

团 体 标 准

T/AHSX 6—2023

饲料添加剂 L-赖氨酸硫酸盐及其发酵副产物

Feed additive—L-Lysine sulfate and its by-products from fermentation

2023 - 08 - 04 发布

2023 - 08 - 15 实施

安徽省饲料与健康养殖行业协会 发 布

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。

本文件由安徽丰原生物技术股份有限公司提出。

本文件由安徽省饲料与健康养殖行业协会归口。

本文件起草单位：安徽丰原生物技术股份有限公司、安徽丰原发酵技术工程研究有限公司、安徽富贵饲料有限公司、安徽省兽药饲料监察所、安徽赛如分析检测科技有限公司、安徽大智饲料科技有限公司。

本文件主要起草人：付松、纪传侠、韩小芬、常凯丽、宋小梅、邵付贵、吴皖榕、李俊辉、何玉霞。

饲料添加剂

L-赖氨酸硫酸盐及其发酵副产物

1 范围

本文件规定了饲料添加剂L-赖氨酸硫酸盐及其发酵副产物的要求、试验方法、检验规则及标签、包装、运输、贮存和保质期。

本文件适用于以淀粉质类或糖类为原料，以谷氨酸棒杆菌（*Corynebacterium glutamicum*）为生产菌株，经发酵、浓缩、喷雾干燥制得的饲料添加剂L-赖氨酸硫酸盐及其发酵副产物。

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 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 6435 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 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
- GB/T 18246 饲料中氨基酸的测定
- GB 34466—2017 饲料添加剂 L-赖氨酸盐酸盐

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 外观与性状

淡褐色或褐色颗粒，具有特殊气味。

4.2 技术指标

应符合表1要求。

表1 技术指标

项目	指标
L-赖氨酸含量(以干基计), %	≥ 55.0
pH值(10%水溶液)	3.0~6.0
水分, %	≤ 4.0
粗灰分, %	≤ 4.0
铵盐(以 NH_4^+ 计), %	≤ 1.0
重金属(以Pb计), mg/kg	≤ 10
总砷(以As计), mg/kg	≤ 1
粒度(筛孔尺寸1.70 mm, 筛上物的质量分数), %	≤ 10.0

5 试验方法

5.1 一般规定

除非另有说明, 在分析中仅使用分析纯试剂和GB/T 6682规定的三级水。分析中所用的标准溶液、制剂及制品, 在没有注明其它要求时, 均按GB/T 602、GB/T 603的规定制备。

5.2 外观与性状

取适量试样, 置于洁净白色瓷盘中, 在自然光线下, 观察其色泽和状态, 闻其气味。

5.3 鉴别

氨基酸、赖氨酸、硫酸根的鉴别按附录A的规定执行。

5.4 L-赖氨酸含量

方法1: GB/T 18246饲料中氨基酸的测定(仲裁法)。

方法2: 按附录B的规定执行。

5.5 pH值

称取试样5 g(准确至0.01 g), 用无二氧化碳的水溶解后, 加水至50 mL, 按GB/T 9724的规定执行。

5.6 水分

按GB/T 6435中直接干燥法的规定执行。

5.7 粗灰分

按GB/T 6438的规定执行。

5.8 铵盐

按GB 34466—2017中4.7的规定执行。

5.9 重金属

按GB 34466—2017中4.8的规定执行。

5.10 总砷

按GB/T 13079的规定执行。

5.11 粒度

5.11.1 分析步骤

称取试样100 g（精确至0.01 g），放入网孔尺寸为1.70 mm的试验筛里，将装有样品的试验筛置于电动振筛机上，筛体振幅为（35 ± 10）mm，振动频率为（220 ± 10）次/min，筛体的运动方式为平面回转运动，筛分完成后，取筛上物称重。

5.11.2 计算

筛上物的质量分数按式（1）计算：

$$P = \frac{m_1}{m} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

P ——筛上物的质量占试样总质量的百分数，%；

m_1 ——筛上物的质量，单位为克（g）

m ——试样的总质量，单位为克（g）。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果，保留至小数点后一位。

