

团 体 标 准

T/CFIAS 3013—2023

饲料添加剂 L-亮氨酸

Feed additive — L-leucine

2024-1-31 发布

2024-2-29 实施

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。

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。

本文件由中国饲料工业协会团体标准技术委员会提出并归口。

本文件起草单位：武汉远大弘元股份有限公司、新疆阜丰生物科技有限公司、梅花生物科技集团股份有限公司、湖北新生源生物工程有限公司、黑龙江金象生化有限责任公司、中国生物发酵产业协会、天津科技大学、吉林大学、中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所。

本文件主要起草人：关丹、梅雪臣、冯世红、车建芳、涂静、苏海霞、张秀萍、陈宁、王健、赵小阳。

饲料添加剂 L-亮氨酸

1 范围

本文件规定了饲料添加剂L-亮氨酸的技术要求、取样、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、糖质等为主要原料通过微生物发酵，或以蛋白质原料水解，经提取、结晶、干燥等工艺制得的饲料添加剂L-亮氨酸。

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 试验方法中所用试剂及制品的制备
- GB/T 613 化学试剂 比旋光本领（比旋光度）测定通用方法
- GB/T 6040 红外光谱分析方法通则
- 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 9724 化学试剂 pH值测定通则
- GB 10648 饲料标签
- GB/T 13079 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-4-甲基戊酸

4.2 分子式

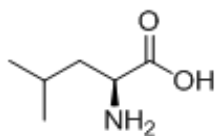


4.3 相对分子质量

131.17

注：按2022年国际相对原子质量

4.4 结构式



5 技术要求

5.1 外观与性状

本产品为白色结晶或结晶性粉末，无明显杂质和异物，具有本品特有气味，味微苦。

5.2 技术指标

应符合表1的要求。

表1 技术指标

| 项目 | 指标 |
|---|-------------|
| L-亮氨酸含量 (C ₆ H ₁₃ NO ₂ , 以干基计) / % | 98.5~101.5 |
| 干燥失重 / % | ≤0.4 |
| 灼烧残渣 / % | ≤0.3 |
| 比旋光度 α _D (20 °C, D) / [(°) dm ² · kg ⁻¹] | +14.5~+16.5 |
| pH (1 g/100 mL的水溶液) | 5.5~7.0 |
| 砷 (As) / (mg/kg) | ≤1.0 |
| 重金属 (以Pb计) / (mg/kg) | ≤10 |

6 取样

按照GB/T 14699.1的规定执行。

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，试验用水均为GB/T 6682规定的三级水；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。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器皿中，在白色背景、自然光线下观察其色泽和形态，闻其气味，品其滋味。

7.3 鉴别

7.3.1 试剂或材料

7.3.1.1 溴化钾：105 °C干燥 3 h 后转移至干燥器内冷却至室温。

7.3.1.2 茛三酮正丁醇冰乙酸溶液（2 g/L）：称取茛三酮 0.2 g，溶于 100 mL（正丁醇+冰乙酸（2 mol/L）=95+5）溶液中。

7.3.1.3 展开剂：正丁醇+水+冰乙酸=3+1+1。

7.3.1.4 L-亮氨酸对照品：纯度≥99.0%。

7.3.1.5 硅胶 G 薄层板：使用前于 105 °C干燥 0.5 h。

7.3.2 仪器设备

7.3.2.1 红外光谱仪：扫描范围为 4 000 cm^{-1} ~400 cm^{-1} 。

7.3.2.2 分析天平：精度为 0.000 1 g。

7.3.2.3 干燥器。

7.3.2.4 烘箱：温控精度±2 °C。

7.3.3 鉴别方法

7.3.3.1 薄层色谱法

称取试样适量，加水溶解并稀释制成每 1 mL 中约含 L-亮氨酸 0.4 mg 的试样溶液。称取 L-亮氨酸对照品（7.3.1.4）适量，加水溶解并稀释制成每 1 mL 中约含 L-亮氨酸 0.4 mg 的对照品溶液。吸取试样溶液、对照品溶液各 2 μL ，分别点于同一硅胶 G 薄层板（7.3.1.5）上，用展开剂（7.3.1.3）展开，晾干，喷以茛三酮正丁醇冰乙酸溶液（7.3.1.2），于 105 °C 加热至斑点出现，立即观察。试样溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点相同。

7.3.3.2 红外光谱法

按照 GB/T 6040 压片法，称取试样 20 mg，精确至 0.000 1 g，加溴化钾（7.3.1.1）约 2 g，充分研磨混匀，压片，扫描并记录红外光谱图。试样的红外吸收图谱应与标准品的图谱一致（标准品图谱见附录 A）。

