

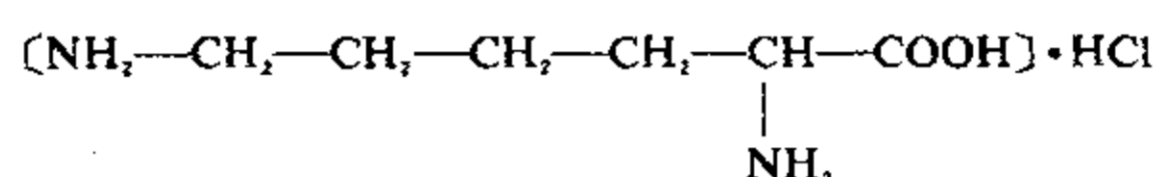
饲料级 L-赖氨酸盐酸盐

Feed grade L-lysine monohydrochloride

本标准适用于以淀粉、糖质为原料，经发酵提取制得的 L-赖氨酸盐酸盐，它是动物体的必须氨基酸，添加饲料中作氨基酸的补充剂。

分子式： $C_6H_{12}N_2O_2 \cdot HCl$

结构式：



分子量：182.65(按 1983 年国际原子量)

1 技术要求

1.1 理化性状

本品为白色或淡褐色粉末。无味或微有特殊气味。易溶于水，难溶于乙醇及乙醚。有旋光性。

本品水溶液(1+10)的 pH 值为 5.0~6.0。

1.2 饲料级 L-赖氨酸盐酸盐应符合表 1 要求。

表 1

%

指 标 名 称	指 标
含量(以 $C_6H_{12}N_2O_2 \cdot HCl$ 干基计)	\geq 98.5
比旋光度 $[\alpha]_D^{25}$	+18.0°~+21.5°
干燥失重	1.0
灼烧残渣	0.3
铵盐(以 NH_4^+ 计)	0.04
重金属(以 Pb 计)	0.003
砷(以 As 计)	0.0002

2 试验方法

试验中所用试剂和水，在未注明其他要求时，均使用分析纯试剂和蒸馏水，或相应纯度的水。

在未注明其他要求时，所用标准溶液按 GB 601—77《标准溶液制备方法》；杂质标准溶液按 GB 602—77《杂质标准溶液制备方法》；制剂及制品按 GB 603—77《制剂及制品制备方法》制备。

2.1 鉴别

2.1.1 试剂和溶液

- 2.1.1.1 茚三酮(HG 3—984—76):0.1%(m/V)溶液;
 2.1.1.2 硝酸银(GB 670—77):0.1mol/l 溶液;
 2.1.1.3 硝酸(GB 626—78):1+9 溶液;
 2.1.1.4 氢氧化铵(GB 631—77):1+2 溶液。

2.1.2 鉴别方法

2.1.2.1 氨基酸的鉴别

称取试样 0.1g,溶于 100ml 水中,取此溶液 5ml,加 1ml 茚三酮溶液(2.1.1.1),加热 3min 后,加水 20ml,静置 15min,溶液呈红紫色。

2.1.2.2 氯化物的鉴别

称取试样 1g,溶于 10ml 水中,加硝酸银溶液(2.1.1.2),即产生白色沉淀。取此沉淀加稀硝酸(2.1.1.3),沉淀不溶解;另取此沉淀加过量的氢氧化铵溶液(2.1.1.4)则溶解。

2.2 赖氨酸盐酸盐含量测定

2.2.1 试剂和溶液

- 2.2.1.1 甲酸(HG 3—1296—80);
 2.2.1.2 冰乙酸(GB 676—78);
 2.2.1.3 乙酸汞(HG 3—1096—77):6%(m/V)冰乙酸溶液;
 2.2.1.4 α -萘酚苯基甲醇指示剂:0.2%(m/V)冰乙酸指示液;
 2.2.1.5 高氯酸(GB 623—77):浓度(HClO₄)约为 0.1mol/l 的冰乙酸标准溶液。

2.2.2 测定方法

试样预先在 105℃干燥至恒重,称取干燥试样 0.2g,称准至 0.0002g,加 3ml 甲酸(2.2.1.1)和 50ml 冰乙酸(2.2.1.2),再加入 5ml 乙酸汞的冰乙酸溶液(2.2.1.3)。加入 10 滴 α -萘酚苯基甲醇指示液(2.2.1.4),用 0.1mol/l 高氯酸的冰乙酸标准溶液(2.2.1.5)滴定,试样液由橙黄色变成为黄绿色即为滴定终点。用同样方法另作空白试验以校正之。

2.2.3 结果的计算

L-赖氨酸盐酸盐(C₆H₁₁N₂O₂·HCl)的百分含量按式(1)计算:

$$\frac{0.09132 \times C \cdot (V - V_0)}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: C ——高氯酸标准溶液之浓度, mol/l;