5.11.3 允许误差

5.11.3.1 试样过筛的总质量损失不得超过 1%。

5.11.3.2 筛上物质量的两个平行测定值的相对误差不超过 2%。

6 检测规则

6.1 组批

同原料、同配方、同工艺、同一生产线连续生产的产品为一批，每批产品不得超过70 t。

6.2 采样

按GB/T 14699.1的规定执行。

6.3 检验分类

检验分出厂检验和型式检验。

6.4 出厂检验

6.4.1 每批产品应经企业质检部门按本文件检验合格并附合格证后方可出厂。

6.4.2 出厂检验项目为：外观与性状、L-赖氨酸含量、pH 值、水分。

6.5 型式检验

型式检验项目为本文件要求中规定的全部项目，一般情况下，型式检验每半年进行一次。有下列情况之一时，亦应进行型式检验：

- a) 原辅材料有较大变化时;
- b) 更改关键工艺或设备时;
- c) 新试制的产品或正常生产的产品停产 3 个月后, 重新恢复生产时;
- d) 出厂检验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。

6.6 判定规则

6.6.1 抽取样品经检验, 所有项目全部合格, 则判该批产品为合格品。

6.6.2 外观与性状、技术指标有 1~2 项不合格, 则应重新自该批产品中加倍取样复检, 以复检结果为准。若仍有 1 项指标不合格, 则判该批产品为不合格品。

6.6.3 检验结果判定允许误差按 GB/T 18823 的规定执行。

7 标签、包装、运输、贮存和保质期

7.1 标签

产品标签按 GB 10648 的规定执行。

7.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮、密封。

7.3 运输

运输过程应避免日晒雨淋、受潮, 不得与有毒有害或其他有污染的物品混装、混运。

7.4 贮存

贮存在通风、干燥处, 避免与有毒有害物质混合存放。

7.5 保质期

在本文件规定的运输和贮运条件下, 原包装自生产之日起的保质期为 24 个月。

附录 A

(规范性)

鉴别

A.1 试剂和溶液

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂；符合GB/T 6682中规定的三级水或相当纯度的水。制剂及制品的制备，按GB/T 603的规定进行测定。

A.1.1 茚三酮：分析纯

A.1.2 无水柠檬酸：分析纯

A.1.3 氢氧化钠：分析纯

A.1.4 二水氯化铜：分析纯

A.1.5 盐酸：分析纯

A.1.6 乙二醇甲醚：分析纯

A.1.7 柠檬酸盐缓冲液：称取10.6 g无水柠檬酸，4.2 g氢氧化钠，溶于200 mL水中，用盐酸进行调至pH值为1.3，用水定容至250 mL，摇匀。

A.1.8 茚三酮溶液：称取10.0 g茚三酮，13.4 g二水氯化铜于1 000 mL容量瓶中，用125 mL柠檬酸盐缓冲液（A.1.7）溶解，加入375 mL乙二醇甲醚，用水定容至1 000 mL。

A.1.9 氯化钡溶液（25%）：称取25 g氯化钡加水溶解并定至100 mL，摇匀即可。

A.1.10 盐酸溶液：1 mol/L。

A.2 仪器和设备

A.2.1 分析天平：精度0.01 g，精度0.000 1 g。

A.2.2 紫外分光光度计。

A.3 鉴别

A.3.1 氨基酸的鉴别

称取试样0.5 g（精确至0.01 g），置于500 mL烧杯中，加250 mL水配成混悬水溶液，以5 000 r/min速度离心5 min，取上清液5 mL，加1 mL茚三酮溶液（A.1.8），加热3 min后，加入20 mL水并放置15 min，此溶液呈现红紫色。