7.4 L-亮氨酸含量

7.4.1 试剂或材料

7.4.1.1 无水甲酸。

7.4.1.2 冰乙酸。

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

7.4.2 仪器设备

7.4.2.1 电位滴定仪：精度为 $\pm 0.01 \text{ mV}$ 。

7.4.2.2 分析天平：精度为 0.0001 g 。

7.4.3 试验步骤

平行做两份试验。称取试样 0.1 g ，精确至 0.0001 g ，加无水甲酸（7.4.1.1） 1 mL 溶解后，加冰乙酸（7.4.1.2） 25 mL ，用高氯酸标准滴定溶液（7.4.1.3）滴定。同法做空白试验。

7.4.4 试验数据处理

L-亮氨酸含量（ $\text{C}_6\text{H}_{13}\text{NO}_2$ ，以干基计）以质量分数 ω_1 计，数值以百分含量（%）表示，按式（1）计算：

$$\omega_1 = \frac{(V - V_0) \times c \times M}{m \times (1 - w) \times 1000} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

V —— 试样溶液消耗高氯酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 —— 空白溶液消耗高氯酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c —— 高氯酸标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M —— L-亮氨酸摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M = 131.17$ ）；

m —— 试样的质量的数值，单位为克（g）；

w —— 试样的干燥失重测定的数值，单位为百分含量（%）；

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，保留至小数点后一位。

7.4.5 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

按照GB/T 6435—2014中8.1的规定执行。

7.6 灼烧残渣

按照GB/T 6438规定执行

7.7 比旋光度

7.7.1 试剂或材料

- 7.7.1.1 水：GB/T 6682，二级。
- 7.7.1.2 盐酸溶液： $c(\text{HCl})=6.0 \text{ mol/L}$ 。
- 7.7.1.3 滤纸：中速，定性。

7.7.2 仪器设备

- 7.7.2.1 旋光仪： $(589.3 \pm 0.3) \text{ nm}$ 。
- 7.7.2.2 分析天平：精度为 0.0001 g 。

7.7.3 试验步骤

平行做两份试验。称取试样 2.0 g ，精确至 0.0001 g ，加盐酸溶液（7.7.1.2）溶解并定容至 50 mL ，用滤纸（7.7.1.3）过滤，调节滤液温度至 $(20 \pm 0.5) \text{ }^\circ\text{C}$ ，按照GB/T 613的规定执行。

7.7.4 试验数据处理

比旋光度以 $\alpha_m(20 \text{ }^\circ\text{C}, \text{D})$ 计，数值以 $(^\circ) \cdot \text{dm}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$ 表示，按式（2）计算：

$$\alpha_m = \frac{\alpha \times V}{l \times m \times (1-w)} \quad (2)$$

式中：

- α —— 试样溶液在 $20 \text{ }^\circ\text{C}$ 测得的旋光度的数值，单位为度（ $^\circ$ ）；
- V —— 试样溶液的体积的数值，单位为毫升（ mL ）；
- l —— 旋光管的长度的数值，单位为分米（ dm ）；
- m —— 试样的质量的数值，单位为克（ g ）；
- w —— 试样的干燥失重测定的数值，单位为百分含量（ $\%$ ）。

试验结果以平行测定结果的算术平均值表示，保留至小数点后一位。

7.8 pH 值

7.8.1 仪器设备

- 7.8.1.1 pH 计：精度为 ± 0.01 。
- 7.8.1.2 分析天平：精度为 0.01 g 。

7.8.2 试验步骤

平行做两份试验。称取试样适量，精确至 0.01 g ，加水稀释制成 $1 \text{ g}/100 \text{ mL}$ 的 L-亮氨酸溶液，摇匀，按照GB/T 9724的规定执行。结果用算术平均值表示，保留至小数点后一位。

