mL 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.9.1.11 1%酚酞指示液：取酚酞 1 g，加乙醇 100 mL 使溶解，摇匀。变色范围 pH 8.3~10.0(无色→红)。

6.9.2 试验步骤

6.9.2.1 试样溶液制备

称取试样 1 g (精确到 10 mg), 置瓷坩埚中, 缓缓炽灼至完全炭化, 放冷。加硫酸 (6.9.1.1) 0.5 mL ~1 mL 使湿润, 低温加热至硫酸蒸气除尽后, 在 550℃ 炽灼使完全灰化, 放冷。加硝酸 (6.9.1.2) 0.5 mL, 蒸干至氧化氮蒸气除尽后, 放冷。加盐酸 (6.9.1.3) 2.0 mL, 置水浴上蒸干后加水 15 mL, 滴加氨水溶液 (6.9.1.4) 至对酚酞指示液 (6.10.1.11) 显微红色, 再加醋酸盐缓冲液 (6.10.1.8) 2.0 mL, 微热溶解后, 移置纳氏比色管, 加水稀释成 25 mL, 作为乙管。

6.9.2.2 标准比色溶液制备

另取制备试样溶液的试剂, 置瓷坩埚中蒸干后, 加醋酸盐缓冲液 (6.10.1.8) 2.0 mL 与水 15 mL, 微热溶解后, 移置纳氏比色管中, 加铅标准工作液 (6.9.1.11) 1.00 mL, 再用水稀释成 25 mL, 作为甲管。

6.9.3 测定与结果判定

在甲、乙两管中分别加硫化钠溶液 (6.9.1.7) 各 5 滴, 摇匀, 放置 2 min, 同置白纸上, 自上向下透视, 肉眼观察比较甲管与乙管的颜色, 如乙管所显颜色未深于甲管, 则判定为符合规定。

7 检验规则

7.1 组批

以相同原料, 相同生产工艺, 同一班次连续生产的均匀一致的产品为一个生产批次, 但每批产品不得超过 150 吨。

7.2 出厂检验

第 4 章所列项目中, 外观与性状、缬氨酸含量、干燥失重、pH 值为出厂检验项目。

7.3 型式检验

型式检验项目为本标准第 4 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:

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

7.4 判定规则

7.4.1 所验项目全部合格, 判定为该批次产品合格。

7.4.2 检验结果中有任何指标不符合本标准规定时, 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标准规定, 则判定该批产品不合格。

7.4.3 各项目指标的极限数值判定按 GB/T 8170 中 4.3.3 修约值比较法执行。

8 标签、包装、运输、贮存和保质期

8.1 标签

标签按 GB 10648 执行。

8.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮。

8.3 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。

8.4 贮存

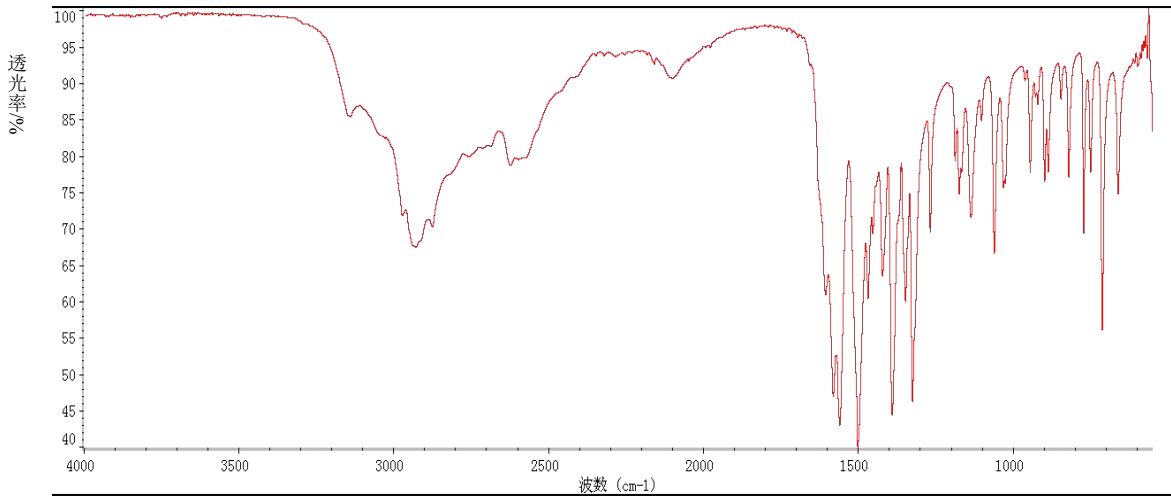
贮存时防止日晒、雨淋, 禁止与有毒有害物质混储。

8.4 保质期

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。

附录 A (资料性附录) 缬氨酸对照品的红外光谱图

缬氨酸对照品的红外光谱图见图A.1



图A.1 缬氨酸对照品的红外光谱图