V ——试样消耗高氯酸标准溶液之体积, ml;

V₀ ——空白试验消耗高氯酸标准溶液之体积, ml;

m ——试样之质量, g;

0.09132 ——每毫摩尔赖氨酸盐酸盐之克数。

两个平行试样测定结果之差不得大于 0.2%, 以其算术平均值报告结果。

2.3 比旋光度测定

2.3.1 仪器和设备

旋光仪:用钠光灯(钠光谱 D 线 589.3nm)作光源。

2.3.2 试剂和溶液

盐酸(GB 622—77):1+1 溶液。

2.3.3 测定方法

试样在 105℃干燥至恒重,称取干燥试样约 4g,称准至 0.0002g。用盐酸溶液(2.3.2)溶解[若样品溶液较深,可在称样后加少量水,溶解后加 0.5g 活性炭,煮沸,冷却过滤,用盐酸溶液(2.3.2)洗涤数次],并全部转入 50ml 容量瓶中。将溶液温度调至 20℃,且用盐酸溶液(2.3.2)稀释至刻度。用旋光仪(2.3.1)测定旋光度。

2.3.4 比旋光度的计算

L-赖氨酸盐酸盐在 20℃ 下,对钠光谱 D 线的比旋光度 $[\alpha]_D^{20}$ 按式(2)计算:

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{100a}{L \cdot C} \dots\dots\dots(2)$$

式中: a ——测得旋光度;

L ——旋光管的长度, dm;

C ——每 100ml 盐酸溶液中所含试样质量, g。

2.4 干燥失重的测定

2.4.1 仪器及设备

2.4.1.1 电热干燥箱:温度可控制为 $105 \pm 2^\circ\text{C}$;

2.4.1.2 称样皿: ϕ 45mm, 铝质或玻璃均可;

2.4.1.3 干燥器:用氯化钙或硅胶作干燥剂。

2.4.2 测定方法

用烘干至恒重的称样皿称取试样 1g, 称准至 0.0002g, 放入 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 的电热干燥箱中, 打开称样皿盖, 干燥 3h。取出后盖好, 放入干燥器中, 冷却至室温, 称量。再重复干燥 1h, 称量至恒重。

2.4.3 结果的计算

L-赖氨酸盐酸盐干燥失重的百分含量按式(3)计算:

$$\frac{m - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中: m ——干燥前试样质量, g;

m_1 ——干燥后试样质量, g。

2.5 灼烧残渣的测定

2.5.1 仪器和设备

2.5.1.1 高温炉:可控制温度为 $550 \pm 20^\circ\text{C}$;

2.5.1.2 瓷坩埚:30ml;

2.5.1.3 干燥器:用氯化钙或硅胶作干燥剂。

2.5.2 测定方法

在灼烧至恒重的瓷坩埚中, 称取试样 1g, 称准至 0.0002g。在电炉上小心炭化至无黑烟, 再移入高温炉于 550°C 灼烧 3~4h, 取出后稍冷再放入干燥器, 冷却至室温, 称量。再重复灼烧 1h, 并称量直至恒重。

2.5.3 结果的计算

L-赖氨酸盐酸盐灼烧残渣的百分含量按式(4)计算:

$$\frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots(4)$$

式中: m ——试样的质量, g;

m_1 ——恒重空坩埚质量, g;

m_2 ——灰分和坩埚质量, g。

2.6 铵盐的测定

2.6.1 试剂和溶液

2.6.1.1 氧化镁(HG 3-1294-80);

2.6.1.2 盐酸(CB 622-77):1+3 溶液;

2.6.1.3 氢氧化钠(GB 629—81):10%(m/V)溶液;

2.6.1.4 碘化钾(GB 1272—77);

2.6.1.5 氯化汞(HG 3—1068—77):饱和水溶液;

2.6.1.6 氢氧化钾(HG B 3006—59);

2.6.1.7 纳氏试剂:将碘化钾 10g 溶于 10ml 水中,边搅拌边慢慢地加入氯化汞饱和水溶液,直至生成的红色沉淀不再溶解为止。加入氢氧化钾 30g 并溶解之,再加入氯化汞饱和溶液 1ml,加水至 200ml。静置,取上层清液,贮于棕色瓶中。

2.6.1.8 铵标准溶液:1ml 含 0.01mgNH₄⁺。按 GB 602—77 之规定配制,使用时再准确稀释 10 倍。

2.6.2 测定方法

称取试样 2.5g,称准至 0.01g,置于蒸馏瓶中,加水 70ml,加 1g 氧化镁(2.6.1.1),进行蒸馏。用 5ml 盐酸(2.6.1.2)作吸收液,冷凝管下端应浸于此液中,馏出液收集至 40ml 左右,停止蒸馏。将馏出液准确用水稀释至 50ml。移取馏出液 2ml,置于纳氏比色管中,加 2ml 氢氧化钠(2.6.1.3),水 20ml,再加 1ml 纳氏试剂(2.6.1.7),用水稀释至 50ml 摇匀。

