



中华人民共和国国家标准

GB XXXX—20XX

饲料添加剂 第8部分：防腐剂、防霉剂和 酸度调节剂 乳酸

Feed additive—Part 8: Preservatives and acidity regulators—Lactic Acid

(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 802 部分。

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

请注意本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中华人民共和国农业农村部提出并归口。

本文件起草单位：广州立达尔生物科技股份有限公司、四川省畜科饲料有限公司。

本文件主要起草人：陶正国、林劲冬、邝声耀、程宗佳、丁宏标、李辉、陈小兵、张锦绣、李书伟、潘丹阳。

饲料添加剂 第8部分：防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 乳酸

1 范围

GB 7300的本部分规定了饲料添加剂乳酸产品的技术要求、取样、试验方法、检验规则以及标签、包装、运输、贮存和保质期。

本文件适用于以淀粉质或糖质发酵法制得的，主要成分为L-乳酸的饲料添加剂乳酸。

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 5009.7 食品中的还原糖测定
- 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 饲料中总砷的测定
- GB/T 13080 饲料中铅的测定 原子吸收光谱法
- GB/T 13088 饲料中铬的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 13084 饲料中氰化物的测定
- GB/T 14699.1 饲料 采样

3 术语和定义

3.1 总酸 total acid

采用酸碱滴定法测定的总酸含量（以乳酸计）。

3.2 总乳酸 total lactic acid

L-乳酸和D-乳酸的总和。

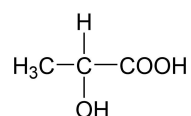
4 化学名称、分子式、相对分子质量和结构式

化学名称：乳酸（2-羟基丙酸）

分子式：C₃H₆O₃

相对分子质量：90.08（按2016年国际相对原子质量）

结构式：



5 技术要求

5.1 外观与性状

表 1 感官要求

项目	要求
色泽状态	淡黄色至黄褐色油状液体
气味	无异味、无刺激性气味

5.2 鉴别

取试样5 g，加5 mL水，混匀，加10 mL高锰酸钾溶液（0.1 mol/L），加热，产生乙醛臭味，可初步判定为乳酸。

5.3 理化指标

理化指标应符合表2的规定。

表 2 理化指标

项 目	指 标
总酸含量(滴定), ω/%	≥80.0
	标示值的 95.0~105.0
总乳酸含量 (HPLC), ω/%	标示值的 95.0~105.0
L-乳酸占总乳酸含量, ω/%	≥95.0
铁盐 (以 Fe 计), ω/%	≤0.001
硫酸盐 (以 SO_4^{2-} 计), ω/%	≤0.04
氯化物 (以 Cl^- 计), ω/%	≤0.2
还原糖, ω/%	≤2.0
灼烧残渣, ω/%	≤0.3
柠檬酸、草酸、磷酸、酒石酸	通过试验

5.4 卫生指标

卫生指标应符合表3的规定。

表3 卫生指标

总砷(以 As 计), /(mg/kg)	≤1.00
铅(以 Pb 计), /(mg/kg)	≤2.00
铬(以 Cr 计), /(mg/kg)	≤5.00
氰化物, /(mg/kg)	≤2.00

6 取样

按GB/T 14699.1的规定执行。

7 试验方法

本文件所用的试剂,除特别注明外,均指分析纯试剂。所用的水,除特别注明外,均为符合GB/T 6682规定的三级水。试验中所用标准溶液、杂质测定用标准溶液、制剂和制品在未注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备。

7.1 感官检验

取适量试样置于清洁、干燥的烧杯中,在自然光线下观察其色泽和状态,并嗅其气味。

7.2 总酸含量的测定(滴定法)

7.2.1 原理

试样用水溶解后,加入过量氢氧化钠溶液与游离酸反应并煮沸解离聚乳酸,然后以酚酞为指示液,用硫酸标准滴定溶液回滴过量的氢氧化钠标准溶液,同时做空白实验,以两次实验消耗的硫酸标准滴定溶液的差值按对应公式计算总酸的含量。

7.2.2 试剂和材料

7.2.2.1 氢氧化钠溶液: 1.0 mol/L。

7.2.2.2 硫酸标准滴定溶液: $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.5 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601 配制和标定。

