



# Q/WLRD

## 黑龙江省万里润达生物科技有限公司企业标准

Q/WLRD-01—2021

代替 Q/WLRD-01—2018

### L-赖氨酸硫酸盐及其发酵副产物

Feed L-Lysine Sulphate

2021-05-19 发布

2021-06-19 实施

黑龙江省万里润达生物科技有限公司 发布



企业标准信息公共服务平台  
公开 2021年05月16日 09点38分

企业标准信息公共服务平台  
公开 2021年05月16日 09点38分



## 前 言

本标准修改采用日本饲料安全法令要览（1999）。

本标准修订时，试验方法均按现行国家标准。

编写格式按 GB/T1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》的规定。

本标准由黑龙江万里润达生物科技有限公司提出并起草。

本标准主要起草人：唐志富、王清明、张晓辉、钟秀茹。

本标准所代替的版本情况：

——Q/WLRD-01—2018

企业标准信息公共服务平台  
公开  
2021年05月16日 09点38分



企业标准信息公共服务平台  
公开 2021年05月16日 09点38分

企业标准信息公共服务平台  
公开 2021年05月16日 09点38分



## L-赖氨酸硫酸盐及其发酵副产物

### 1 范围

本标准规定了 L-赖氨酸硫酸盐及其发酵副产物的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于以玉米淀粉乳为原料，经发酵造粒制得的L-赖氨酸硫酸盐及其发酵副产物。

分子式： $(C_6H_{14}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4$

结构式： $[NH_2-CH_2-(CH_2)_3-CH-COOH]_2 \cdot H_2SO_4$



分子量：390.4（按2006年国际原子量）

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应有是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

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 5917.1 饲料粉碎粒度测定 两层筛筛分法

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 18246 饲料中氨基酸的测定

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 14699.1 饲料 采样

JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则

《定量包装商品计量监督管理办法》国家质量监督检验检疫总局第 75 号令  
农业部公告第[2045]号《饲料添加剂品种目录（2013）》

### 3 要求

#### 3.1 外观



/WLRD-01—2021

本品为淡褐色或褐色颗粒，无味或微有特殊气味，部分溶于水，不溶于乙醇和乙醚。

### 3.2 技术指标

应符合表 1~表 4 规定。

表1 65 赖氨酸

项 目	指 标
L-赖氨酸含量（以干基计）/%	≥51
其他氨基酸 /%	≥10
干燥失重 /%	≤4
铵盐（以 NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> 计）/%	≤1
粗灰分 /%	≤4
铅 /（mg/kg）	≤20
砷 /（mg/kg）	≤2
粒度（1700 μm 分析筛通过率）/%	≥90
PH 值（水溶液）	3.0-6.0

表2 70 赖氨酸

项 目	指 标
L-赖氨酸含量（以干基计）/%	≥55
其他氨基酸 /%	≥10
干燥失重 /%	≤4
铵盐（以 NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> 计）/%	≤1
粗灰分 /%	≤4
铅 /（mg/kg）	≤20
砷 /（mg/kg）	≤2
粒度（1700 μm 分析筛通过率）/%	≥90
PH 值（水溶液）	3.0-6.0

表3 75 赖氨酸

项 目	指 标
L-赖氨酸含量（以干基计）/%	≥59
其他氨基酸 /%	≥10
干燥失重 /%	≤4
铵盐（以 NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> 计）/%	≤1
粗灰分 /%	≤4
铅 /（mg/kg）	≤20
砷 /（mg/kg）	≤2
粒度（1700 μm 分析筛通过率）/%	≥90
PH 值（水溶液）	3.0-6.0

表4 80 赖氨酸



项 目	指 标
L-赖氨酸含量（以干基计）/%	≥63
其他氨基酸 /%	≥5
干燥失重 /%	≤4
铵盐（以 NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> 计）/%	≤1
粗灰分 /%	≤4
铅 /（mg/kg）	≤20
砷 /（mg/kg）	≤2
粒度（900 μm 分析筛通过率）/%	≥95
PH 值（水溶液）	3.0-6.0

### 3.3 净含量

按国家质量监督检验检疫总局第 75 号令规定。

## 4 试验方法

### 4.1 试剂

除特殊说明外，所用试剂均为分析纯，水为蒸馏水或去离子水应符合 GB/T 6682 三级水的规定；按 GB/T 602、GB/T 603 的要求制备标准溶液。仪器、设备为一般实验室仪器和设备。

### 4.2 外观检验

在自然光条件下，将产品置于白色瓷盘中，产品为淡褐色或褐色颗粒。

### 4.3 L-赖氨酸含量的测定

#### 4.3.1 试剂和材料

4.3.1.1 酸解剂—盐酸溶液， $c(\text{HCl})=6 \text{ mol/L}$ ：将优级纯盐酸与水等体积混合。

4.3.1.2 液氮或干冰-乙醇（丙酮）。

4.3.1.3 稀释上机用柠檬酸钠缓冲液，PH 2.2， $c(\text{Na}^+)=0.2 \text{ mol/L}$ ：称取柠檬酸三钠 19.6 g，用水溶解后加入优级纯盐酸 16.5 ml，硫二甘醇 5.0 ml，苯酚 1 g，加水定容至 1000 ml，摇匀，用 G4 垂熔玻璃砂芯漏斗过滤，备用。

