ГОСТ 28409—89

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВИТАМИН А (РЕТИНОЛА АЦЕТАТ) МИКРОГРАНУЛИРОВАННЫЙ КОРМОВОЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

БЗ 10—2004

Москва
Стандартинформ
2006

gost.e-ecolog.ru

УДК 636.085:587.161.3:006.354 Группа Л15

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВИТАМИН А (РЕТИНОЛА АЦЕТАТ) МИКРОГРАНУЛИРОВАННЫЙ КОРМОВОЙ

Технические условия

ГОСТ 28409—89

Microgranular fodder vitamin A (retinol acetate). Specifications

МКС 65.120
ОКП 93 5342

Дата введения 01.01.90

Настоящий стандарт распространяется на кормовой микрогранулированный витамин А (ретинола ацетат), используемый в качестве добавки при производстве премиксов, комбикормов и кормосмесей с целью обеспечения потребности сельскохозяйственных животных в витамине А.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Кормовой микрогранулированный витамин А должен изготовляться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. Характеристики

1.2.1. Кормовой микрогранулированный витамин А выпускают в трех дозировках: гранувит А-250, гранувит А-325 и гранувит А-400.

По физико-химическим и органолептическим показателям кормовой микрогранулированный витамин А должен соответствовать требованиям, указанным в таблице.

Наименование показателя	Характеристика и норма гранувита		
	А-250	А-325	А-400
1. Внешний вид	Однородный сыпучий микрогранулированный порошок		
2. Цвет	От желтого до коричневого цвета; допускаются белые вкрапления		
3. Запах	Слабый характерный		
4. Подлинность (идентичность)	Появление быстро исчезающего синего окрашивания при проведении качественной реакции с треххлористой сурьмой		
5. Остаток на сите с отверстиями диаметром 0,5 мм, %, не более	5		
6. Потеря в массе при высушивании, %, не более	5		
7. Содержание витамина А, МЕ/г	От 250000 до 275000	От 325000 до 357500	От 400000 до 440000

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1990
© Стандартинформ, 2006

Продолжение таблицы

Наименование показателя	Характеристика и норма гранувита		
	А-250	А-325	А-400
8. Массовая доля витамина А на поверхности микрогранул, % от общего содержания витамина А, не более	3		
9. Безвредность в тест-дозе	Безвреден		

Примечание. Допускается уменьшение содержания витамина А в течение срока годности препарата, но не более чем на 10 % от значения, указанного при его изготовлении.

1.2.2. Требования безопасности

1.2.2.1. Кормовой микрогранулированный витамин А относится к малоопасным веществам (4-й класс опасности).

1.2.2.2. При длительном контакте с препаратом у работающих могут возникать дерматиты и раздражение слизистой оболочки носоглотки.

1.2.2.3. Токсичных соединений в воздушной среде и сточных водах в присутствии других веществ препарат не образует.

1.2.2.4. Кормовой микрогранулированный витамин А является горючим веществом, имеет следующие пожароопасные характеристики: вспышка и воспламенение отсутствуют до температуры разложения 230 °С; температура самовоспламенения 430 °С.

1.2.2.5. Удельное объемное электрическое сопротивление препарата более 10^{14} Ом · м.

1.2.2.6. При работе с препаратом используют индивидуальные средства защиты: респираторы по ГОСТ 12.4.041, перчатки или рукавицы, спецодежду и спецобувь.

1.2.2.7. Производственные помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией. Очистку производственных помещений проводят с помощью пылесосных установок или влажной уборки.

1.2.2.8. Средства тушения при загорании препарата: огнетушители, вода, песок.

1.3. Маркировка

1.3.1. Каждую упаковочную единицу снабжают этикеткой, на которой указывают:

наименование министерства;

наименование предприятия-изготовителя или его товарный знак;

наименование препарата;

содержание витамина А, МЕ/г;

массу нетто и брутто;

номер партии;

дату выпуска;

рекомендации по хранению;

обозначение настоящего стандарта;

срок годности.

