ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57681— 2017

ПРОДУКЦИЯ МИКРОБИОЛОГИЧЕСКАЯ. ЛИЗИН КРИСТАЛЛИЧЕСКИЙ

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Ассоциацией «Некоммерческое партнерство Координационно-информационный центр государств — участников СНГ по сближению регуляторных практик» при участии ООО «Центр Промышленной Биотехнологии имени Княгини Е.Р. Дашковой»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 326 «Биотехнологии»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 сентября 2017 г. № 1167-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартинформ, 2017

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Технические требования . . . 2
4 Правила приемки . . . 4
5 Методы испытаний . . . 4
6 Маркировка и упаковка . . . 9
7 Транспортирование и хранение . . . 9
8 Указания по применению . . . 9
9 Гарантии изготовителя . . . 9
Библиография . . . 10

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКЦИЯ МИКРОБИОЛОГИЧЕСКАЯ. ЛИЗИН КРИСТАЛЛИЧЕСКИЙ

Технические условия

Microbiological products. Crystal Lysine. Specifications

Дата введения — 2018—08—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на лизин (далее *L*-лизин) кормовой кристаллический — препарат, предназначенный для использования в качестве добавки в корма сельскохозяйственных животных и птиц для сбалансирования аминокислотного состава кормов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.298 Государственная система обеспечения единства измерений. Колориметры фотоэлектрические лабораторные. Методика поверки

ГОСТ 12.1.008 Система стандартов безопасности труда. Биологическая безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.010 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.028 Система стандартов безопасности труда. Респираторы ШБ-1 «Лепесток». Технические условия

ГОСТ 12.4.103 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

ГОСТ 12.4.253 (ЕН 166) Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты глаз. Общие технические требования

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 199 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042, ИСО 4788) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2603 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3306 Сетки с квадратными ячейками из стальной рифленой проволоки. Технические условия

ГОСТ 4167 Реактивы. Медь двухлористая 2-водная. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4330 Реактивы. Кадмий хлористый 2,5-водный. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 8429 Бура. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13496.9 Комбикорма. Методы определения металломагнитной примеси

ГОСТ 17206 Агар микробиологический. Технические условия

ГОСТ 20264.1 Препараты ферментные. Методы определения органолептических, физико-химических и микробиологических показателей

ГОСТ 20730 Питательные среды. Бульон мясо-пептонный (для ветеринарных целей). Технические условия

ГОСТ 22967 Шприцы медицинские инъекционные многократного применения. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28498 Термометры ртутные стеклянные лабораторные. Технические условия

ГОСТ 29227 (ИСО 855-1) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31836 Центрифуги промышленные. Требования безопасности. Методы испытаний

ГОСТ Р 8.857—2013 Государственная система обеспечения единства измерений. pH-метры. Методика поверки

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 54951 Корма для животных. Определение содержания влаги

ГОСТ Р 55878 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия

ГОСТ Р 57233 Продукция микробиологическая. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ Р 57234 Продукция микробиологическая. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ Р 57248 Препараты ферментные. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ Р 57249 Препараты ферментные. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется принять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется принять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Технические требования

3.1 *L*-лизин кормовой кристаллический должен соответствовать требованиям настоящего стандарта и изготовляться по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

3.2 Характеристики, сырье и материалы

3.2.1 *L*-лизин кормовой кристаллический получают путем микробиологического синтеза с использованием ауксотрофных штаммов бактерий вида *Brevibacterium flavum* и *Corynebacterium glutamicum*.

3.2.2 Для производства *L*-лизина кормового кристаллического применяют сырье и вспомогательные материалы, указанные в технологическом регламенте.

3.3 Показатели качества препарата

В зависимости от показателей качества, лизин кормовой кристаллический производят двух видов:

- лизин-78, содержащий массовую долю *L*-лизина монохлоргидрата в пересчете на сухое вещество не менее 78,0 %;

- лизин-96, содержащий массовую долю *L*-лизина монохлоргидрата в пересчете на сухое вещество не менее 96,0 %.

3.4 По органолептическим и физико-химическим свойствам *L*-лизин кормовой кристаллический должен соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Характеристики *L*-лизина кормового кристаллического

№ п/п	Наименование показателя	Характеристика и норма		Метод испытаний
		Лизин-78	Лизин-96	
1	Внешний вид	Сыпучий кристаллический продукт или гранулы		По 5.2
2	Цвет	От светло-желтого до коричневого	От светло-желтого до светло-коричневого	По 5.2
3	Запах	Без запаха или со слабым специфическим запахом		По 5.2
4	Массовая доля влаги, %, не более[1)]	2,5	2,0	По 5.3
5	Массовая доля *L*-лизина монохлоргидрата в пересчете на сухое вещество, %, не менее	78,0[2)]	95,0	По 5.4
6	Массовая доля золы, %, не более	5,0	2,5	По 5.5
7	Содержание остатка после просеивания на сите № 05, %, не более[3)]	5,0	5,0	По 5.6
8	Массовая доля металломагнитных примесей (размер частиц не более 2 мм включ.), мг/кг, не более[4)]	30,0	30,0	По 5.7
9	Удельное оптическое вращение	—	от 17,0° до 21,5°	По 5.8
10	Бактериальная обсемененность, тыс. кл/г, не более[4)]	90,0	80,0	По 5.9
11	Безвредность в тест-дозе	Безвреден		По 5.10

[1)] Допускается по согласованию с потребителями отгружать продукт с массовой долей влаги не более 18 %.
[2)] Препарат предназначается для экспорта.
[3)] Для препарата, предназначенного на экспорт, используют сито № 05.
[4)] Определение проводят для каждой 10-й партии препарата.