4.3.1.4 不同 PH 和离子强度的洗脱用柠檬酸钠缓冲液：按仪器说明书配制。

4.3.1.5 茚三酮冲液：按仪器说明书配制。

4.3.1.6 氨基酸混合标准储备液：含 L-天门冬氨酸、L-苏氨酸等 17 种常规蛋白水解液分析用层析纯氨基酸，各组分浓度  $c(\text{氨基酸})=2.50$ （或 2.00） $\mu\text{mol/ml}$ 。

4.3.1.7 混合氨基酸标准工作液：吸取一定量的氨基酸混合标准储备液（4.3.1.6）置于 50 ml 容量瓶中，以稀释上机用柠檬酸钠缓冲溶液（4.3.1.3）定容，混匀，使各氨基酸组分浓度  $c(\text{氨基酸})=100 \text{ nmol/ml}$ 。

#### 4.3.2 仪器设备

4.3.2.1 实验室用样品粉碎机。



/WLRD-01—2021

- 4.3.2.2 样品筛：孔径 0.25 mm。
- 4.3.2.3 分析天平：感量 0.01 g 、0.001 g 、0.000 1 g。
- 4.3.2.4 真空泵。
- 4.3.2.5 恒温箱或水解炉。
- 4.3.2.6 旋转蒸发器或浓缩器：可在室温至 65℃ 间调温，控温精度 ±1℃，真空度可低至  $3.3 \times 10^3$  Pa (25 mm 汞柱)。
- 4.3.2.7 氨基酸自动分析仪：茚三酮柱后衍生离子交换色谱仪，要求各氨基酸的分辨率大于 90%。
- 4.3.2.8 pH 计：可精确到 0.01 单位，带有温度传感器。
- 4.3.2.9 膜过滤器：0.22 μm。

#### 4.3.3 试样的制备

取具代表性的样品，用四分法缩减分取 25 g 左右，粉碎并过 0.25 mm 孔径（60 目）筛，充分混匀后装入磨口瓶中备用。

#### 4.3.4 分析步骤

##### 4.3.4.1 样品前处理

称取试样（4.3.3）约 0.05 g（精确至 0.000 1 g）于 20 ml 安瓶中，加 10 ml 酸解剂（4.3.1.1），封口。将水解管放在（110±1）℃ 恒温干燥箱中，水解 22~24 h。冷却，混匀，开管，用蒸馏水转移至 50 ml 容量瓶中，定容，摇匀。

吸取 1 ml 水解液于浓缩管，置于浓缩器中 60℃ 抽真空蒸发至干，准确加入上机溶液 10 ml，摇匀，过 0.22 μm 滤膜。

##### 4.3.4.2 测定

用相应的混合氨基酸标准工作液按仪器说明书，调整仪器操作参数和（或）洗脱用柠檬酸钠缓冲液的 PH，使各氨基酸分辨率 ≥90%，注入制备好的试样水解液和相应的氨基酸混合标准工作液，进行分析测定。酸解液每 10 个单样为一组，组间插入混合氨基酸标准工作液进行校准。

#### 4.3.5 分析结果的表述

$$\omega = \frac{A \times 10^{-6} \times D}{m(1-B)} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- ω—— L-赖氨酸含量，%；
- A—— 每毫升上机水解液中赖氨酸的含量，ng；
- B—— 样品粉碎后的干燥失重，%；
- D—— 试样稀释倍数；
- m—— 试样质量，mg；

以两个平行试样测定结果的算术平均值报告结果，保留两位小数。

#### 4.3.6 允许差

两次平行测定结果相对偏差应不大于 4%。

#### 4.4 其他氨基酸的测定



按照 GB/T 18246 规定的方法执行。

#### 4.5 干燥失重的测定

按照 GB/T 6435-2014 规定的方法执行。

#### 4.6 铵盐的测定

##### 4.6.1 原理

在样品加碱溶解后进行蒸馏使氨释放，用硼酸溶液收集，再用标定好的硫酸溶液滴定，得到硫酸的耗用量转换成氮含量。

##### 4.6.2 试剂

4.6.2.1 40%氢氧化钠溶液

4.6.2.2 0.025 mol/L 硫酸标准溶液：按 GB601 配制与标定。

4.6.2.3 2%硼酸溶液

4.6.2.4 混合指示液：0.1%的甲基红乙醇溶液，0.5%溴甲酚绿乙醇溶液，两溶液等体积混合，在阴凉处保存期为三个月。

##### 4.6.3 仪器

4.6.3.1 凯氏烧瓶：500 ml

4.6.3.2 锥形瓶：250 ml

4.6.3.3 电加热套

4.6.3.4 常量定氮蒸馏装置

##### 4.6.4 分析步骤

###### 4.6.4.1 溶解

称取混匀的试样 0.2 g（精确至 0.000 1 g），置于干燥的凯氏烧瓶中（避免样品粘在瓶颈内壁上），加入氢氧化钠溶液（4.6.2.1）80 ml，轻轻摇动烧瓶，使样品完全溶解。