1.3.2. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 со следующим дополнением: на транспортную тару наносят манипуляционные знаки «Беречь от влаги», «Беречь от нагрева».

1.4. Упаковка

1.4.1. Препарат упаковывают по 10 или 15 кг в двух-, четырехслойные бумажные мешки по ГОСТ 2226 с вкладышами из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354 или мешки по ГОСТ 17811. Полиэтиленовые вкладыши или мешки заваривают или завязывают шпагатом по ГОСТ 17308 или швейной хлопчатобумажной нитью № 00 по ГОСТ 6309. Верх бумажных мешков прошивают или склеивают.

1.4.2. Отклонение массы нетто единицы упаковки не должно превышать 1,0 %.

1.4.3. Каждую упаковочную единицу сопровождают указанием по применению кормового микрогранулированного витамина А.

2. ПРИЕМКА

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 23462*.

2.2. Для контроля качества кормового микрогранулированного витамина А отбирают 10 % упаковочных единиц, но не менее 3 единиц, если партия состоит менее чем из 30 упаковочных единиц. Если в партии 30, но не более 100 упаковочных единиц, отбирают 8 % упаковочных единиц, но не менее 5 единиц, если в партии 100 и более упаковочных единиц, отбирают 6 % упаковочных единиц, но не менее 8 единиц.

2.3. Безвредность определяют периодически, но не реже одного раза в месяц. При получении неудовлетворительных результатов испытания переводят в приемосдаточные до получения положительного результата на двух партиях подряд.

3. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

3.1. Отбор проб

3.1.1. Отбор проб — по ГОСТ 13496.0.

3.1.2. Из средней пробы отбирают не менее 500 г препарата, половину которого используют для испытаний, а другую половину хранят на случай разногласий в оценке качества в течение срока годности.

3.2. Определение внешнего вида и цвета

Около 1 г пробы, взвешенной с погрешностью не более 0,01 г, тщательно перемешивают, рассыпают тонким слоем на фильтровальной бумаге и визуально определяют внешний вид и цвет при рассеянном дневном освещении.

3.3. Определение запаха

Около 1,5 г пробы, взвешенной с погрешностью не более 0,01 г, рассыпают тонким слоем на часовом стекле диаметром 60—80 мм и по истечении 5 мин определяют запах на расстоянии 50 мм от пробы.

3.4. Определение подлинности

Сущность метода заключается в установлении идентичности полученного продукта витамину А по образованию окрашенного в синий цвет комплекса при реакции с треххлористой сурьмой.

3.4.1. Оборудование и реактивы

Весы аналитические типа ВЛР-200 по ГОСТ 24104*.

Весы лабораторные технические по ГОСТ 24104.

Баня водяная.

Колбы конические Кн-1, 2—50—14/23, КН-1, 2—200—14—23 по ГОСТ 25336.

Пипетки 1, 2, 4, 5, 6—2—1, 10 по ГОСТ 29169, ГОСТ 29227 — ГОСТ 29230.

Воронка делительная ВД-1—50ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—10 по ГОСТ 1770.

Фильтр бумажный.

Сурьма треххлористая.

Хлороформ.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166 х.ч.

3.4.2. Подготовка к испытанию

230 г треххлористой сурьмы взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в колбу и растворяют в 1 $дм^3$ хлороформа при нагревании на водяной бане. Колбу закрывают притертой пробкой и оставляют на ночь. Прозрачную часть раствора сливают в мерный цилиндр, прибавляют 2 % (по объему) уксусного ангидрида, переносят в темную склянку, перемешивают и закрывают притертой пробкой. Хлороформный раствор треххлористой сурьмы годен для анализа через сутки в течение 5—6 недель.

3.4.3. Проведение испытания

0,025 г пробы, взвешенной с погрешностью не более 0,0002 г, встряхивают в конической колбе вместимостью 50 $см^3$ с 10 $см^3$ теплой воды в течение 10 мин, затем нагревают на водяной бане при температуре 35 °С—40 °С до полного разрушения гранул. К раствору прибавляют 10 $см^3$ хлороформа, взбалтывают, отделяют хлороформный слой и фильтруют через бумажный фильтр, на

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51850—2001.