7.2.2.3 酚酞指示剂溶液: 10 g/L,将 1 g 酚酞溶于 60 mL 95%乙醇中,用水稀释至 100 mL。

7.2.3 分析步骤

称取试样 1 g(精确至 0.000 1 g),加水 50 mL,准确加入氢氧化钠溶液(7.2.2.1) 20.0 mL,然后在电炉上煮沸 5 min,加酚酞指示液(7.2.2.3) 2 滴,趁热用硫酸标准滴定溶液(7.2.2.2) 滴定,至溶液呈微红色。另外做空白试验(除乳酸不加外,其余操作相同)。

7.2.4 计算和结果表示

总酸含量以质量分数 ω_1 表示,按公式(1)计算:

$$\omega_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times M}{m \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式(1)中:

- v_1 ——空白试验时消耗的硫酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 v_2 ——滴定试样溶液所消耗的硫酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 c ——硫酸标准滴定溶液的实际浓度 $c(\frac{1}{9}\text{H}_2\text{SO}_4)$,单位为摩尔每升(mol/L);
 m ——试样的质量,单位为克(g);
 M ——乳酸的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3)=90.08$];
 1 000——体积换算系数。

测定结果以两个平行样品测定结果的算术平均值表示,保留两位小数。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的相对偏差不大于0.2%。

7.3 总乳酸含量的测定(高效液相色谱法, HPLC)

7.3.1 试剂和溶液

7.3.1.1 水: GB/T 6682规定的二级水。

7.3.1.2 乙腈: 色谱纯。

7.3.1.4 0.1%磷酸溶液: 准确移取1.00 mL磷酸(7.3.1.3)至1 000 mL容量瓶,用符合GB/T 6682规定的一级水溶解并定容至刻度。

7.3.1.5 0.5 mol/L氢氧化钠溶液。

7.3.1.6 50%硫酸溶液。

7.3.1.7 乳酸对照品: 应使用标示含量 $\geq 98\%$ 的L-乳酸试剂或L-乳酸对照品。未经认证的对照品使用前应进行标定,标定方法见附录A。

7.3.1.8 乳酸标准工作液: 称取乳酸对照品(7.3.1.7) 0.2 g(精确至0.000 1 g)置于100 mL烧杯中,加入20 mL水充分溶解后,再加入10 mL 0.5 mol/L氢氧化钠(7.3.1.5)溶液,摇匀,然后置于电炉上加热,待溶液煮沸后开始计时,沸腾5 min后停止加热,将溶液冷却至室温后,加入50%硫酸溶液(7.3.1.6)调节pH值至2.2~2.5,然后将溶液转移至100 mL容量瓶中。用水少量多次冲洗pH计电极和烧杯,冲洗液一并转移至容量瓶,用水定容至刻度,摇匀,得到1号乳酸标准工作液,浓度为2.0 mg/mL。准确吸取30 mL、25 mL、20 mL、15 mL上述标准工作液置于不同的50 mL容量瓶中,用水定容至刻度,混匀,分别得到2号、3号、4号、5号乳酸标准工作液,溶液浓度分别为1.2 mg/mL、1.0 mg/mL、0.8 mg/mL、0.6 mg/mL。标准工作液应现配现用。