7.9 砷

按照GB/T 13079或古蔡氏法的规定执行。

7.9.1 试剂或材料

- 7.9.1.1 盐酸。
- 7.9.1.2 锌粒。

7.9.1.3 溴化汞试纸。

7.9.1.4 碘化钾溶液：称取碘化钾 16.5 g，加水溶解并稀释至 100 mL。临用现配。

7.9.1.5 酸性氯化亚锡溶液：称取氯化亚锡 20 g，加盐酸（7.9.1.1）溶解并稀释至 50 mL，过滤，摇匀。本溶液使用期限为 3 个月。

7.9.1.6 氢氧化钠溶液：称取氢氧化钠 20 g，加水 80 g 溶解，摇匀。

7.9.1.7 硫酸溶液：移取硫酸 57 mL，缓缓加入 900 mL 水中，冷却，加水稀释至 1 000 mL，摇匀。

7.9.1.8 砷标准储备溶液（0.1 mg/mL）：称取三氧化二砷 0.132 g，加氢氧化钠溶液（7.9.1.6）5 mL 溶解后，用适量硫酸溶液（7.9.1.7）中和，再加硫酸溶液（7.9.1.7）10 mL，加水稀释并定容至 1 000 mL，摇匀。

7.9.1.9 砷标准溶液（1 μg/mL）：准确移取砷标准储备溶液（7.9.1.8）10 mL，加硫酸溶液（7.9.1.7）10 mL，加水稀释并定容至 1 000 mL，摇匀。临用现配。或购买砷有证标准物质。

7.9.1.10 乙酸铅棉花。

7.9.2 仪器设备

7.9.2.1 分析天平：精度为 0.001 g。

7.9.2.2 仪器装置（见图 1）：A 为 100 mL 标准磨口锥形瓶；B 为中空的的标准磨口管，上连导气管 C；D 为具孔的有机玻璃旋塞；E 为中央具有圆孔的有机玻璃旋塞盖。或购买古蔡氏测砷装置。

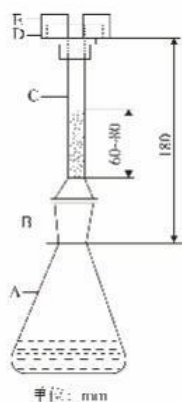


图1 仪器装置

7.9.2.3 水浴锅。

7.9.3 试验步骤

7.9.3.1 标准砷斑的制备

准确移取砷标准溶液（7.9.1.9）2 mL，置于A瓶中，加盐酸（7.9.1.1）5 mL与水21 mL，再加碘化钾溶液（7.9.1.4）5 mL与酸性氯化亚锡溶液（7.9.1.5）5滴，在室温放置10 min后，加锌粒（7.9.1.2）2 g，立即按图1组装完整的部件，即于导气管C中装入乙酸铅棉花（7.9.1.10）60 mg（装管高度60 mm~80 mm），再于旋塞D的顶端平面上放一片溴化汞试纸（7.9.1.3），大小以能覆盖孔径而不露出平面为

宜) 盖上旋塞盖E并旋紧, 密塞于A瓶上, 并将A瓶置于25 ℃~40 ℃水浴中, 反应45 min, 取出溴化汞试纸, 即得标准砷斑。

7.9.3.2 试样砷斑的制备

平行做两份试验。称取试样 2.0 g, 精确至 0.001 g, 加水 23 mL 溶解后, 加盐酸 (7.9.1.1) 5 mL, 再加碘化钾溶液 (7.9.1.4) 5 mL 与酸性氯化亚锡溶液 (7.9.1.5) 5 滴, 在室温放置 10 min 后, 加锌粒 (7.9.1.2) 2 g, 立即按图 1 组装完整的部件, 同 7.9.3.1 操作, 即得试样砷斑。

7.9.3.3 结果判定

试样砷斑 (7.9.3.2) 颜色不应深于标准砷斑 (7.9.3.1) 颜色。

7.10 重金属

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 盐酸溶液 I: 移取盐酸 63 mL, 加入水中并稀释至 100 mL, 摇匀。

7.10.1.5 盐酸溶液 II: 移取盐酸 18 mL, 加入水中并稀释至 100 mL, 摇匀。

7.10.1.6 氨水溶液: 移取氨水 40 mL, 加水稀释至 100 mL, 摇匀。

7.10.1.7 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 (7.10.1.4) 38 mL, 用盐酸溶液 II (7.10.1.5) 或氨水溶液 (7.10.1.6) 准确调节 pH 值至 3.5, 加水稀释至 100 mL, 摇匀。

7.10.1.8 硫代乙酰胺溶液: 称取硫代乙酰胺 4 g, 加水溶解并稀释至 100 mL, 置于冰箱中保存。临用前取混合液 (由 1 mol/L 氢氧化钠溶液 15 mL、水 5.0 mL 及甘油 20 mL 组成) 5.0 mL, 加上述硫代乙酰胺溶液 1.0 mL, 置于水浴上加热 20 s, 冷却, 立即使用。