** С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

который помещают около 3 г безводного сернокислого натрия. К фильтрату прибавляют 1 см^3 хлороформного раствора треххлористой сурьмы, в результате чего должно появиться быстро исчезающее синее окрашивание.

3.5. Определение остатка на сите

Сущность метода заключается в количественном определении весовым способом остатка на сите после просеивания пробы.

3.5.1. Оборудование

Весы лабораторные технические по ГОСТ 24104.

Стакан В-1—500 ТХС по ГОСТ 25336.

Сито с отверстиями диаметром 0,5 мм по НТД.

3.5.2. Проведение испытания

100 г пробы, взвешенной с погрешностью не более 0,01 г, просеивают на сите в течение 5 мин. Просеивание считают законченным, если количество пробы, проходящей сквозь сито при дополнительном встряхивании в течение 1 мин, составляет менее 1 % пробы, оставшейся на сите.

3.5.3. Обработка результатов

Остаток на сите (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса стакана с остатком пробы после просеивания, г;

m_2 — масса пустого стакана, г;

m — масса навески, г.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2 %.

3.6. Определение потери в массе при высушивании

3.6.1. Оборудование

Весы аналитические типа ВЛР-200 по ГОСТ 24104.

Шкаф сушильный лабораторный электрический с терморегулятором марок СЭШ-1, СЭШ-3М или других аналогичных марок.

Эксикатор исполнения 2 по ГОСТ 25336.

Бюксы стеклянные вместимостью 30 см^3.

3.6.2. Проведение испытания

2 г пробы взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г в бюксе, предварительно высушенной до постоянной массы. Бюксу с крышкой помещают в сушильный шкаф и высушивают при температуре 100 °С—105 °С до постоянной массы, затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

3.6.3. Обработка результатов

Потерю в массе при высушивании (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_3 - m_4) \cdot 100}{m_3},$$

где m_3 — масса пробы до высушивания, г;

m_4 — масса пробы после высушивания, г.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2 %.

3.7. Определение содержания витамина А

Сущность метода заключается в фотометрическом измерении оптической плотности витамина А-спирта, полученного в результате омыления витамина А-ацетата спиртовым раствором щелочи, при длинах волн 300, 310, 325 и 334 нм для введения поправок на сопутствующие витамину А примеси.

3.7.1 Оборудование, материалы и реактивы

Весы аналитические типа ВЛР-200 по ГОСТ 24104.

Спектрофотометр с кюветами из кварца с толщиной поглощающего света слоя 1 см.

Колбы мерные со шлифом 2—4—50, 100—2 по ГОСТ 1770, ГОСТ 9737, ГОСТ 12738.

Колбы конические со шлифом вместимостью КН-1—100—14—23 по ГОСТ 25336.

Пипетки 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7—2—1, 5, 20, 25 по ГОСТ 29169, ГОСТ 29227 — ГОСТ 29230.

Холодильники воздушные, стеклянные по ГОСТ 25336.

Воронки делительные ВД-1—250 по ГОСТ 25336.

Баня водяная.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор с массовой долей 50 %.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962*.

Гексан.

Спирт изопропиловый по ГОСТ 9805.

Кислота аскорбиновая.

3.7.2. Проведение испытания

0,1 г пробы Гранувита А-400 или 0,13 г Гранувита А-325 или 0,15 г Гранувита А-250 взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в коническую колбу со шлифом вместимостью 100 см³, прибавляют 2 см³ воды, подогретой до температуры (55 ± 5) °С, и перемешивают, затем прибавляют 3 см³ раствора гидроокиси калия, 25 см³ этилового спирта и 0,1 г аскорбиновой кислоты и перемешивают. Колбу присоединяют к воздушному холодильнику и помещают на водяную баню. Раствор доводят до кипения и поддерживают равномерное кипение раствора в течение 15 мин. Колбу вынимают, охлаждают под струей холодной воды и прибавляют через верх холодильника 30 см³ воды. Содержимое колбы количественно переносят в делительную воронку, промывают колбу 15 см³ гексана, присоединяя его к содержимому в делительной воронке.