7.3.2 仪器和设备

7.3.2.1 高效液相色谱仪(配有紫外检测器或二极管阵列检测器)。

7.3.2.2 分析天平(感量0.000 1 g)。

7.3.2.3 超声波清洗器。

7.3.2.4 微孔滤膜(孔径0.45 μm)。

7.3.2.5 电炉。

7.3.2.6 pH计。

7.3.3 高效液相色谱条件

7.3.3.1 色谱柱: C_{18} 柱,长250 mm,内径4.6 mm,粒度5 μm 。

7.3.3.2 柱温: 35℃。

7.3.3.3 检测器: 紫外检测器。

7.3.3.4 检测波长: 210 nm。

7.3.3.5 流动相：乙腈+0.1%磷酸溶液（7.3.1.4）= 2.5+97.5（体积比）。

7.3.3.6 流速：1.0 mL/min。

7.3.3.7 进样量：20 μ L。

7.3.4 试样制备与检测

将1~5号乳酸标准工作液（7.3.1.8）分别经0.45 μ m微孔滤膜过滤（抛弃初滤液）后，上机检测，制作标准曲线。

精确称取乳酸产品0.2 g（精确至0.000 1 g）置于100 mL烧杯中，加入20 mL水充分溶解后，再加入10 mL 0.5 mol/L氢氧化钠溶液（7.3.1.5），摇匀，然后置于电炉上加热，待溶液煮沸后开始计时，沸腾5 min后停止加热，将溶液冷却至室温后，加入50%硫酸溶液（7.3.1.6）调节pH值至2.2~2.5，然后将溶液转移至100 mL容量瓶中。用水少量多次冲洗pH计电极和烧杯，冲洗液一并转移至容量瓶，最后用水定容至刻度，摇匀。取样，经0.45 μ m微孔滤膜过滤（抛弃初滤液）后，上机测定。

7.3.5 结果计算

试样中乳酸含量 ω ，以质量分数表示，按公式（2）计算：

$$\omega = \frac{100 \times c}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式（2）中：

100——试样溶液定容体积，单位为毫升(mL)；

c——通过标准曲线方程计算出的试样溶液中乳酸的浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

m——试样的质量，单位为毫克（mg）。

测定结果以两个平行样品测定结果的算术平均值表示，保留两位小数。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的相对偏差不大于0.2%。

7.4 L-乳酸占总乳酸含量的测定（高效液相色谱法）

7.4.1 试剂和材料

7.4.1.1 水：GB/T 6682规定的二级水。

7.4.1.2 硫酸铜溶液：0.5 g/L。

7.4.2 仪器和设备

高效液相色谱仪（配有紫外检测器或二极管阵列检测器）。

7.4.3 色谱条件

7.4.3.1 色谱柱：铜配体交换型手性色谱柱（ASTEC CLC-L， ϕ 4.6 mm \times 15 cm，粒度5 μ m）或其他等效色谱柱。

7.4.3.2 流动相：0.5 g/L 硫酸铜溶液（7.4.1.2）。

7.4.3.3 检测波长：254 nm。

7.4.3.4 柱温：35 $^{\circ}$ C。

7.4.3.5 流速：1.0 mL/min。

7.4.3.6 进样量：20 μ L。

7.4.3.7 分离度要求：D型与L型分离度 \geq 1.0。

7.4.4 分析步骤

称取试样0.05 g(精确至0.000 1g),加水稀释定容至100 mL,色谱分析前用0.45 μm微孔滤膜过滤。在7.4.3列出的色谱条件下进行分析测定,分析得到试样中D-乳酸和L-乳酸的峰面积值(D-乳酸保留时间约为10 min,L-乳酸保留时间约为13 min),以色谱峰面积归一法定量。

7.4.5 结果计算

L-乳酸占总乳酸含量的质量分数 ω_L ,按公式(3)计算:

$$\omega_L = \frac{A_L}{A_L + A_D} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式(3)中:

A_L : 试样中L-乳酸的峰面积值;

A_D : 试样中 D-乳酸的峰面积值。

测定结果以两个平行样品测定结果的算术平均值表示,保留两位小数。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的相对偏差不大于0.2%。

7.5 铁盐(以Fe计)的测定

7.5.1 试剂和材料

7.5.1.1 过硫酸铵。

7.5.1.2 盐酸溶液:1+3。

7.5.1.3 硫氰酸铵溶液:250 g/L。

7.5.1.4 铁标准溶液:0.01 mg/mL。

7.5.2 分析步骤

7.5.2.1 样品管的制备

称取样品1 g(精确至0.01 g)置于坩埚中,于电炉上低温炭化至无烟,然后转入700℃~800℃马弗炉中灰化3h~4h,放凉后,在坩埚中加入4 mL稀盐酸(7.5.1.2)溶解残渣并转移至容量为50 mL钠氏比色管中,按顺序加过硫酸铵(7.5.1.1)30 mg,水35 mL,硫氰酸铵溶液(7.5.1.3)3 mL,最后加水稀释至50 mL,摇匀。