移取 4ml 铵标准溶液(2.6.1.8)于另一支纳氏比色管中,与试样同时同样显色,试样液颜色不得深于此标准液。

2.7 重金属的测定

2.7.1 试剂和溶液

2.7.1.1 盐酸(GB 622—77):1+3 溶液;

2.7.1.2 冰乙酸(GB 676—78):6%(V/V)溶液;

2.7.1.3 硫化钠(HG 3—905—76):1g 硫化钠溶于 10ml 水中,临用时新配。

2.7.1.4 铅标准溶液:1ml 含 0.01mgPb。按 GB 602—77 之规定配制,再准确稀释 10 倍。

2.7.2 测定方法

称取 1g 试样,称准至 0.01g,置于瓷坩埚中,在电炉上小心炭化,再于 550℃ 下灼烧 3h(或用 2.5 条灼烧残渣测定后的残灰),在残渣中加入 4ml 盐酸(2.7.1.1),于水浴上加热并蒸干。加 10ml 热水并浸渍 2min,全部转入纳氏比色管,加 2ml 乙酸溶液(2.7.1.2),用水稀释至 50ml,加 2 滴硫化钠溶液(2.7.1.3),放置 5min。

移取 3ml 铅标准溶液(2.7.1.4)与试样同时同样显色作为标准。试样液颜色不得深于此标准液。

2.8 砷的测定

2.8.1 试剂和溶液

2.8.1.1 盐酸(GB 622—77):1+1 溶液;

2.8.1.2 碘化钾(GB 1272—77):16.5%(m/V)溶液;

2.8.1.3 氯化亚锡(GB 638—78):40%(m/V)盐酸溶液,一个月内有效;

2.8.1.4 无砷金属锌(GB 2304—80);

2.8.1.5 乙酸铅脱脂棉;

2.8.1.6 溴化汞试纸;

2.8.1.7 砷标准溶液:1ml 含 0.001mgAs。按 GB 602—77 之规定配制,临用时再准确稀释 100 倍。

2.8.2 测定方法

称取试样 1g,称准至 0.01g,置于广口瓶中,按 GB 610—77《砷测定法》中“1 砷斑法”之规定进行测定。其颜色不得深于标准。

移取 2ml 砷标准溶液(2.8.1.7),与试样同时同样处理,作为标准。

3 验收规则

3.1 本品应由生产厂的技术检验部门进行检验,生产厂应保证所有出厂产品均符合本标准的要求,每批出厂的产品都应附有质量证明书和使用说明。

3.2 使用单位可按照本标准规定进行验收,如供需双方对产品质量有异议时,可由国家授权的产品质量检验机构进行仲裁检验。

3.3 本品每批重量不得超过 20t。

3.4 取样方法:

3.4.1 按表 2 规定从每批产品中选取样袋数。

表 2

每批总袋数	取样袋数
<5	所有袋数
5~16	4
17~400	$\sqrt{\text{总袋数}}$
>400	20

3.4.2 用取样器自袋口中心垂直插入 3/4 料层取样。每袋取样不少于 100g。

3.4.3 将所取样品迅速混匀,按四分法缩分至 500g,分装于两个清洁、干燥、带磨口塞的瓶中,瓶上贴标签注明:生产厂名称、产品名称、批号及取样日期。一瓶用于检验,另一瓶保存 6 个月,以供仲裁检验。

3.5 如检验中有一项指标不符合标准时,应重新自两倍量的包装中选取样品进行核验。此核验结果,即使只有一项指标不符合标准,则整批不能验收。

4 包装、标志、贮存和运输

4.1 饲料级 L-赖氨酸盐酸盐用内包装应符合食品卫生要求,外包装应防潮不易破损,每袋净重最高不超过 25kg。

4.2 包装上应有牢固标志,标明产品名称、生产厂名称、厂址、批号、批准文号、贮存条件、使用方法、净重、出厂日期,并标有“饲料级”字样。

4.3 出厂产品应附有质量证明书,内容包括产品名称、生产厂名称、厂址、批号、批准文号、产品质量、本标准编号和化验员代号。

4.4 本品应贮存于阴凉、干燥、通风处。

4.5 运输时应严防雨淋和日晒,不得与有毒有害物质混贮、混运。

附加说明:

本标准由中华人民共和国农牧渔业部提出。

本标准由中国兽药监察所、广西赖氨酸厂负责起草。

本标准主要起草人仲锋、黄辉强、李美同。

本标准等效采用日本饲料安全法。