Закрывают делительную воронку пробкой, встряхивают 1—2 мин и дают отстояться до образования двух слоев жидкости. Разведение слоев проводят путем переноса водно-спиртового слоя во вторую делительную воронку, а гексановый слой переносят количественно в мерную колбу со шлифом вместимостью 100 см³, следя за тем, чтобы в мерную колбу не попадал водно-спиртовый слой. Водно-спиртовый слой экстрагируют четыре раза гексаном порциями по 20 см³. Экстракты собирают в ту же мерную колбу, доводят объем раствора до метки гексаном и перемешивают. 1 см³ гексанового раствора переносят в мерную колбу со шлифом вместимостью 50 см³, доводят объем раствора изопропиловым спиртом до метки и перемешивают. Измеряют оптическую плотность (D) полученного раствора на спектрофотометре при длинах волн 300, 310, 325, 334 нм в кювете с толщиной слоя 1 см. В качестве раствора сравнения применяют изопропиловый спирт.

Отношение $\frac{D_{300}}{D_{325}}$ должно быть не более 0,73.

3.7.3. Обработка результатов

Оптическую плотность с поправкой на сопутствующие витамину А примеси (D'_{325}) вычисляют по формуле

$$D'_{325} = 6{,}815 \cdot D_{325} - 2{,}555 \cdot D_{310} - 4{,}260 \cdot D_{324},$$

где D_{325}, D_{310}, D_{334} — оптические плотности испытуемого раствора при соответствующих длинах волн.

Содержание витамина А (X_2), МЕ в 1 г препарата, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{D_{325} \cdot 100 \cdot 50 \cdot 3330000}{m \cdot 1 \cdot 100 \cdot 1820} = \frac{91483{,}5 \cdot D_{325}}{m},$$

где D_{325} — оптическая плотность испытуемого раствора при длине волны 325 нм; если D'_{325} отличается от D_{325} более чем на ± 5 %, то в формулу вместо D_{325} подставляют значение D'_{325};

3330000 — количество витамина А, МЕ, соответствующее 1 г 100 %-ного ретинола;

m — масса пробы, взятая для анализа, г;

1820 — удельный показатель поглощения ($E^{1\%}_{1\text{ см}}$) при длине волны 325 нм 100 %-ного ретинола в изопропиловом спирте;

100, 50 и 1 — объем разведений, см³.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 7,50 тыс. МЕ/г.

3.8. Определение массовой доли витамина А на поверхности микрогранул в процентах от общего содержания витамина А

Сущность метода заключается в экстрагировании гексаном витамина А ацетата из пробы микрогранул и фотометрическом измерении оптической плотности экстракта при длине волны 325 нм.

---

*На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

3.8.1. Оборудование, материалы и реактивы

Весы аналитические типа ВЛР-200 по ГОСТ 24104.

Спектрофотометр с кюветами из кварца с толщиной поглощающего свет слоя 1 см.

Колбы мерные со шлифом 2, 4—25, 50—2 по ГОСТ 1770, ГОСТ 9737, ГОСТ 12738.

Колбы конические со шлифом КН-1—50—14—23 по ГОСТ 25336.

Пипетки 2, 3, 4, 5, 6, 7—2—5, 25 по ГОСТ 29169, ГОСТ 29227 — ГОСТ 29230.

Воронки типа В по ГОСТ 25336.

Фильтр бумажный.

Гексан.

Спирт изопропиловый по ГОСТ 9805.

3.8.2. Проведение испытания

1 г пробы, взвешенной с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в коническую колбу со шлифом вместимостью 50 см^3, прибавляют 25 см^3 гексана и колбу плотно закрывают. Экстрагируют в течение 30 мин, периодически перемешивая, затем раствор фильтруют с помощью воронки и бумажного фильтра. Отбирают 1—5 см^3 фильтрата в мерную колбу со шлифом вместимостью 25 см^3 и доводят объем изопропиловым спиртом до метки и перемешивают. Измеряют оптическую плотность раствора в кюветах с толщиной слоя 1 см при длине волны 325 нм. В качестве раствора сравнения применяют изопропиловый спирт.