7.5.2.2 标准管的制备

准确吸取1 mL铁标准溶液(7.5.1.4)与试样管同时同样处理。

7.5.2.3 比色测定

在白色背景下,样品管与标准管进行比色。样品管颜色不深于标准管,则试样中铁盐(以Fe计)的质量分数不高于0.001%。

7.6 硫酸盐(以 SO_4^{2-} 计)的测定

7.6.1 试剂和材料

- 7.6.1.1 盐酸溶液：1+3。
- 7.6.1.2 氯化钡溶液：250 g/L。
- 7.6.1.3 硫酸盐 (SO_4^{2-}) 标准溶液：0.8 mg/mL。

7.6.2.1 样品管的制备

称取样品 2.00 g（精确至 0.01 g）置于坩埚，于电炉上低温炭化至无烟，转入 700 °C~800 °C 马弗炉中灰化 3 h~4 h，放凉后，加水溶解并转移到 50 mL 钠氏比色管中，用水稀释到 25 mL，再加盐酸（7.6.1.1）溶液 1 mL，置于 30 °C~35 °C 水浴中保温 10 min，然后加氯化钡溶液（7.6.1.2）3 mL，摇匀，于暗处放置 5 min。

7.6.2.2 标准管的制备

准确吸取 1 mL 硫酸盐标准溶液（7.6.1.3）与试样管同时同样处理。

7.6.2.3 比色测定

试样管与标准管进行比浊，试样管浊度不深于标准管，则试样中硫酸盐的质量分数（以 SO_4^{2-} 计）不高于 0.04%。

7.7 氯化物（以 Cl^- 计）的测定

7.7.1 试剂和材料

- 7.7.1.1 硝酸溶液：1+9。
- 7.7.1.2 硝酸银溶液：17 g/L。
- 7.7.1.3 氯化物 (Cl^-) 标准溶液：1.0 mg/mL。

7.7.2 分析步骤

7.7.2.1 样品管的制备

称取样品 1.00 g（精确至 0.01 g）置于坩埚，于电炉上低温炭化至无烟，转入 700 °C~800 °C 马弗炉中灰化 3 h~4 h，放凉后，加硝酸溶液（7.7.1.1）10 mL 后转移到 50 mL 钠氏比色管中，加适量水使体积达到大约 40 mL，加硝酸银溶液（7.7.1.2）1 mL，最后用水稀释至 50 mL，摇匀，于暗处放置 5 min。

7.7.2.2 标准管的制备

准确吸取 2 mL 氯化物标准溶液（7.7.1.3）与试样管同时同样处理。

7.7.2.3 比浊测定

试样管与标准管进行比浊，其浊度不深于标准管，则试样中氯化物的质量分数（以 Cl^- 计）不高于 0.2%。

7.8 还原糖的测定

按 GB 5009.7 第一法的规定进行。

7.9 灼烧残渣的测定

按GB/T 6438测定。

7.10 砷（以As计）测定

按GB/T 13079测定。

7.11 铅（以Pb计）的测定

按GB/T 13080测定。

7.12 铬（以Cr计）的测定

按GB/T 13088测定。

7.13 氰化物的测定

按GB/T 13084测定。

7.14 柠檬酸、草酸、磷酸、酒石酸的含量鉴定

7.14.1 试剂和材料

氢氧化钙溶液：称取氢氧化钙3 g，加水1000 mL后密封，用力振摇，放置1 h，用时倾取上层清液。

7.14.2 分析

称取试样0.5 g，加水5 mL溶解，混匀，加入氢氧化钙溶液（7.14.1）40 mL，加热煮沸2 min，不应产生浑浊，即为通过试验。

8 检验规则

8.1 组批

以相同材料、相同的生产工艺、连续生产或同一班次生产的产品为一批，但每批次产品不得超过50 t。

8.2 出厂检验

出厂检验项目为：感官性状、总酸含量（滴定）、总乳酸含量（HPLC）、铁盐、氯化物、灼烧残渣。

8.3 型式检验

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

- a) 新产品投产时；
- b) 原料、设备、加工工艺有较大改变时；
- c) 产品停产3个月以上，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) 当饲料管理部门提出进行型式检验要求时。