7.10.1.9 铅标准储备溶液 (100 μg/mL): 称取硝酸铅 0.159 9 g, 加硝酸 5 mL 与水 50 mL 溶解后, 加水稀释并定容至 1 000 mL, 摇匀。

7.10.1.10 铅标准溶液 (10 μg/mL): 准确移取铅标准储备溶液 (7.10.1.9) 10 mL, 加水稀释并定容至 100 mL, 摇匀。或购买铅有证标准物质。

7.10.1.11 酚酞指示液 (10 g/L): 称取酚酞 1 g, 加乙醇溶解并稀释至 100 mL, 摇匀。

7.10.2 仪器设备

7.10.2.1 分析天平: 精度为 0.01 g, 0.01 mg。

7.10.2.2 高温炉: (550±25) ℃。

7.10.2.3 瓷坩埚。

7.10.2.4 水浴锅。

7.10.2.5 纳氏比色管: 25 mL。

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0.01 g，置于瓷坩埚中，缓缓炽灼至完全炭化，放冷。加硫酸（7.10.1.1）0.5 mL~1 mL使湿润，低温加热至硫酸蒸气除尽后，在550 °C炽灼使完全灰化，放冷。加硝酸（7.10.1.2）0.5 mL，蒸干至氧化氮蒸气除尽后，放冷。加盐酸（7.10.1.3）2.0 mL，置于水浴蒸干后加水15 mL，滴加氨水溶液（7.10.1.4）至酚酞指示液（7.10.1.11）显微红色，再加乙酸盐缓冲液（7.10.1.7）2.0 mL，微热溶解后，移至纳氏比色管，加水稀释至25 mL。

7.10.3.2 标准对照溶液的制备

除不加试样外，按照7.10.3.1操作，至加乙酸盐缓冲液（7.10.1.7）2.0 mL与水15 mL，微热溶解后，移至纳氏比色管中，准确加入铅标准溶液（7.10.1.10）1 mL，再加水稀释至25 mL。

7.10.3.3 测定与结果判定

在试样溶液（7.10.3.1）与标准对照溶液（7.10.3.2）中分别加硫代乙酰胺溶液（7.10.1.8）各2 mL，摇匀，放置2 min后，置于同一白色背景上，从比色管上方向下观察，比较所产生的颜色。试样溶液（7.10.3.1）的颜色不应深于标准对照溶液（7.10.3.2）的颜色。

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，每批产品不应超过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后方可出厂。

8.2.2 出厂检验项目为：外观与性状、L-亮氨酸含量、干燥失重、灼烧残渣、比旋光度、pH值。

8.3 型式检验

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：

- 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 所检项目全部合格，判定该批产品合格。

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验。复验结果仍不符合本文件规定，则判定该批产品不合格。

8.4.3 各项指标的极限数值判定按照 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

按照GB 10648的规定执行。

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。

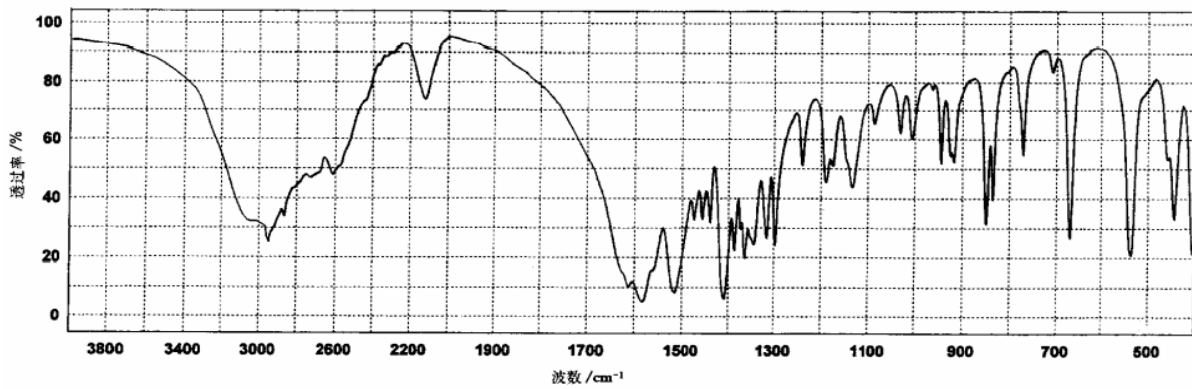
9.5 保质期

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-亮氨酸标准品红外光谱图

L-亮氨酸标准品红外光谱图见图A.1。



图A.1 L-亮氨酸标准品红外光谱图