###### 4.6.4.2 蒸馏

待样品溶解后，将凯氏烧瓶移于蒸馏架上，在冷凝管下端接 250 ml 锥形瓶作接收器，瓶内预先注入 2%硼酸溶液（4.6.2.3）40.0 ml 及混合指示液 3 滴。将冷凝管的下口插入锥形瓶的液体中，打开冷却水，立即连接蒸馏装置，轻轻摇动凯氏烧瓶，使溶液混合均匀，加热蒸馏，至馏出液为 150ml 时停止加热。使冷凝管下口离开锥形瓶，用少量水冲洗冷凝管，洗液并入锥形瓶中。

###### 4.6.4.3 滴定

将锥形瓶内的液体用 0.025 0 mol/L 硫酸标准溶液（4.6.2.2）滴定，使溶液由蓝绿色变为灰紫色，即为终点。同时做空白试验。

##### 4.6.5 分析结果的表述



$$X = \frac{(V_1 - V_0) \times C \times 0.028}{m} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

A —— 试样中铵盐的含量, %;

V<sub>1</sub> —— 试样消耗硫酸标准溶液的体积, ml;

V<sub>0</sub> —— 空白试验消耗硫酸标准溶液的体积, ml;

C —— 硫酸标准溶液的浓度, mol/L;

m —— 试样质量, g;

0.028 — 1ml 1mol/L 硫酸标准溶液相当于氮的质量, g。

#### 4.6.6 允许差

同一样品两次滴定所消耗硫酸标准溶液体积之差, 应小于 0.1 ml, 最终结果保留二位小数。

#### 4.7 粗灰分的测定

称取试样约 1 g (准确至 0.1 mg), 按照 GB/T 6438 的规定执行。

#### 4.8 铅的测定

按照 GB/T 13080 规定的方法执行。

#### 4.9 砷的测定

按照 GB/T 13079 规定的方法执行。

#### 4.10 粒度的测定

按照 GB/T 5917.1 规定的方法执行。

#### 4.11 PH 值的测定

称取试样约 0.5 g(准确至 0.01 g) 加水 30 ml, 用 PH 计测定。

#### 4.12 净含量检验

按照 JJF 1070 规定的方法执行。

### 5 检验规则

#### 5.1 批次

本品每批重量不得超过 60 t。

#### 5.2 采样方法

按 GB/T 14699.1 进行。

#### 5.3 出厂检验

外观、L-赖氨酸含量、干燥失重为出厂检验项目, 产品出厂前, 由公司检验部门进行检验, 检验合



格后并附有产品报告单方可出厂。

#### 5.4 型式检验

型式检验项目，均按本标准技术要求的项目全检。

型式检验每年进行一次，出现下列情况时亦应进行型式检验：

- a) 新产品鉴定或首批生产的产品；
- b) 当原料、工艺有较大变动，可能影响产品质量时；
- c) 停产三个月以上，恢复生产时；
- d) 国家质量监督机构或主管部门提出型式检验要求时。

#### 5.5 判定规则

5.5.1 检验结果全部符合本标准规定，判该批产品为合格。

5.5.2 若检验结果有一项指标不符合本标准要求时，应重新自两倍量的包装中采样进行复验。复验结果仍有一项指标不符合本标准要求时，则整批产品为不合格。

### 6 标签、包装、运输、贮存

#### 6.1 标签

包装袋上应有牢固清晰的标签，按 GB 10648 规定执行。

#### 6.2 包装

本产品应装于内衬聚乙烯塑料袋的牛皮纸袋或涂膜聚乙烯塑料袋中，也可根据用户要求进行包装，包装应确保避光。每个包装中产品净重为 25 Kg，或根据用户要求。

#### 6.3 运输

本产品运输工具清洁卫生，运输时应避光、防雨、防晒、防潮、防高温，并且不得与有毒、有害或其他有污染的物品及具有氧化性物质混装、混运。搬运时不得乱抛，防止包装破损。

#### 6.4 贮存

本产品应贮存在阴凉、干燥、清洁的室内仓库中，防止污染，不得与有毒物品混存。堆放高度适宜，堆放位置距地面和墙的距离不得少于 10 cm。

本品在规定的贮运和包装条件下，原包装从生产之日起保质期为 24 个月（开封后尽快使用，以免受潮）。