8.4 判定规则

8.4.1 出厂检验项目全部合格，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。

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

9 标签、包装、运输、贮存、保质期

9.1 标签

标签按照GB 10648的规定执行。

9.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮、防渗漏。

9.3 运输

运输过程中防止包装破损、日晒、雨淋，禁止与有毒有害物质混装、混运。

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

包装完好的产品，在规定的运输、贮存条件下，原包装自生产之日起保质期为24个月。

附 录 A
(规范性)
乳酸对照品的标定

A.1 试剂和材料

- A.1.1 乳酸对照品：L-乳酸，标示含量 $\geq 98\%$ 。
 A.1.2 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液：按GB/T 601 配制和标定。
 A.1.3 10 g/L 酚酞指示剂溶液：将1 g 酚酞溶于60 mL 95%乙醇中，用水稀释至100 mL。

A.2 仪器和设备

- A.2.1 电热套：200 mL。
 A.2.2 圆底烧瓶：200 mL。
 A.2.3 球形冷凝管：500 mm。

A.3 标定

准确称取乳酸对照品 (A.1.1) 0.2 g (精确到0.000 1 g) 至200 mL圆底烧瓶中，加入30 mL水，装上球形冷凝管，接通冷却水，加热回流15 h，然后冷却至室温。加50 mL水及0.2 mL 10 g/L酚酞指示剂(A.1.3)，用0.1 mol/L氢氧化钠标准滴定溶液(A.1.2)滴定至微红色30 s 不褪色，记录消耗0.1 mol/L氢氧化钠标准滴定溶液的体积 (V_2)。进行空白试验 (仅不加乳酸对照品)，记录消耗0.1 mol/L氢氧化钠标准滴定溶液的体积 (V_1)。乳酸对照品的质量分数 ω (%) 按式 (A.1) 计算：

$$\omega = \frac{C \times (V_2 - V_1)}{1\,000 \times m} \times 90.08 \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

- C——氢氧化钠标准滴定溶液 (A.1.2) 的标定浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；
 V_1 ——空白试验时所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为升 (mL)；
 V_2 ——滴定乳酸溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为升 (mL)；
 1 000——体积单位换算系数；
 90.08——乳酸的摩尔质量 (g/mol)；
 m——乳酸样品的质量 (g)。

附录 B
(资料性)
饲料添加剂乳酸的高效液相色谱图

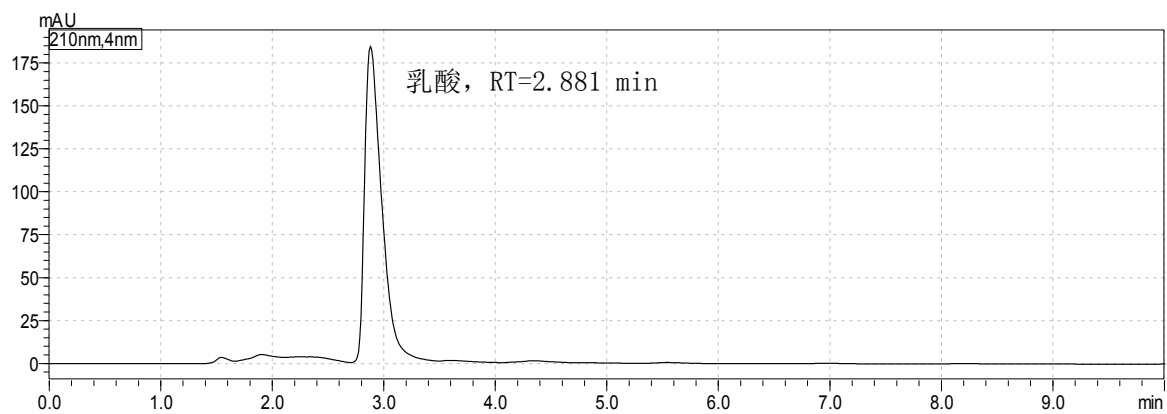


图 B.1 饲料添加剂乳酸的高效液相色谱图（总乳酸的测定）