A.3.2 赖氨酸的鉴别

称取试样0.05 g（精确至0.000 1 g），置于100 mL容量瓶中，加70 mL左右水，超声溶解后定容至刻度，过滤。吸取1 mL茚三酮溶液（A.1.8）置于刻度试管中，加入1 mL试样溶液，摇匀，在100℃的沸水中加热15 min，冷却至室温，用移液管吸取8 mL水，置于试管中，摇匀。以空白调零，用紫外分光光度计扫描，应在475 nm处有最大吸收峰。

A.3.3 硫酸根的鉴别

称取试样0.2 g（精确至0.01 g），于25 mL纳氏比色管中，加水溶解后，用滤纸过滤后的滤液，滴加氯化钡溶液（A. 1.9），生成白色沉淀。取此沉淀加数滴盐酸溶液（A. 1.10）不溶解。

附 录 B
(规范性)
L-赖氨酸含量

B.1 原理

赖氨酸在pH值 ≤ 3.0 时,能与茚三酮发生专一显色反应,生成一种橙红色化合物,该化合物在波长475 nm下具有最大吸收峰,且与赖氨酸含量呈线性关系。

B.2 试剂和溶液

B.2.1 L-赖氨酸盐酸盐标准品:含量 $\geq 99.0\%$ 。

B.2.2 L-赖氨酸盐酸盐标准储备液:称取L-赖氨酸盐酸盐标准品1.0 g(精确至0.0001 g)于100 mL容量瓶中,用水溶解并定容至刻度,摇匀。

B.2.3 L-赖氨酸盐酸盐标准使用液:分别吸取0.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL、6.0 mL L-赖氨酸盐酸盐标准储备液于6个100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此标准使用液浓度依次为0.00 mg/mL、0.20 mg/mL、0.30 mg/mL、0.40 mg/mL、0.50 mg/mL、0.60 mg/mL。

B.3 仪器和设备

B.3.1 分析天平:精度0.000 1 g。

B.3.2 可见分光光度计:精度0.001 A。

B.3.3 具塞刻度试管:20 mL。

B.4 分析步骤**B.4.1 标准曲线的绘制**

分别吸取1 mL L-赖氨酸盐酸盐标准使用液和1 mL茚三酮溶液(A.1.8),于6支具塞刻度试管中,在100℃的沸水浴中加热15 min,取出冷却至室温(存放时间不超过30 min),用水定容至10 mL,摇匀。用1 cm比色皿,以零管调节零点,于波长475 nm处测吸光度。

标准曲线的绘制:以L-赖氨酸盐酸盐标准使用液的浓度为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线,得出线性回归方程。

B.4.2 样品的测定

称取试样3.0 g(精确至0.000 1 g),于250 mL的烧杯中,加水溶解后,转移至500 mL容量瓶中,加水定容至刻度,摇匀。吸取此样液10 mL于100 mL容量瓶中,加水定容至刻度,摇匀。

分别移取1 mL试样溶液和1 mL茚三酮溶液(A.1.8)于具塞刻度试管中,在100℃沸水浴中加热15 min,取出冷却至室温(存放时间不超过30 min),用水定容至10.0 mL,摇匀,同时做空白。用1 cm比色皿,以空白调零,于波长475 nm处测定吸光度。从标准曲线上查得L-赖氨酸盐酸盐浓度 c (mg/mL)。

B.4.3 计算

L-赖氨酸含量(以干基计)以质量分数 ω_1 计,数值以%表示,按式(B.1)计算:

$$\omega_1 = \frac{c \times v \times 0.8004}{m \times (1 - w) \times 1000} \times 100 \quad \text{..... (B. 1)}$$

式中：

c ——从标准曲线上查得L-赖氨酸盐酸盐浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

v ——试样溶液稀释总体积，单位为毫升（mL）；

0.8004——L-赖氨酸盐酸盐换算为L-赖氨酸的系数；

m ——样品质量，单位为克（g）；

w ——试样的水分，用百分数表示（%）。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果，保留至小数点后一位。

B. 4. 4 允许误差

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于0.5%。