3.8.3. Обработка результатов

Массовую долю витамина А на поверхности микрогранул (X_3) в процентах от общего содержания витамина А вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{D \cdot 25 \cdot 25 \cdot 2907000}{V \cdot m \cdot 1530 \cdot X_2} = \frac{1187500 \cdot D}{V \cdot m \cdot X_2},$$

где D — оптическая плотность испытуемого раствора при длине волны 325 нм;

25, 25 — объем разведений, см^3;

2907000 — количество витамина А, МЕ, соответствующее 1 г 100 %-ного ретинола ацетата;

V — объем фильтрата, см^3;

m — масса пробы, взятая для анализа, г;

1530 — удельный показатель поглощения ($E^{1\%}_{1\,см}$) при длине волны 325 нм 100 %-ного ретинола ацетата в изопропиловом спирте;

X_2 — содержание витамина А, МЕ в 1 г препарата.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2 %.

3.9. Определение безвредности

3.9.1. Испытание на безвредность проводят в следующих дозах: суточная терапевтическая 1320 МЕ на 1 кг массы животного и в 100 раз превышающая терапевтическую дозу — 132000 МЕ на 1 кг массы животного.

3.9.2. Проведение испытания

Проба препарата испытывается на пяти мышах массой по 18—20 г.

Испытуемый препарат в виде масляного раствора с массовой долей 0,4 % вводят в желудок однократно шприцем с металлическим зондом с оплавленной головкой диаметром не более 1 мм.

3.9.3. Обработка результатов

Препарат считают безвредным, если все мыши остаются живыми в течение 10 сут наблюдения и при патологоанатомическом вскрытии видимых изменений не наблюдается, при гибели хотя бы одного животного проверку повторяют на удвоенном количестве животных. При повторном получении неудовлетворительных результатов препарат бракуют.

4. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат транспортируют всеми видами транспорта в крытых транспортных средствах.

4.2. Препарат хранят в помещении, в сухом защищенном от света месте при температуре не выше 20 °С.

4.3. Срок годности препарата — 1 год со дня его изготовления.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством медицинской промышленности СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 25.12.89 № 4116**

3. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4799—84**

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 12.4.041—2001	1.2.2.6
ГОСТ 1770—74	3.4.1; 3.7.1; 3.8.1
ГОСТ 2226—88	1.4.1
ГОСТ 4166—76	3.4.1
ГОСТ 5815—77	3.4.1
ГОСТ 5962—67	3.7.1
ГОСТ 6309—93	1.4.1
ГОСТ 9737—93	3.7.1; 3.8.1
ГОСТ 9805—84	3.7.1; 3.8.1
ГОСТ 10354—82	1.4.1
ГОСТ 12738—77	3.7.1; 3.8.1
ГОСТ 13496.0—80	3.1.1
ГОСТ 14192—96	1.3.2
ГОСТ 17308—88	1.4.1
ГОСТ 17811—78	1.4.1
ГОСТ 24104—88	3.4.1; 3.5.1; 3.6.1; 3.7.1; 3.8.1
ГОСТ 23462—95	2.1
ГОСТ 24363—80	3.7.1
ГОСТ 25336—82	3.4.1; 3.5.1; 3.6.1; 3.7.1; 3.8.1
ГОСТ 29169—91	3.4.1; 3.7.1; 3.8.1
ГОСТ 29227—91—ГОСТ 29230—91	3.4.1; 3.7.1; 3.8.1

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 2006 г.**

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 21.04.2006. Подписано в печать 29.05.2006. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,75. Тираж 36 экз. Зак. 148. С 2885.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru
Набрано и отпечатано во ФГУП «Стандартинформ».

gost.e-ecolog.ru