3.5 Требования безопасности

3.5.1 Для предупреждения опасного и вредного воздействия микроорганизмов следует соблюдать требования биологической безопасности по ГОСТ 12.1.008.

3.5.2 Для предотвращения образования взрывоопасной смеси не допускается пылевыделение при фасовке и транспортировании препарата.

3.5.3 При работе с препаратом необходимо пользоваться индивидуальными средствами защиты:

- для защиты органов дыхания — респиратором ШБ-1 «Лепесток» по ГОСТ 12.4.028;
- защиты глаз — очками защитными по ГОСТ 12.4.253;
- защиты рук — перчатками по ГОСТ 12.4.103.

3.5.4 Все работы с препаратом должны проводить в помещениях при работающей общей и местной приточно-вытяжной вентиляции по ГОСТ 12.4.021.

3.5.5 Все работники, контактирующие с препаратом, проходят периодические медицинские осмотры по [1].

После работы с препаратом необходимо вымыть лицо и руки.

3.5.6 Предельно допустимая концентрация (ПДК) продукта в воздухе рабочей зоны — 5 мг/м^3 согласно [2].

3.5.7 Температура воспламенения t_0, равная 467 °С.

3.5.8 Пыль сухого продукта в соответствии с ГОСТ 12.1.010 относится к категории взрывоопасной пыли, способна к электризации.

3.5.9 Нижний концентрационный предел воспламенения (взрывоопасности) (НКПВ) — 35 г/м^3.

3.5.10 Удельное электрическое сопротивление ρ, равное $2{,}05 \cdot 10^{13}$ Ом · см.

4 Правила приемки

4.1 Правила приемки препарата *L*-лизин кормовой кристаллический — по ГОСТ Р 57233.

4.2 Документ о качестве дополняется реквизитом «Масса нетто отгружаемой части»; реквизит «Масса нетто партии» дополняют словами: «в техническом весе и в пересчете на основное вещество».

4.3 Контроль качества препарата по требованию потребителя проводят на предприятии-изготовителе.

5 Методы испытаний

5.1 Отбор проб

5.1.1 Отбор проб производят в соответствии с требованиями ГОСТ Р 57233 и ГОСТ Р 57248.

5.1.2 Отправителю препарата разрешено производить отбор проб через автоматический пробоотборник.

Объединенную пробу допускается помещать в полиэтиленовые мешки, которые затем герметично запаивают.

5.1.3 Масса объединенной пробы должна составлять не более 2 кг. Щуп должен быть вместимостью не более 500 г.

5.2 Определение внешнего вида, цвета и запаха

5.2.1 Определение внешнего вида и цвета проводят визуально по каждой единице фасовки в момент отбора пробы.

5.2.2 Определение запаха проводят органолептически согласно ГОСТ 20264.1.

5.3 Определение массовой доли влаги проводят по ГОСТ Р 54951 методом высушивания до постоянной массы при температуре от 100 °С до 105 °С.

5.4 Определение массовой доли *L*-лизина монохлоргидрата

Метод основан на разделении *L*-лизина кормового кристаллического и других соединений в градиенте электрического поля с последующим окрашиванием при реакции с нингидрином, элюцией окрашенного комплекса и определением оптической плотности элюата.

5.4.1 Аппаратура, материалы и реактивы:

- прибор для горизонтального электрофореза или прибор типа «Лабор-ММ» (ВНР);
- дозатор автоматический поршневой медицинский А-2 по [3];
- дозатор лабораторный АР-020 типа 3000;
- калориметр фотоэлектрический лабораторный (фотоэлектрокалориметр) по ГОСТ 8.298 любого типа, обеспечивающий измерения в интервале длин волн 535—545 нм, с погрешностью не более 5 % (по коэффициенту пропускания) или не более 0,01Д (по оптической плотности);
- центрифуга лабораторная по ГОСТ 31836 любого типа, обеспечивающая 6000 $м^{-1}$ об/мин;
- pH-метр по ГОСТ Р 8.857 или другой прибор для определения pH в диапазоне от 0 до 14 с погрешностью не более 0,05 pH;
- шкаф сушильный любого типа, обеспечивающий температуру нагрева от 50 °С до 150 °С, с точностью терморегуляции ±2 °С;
- весы лабораторные общего назначения по ГОСТ Р 53228, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или других аналогичных типов;
- бумага хроматографическая марок FN-12, ватман толщиной 3 мм или Ленинградская, марок средняя или медленная;
- цилиндры 1—50, 1—100 по ГОСТ 1770;
- колбы 1—25—2; 1—50—2; 1—100—2; 2—500-2; 2—1000—2; 2—2000—2 по ГОСТ 1770;
- пипетки 2—1—25; 8—2—0,1; 0,2 по ГОСТ 29227;
- *L*-лизин гидрохлорид фирмы «Реанал» (ВНР) или *L*-лизин моногидрохлорид для медицинских целей;
- кислота уксусная по ГОСТ 61;
- натрий уксуснокислый по ГОСТ 199;
- нингидрин по [4];
- изопропанол по [5];
- натрий тетраборнокислый (бура) по ГОСТ 8429;
- кадмий хлористый 25 водный по ГОСТ 4330;
- ацетон по ГОСТ 2603;

- спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ Р 55878;
- кислота азотная по ГОСТ 4461, химически чистая;
- медь азотнокислая или медь двухлористая по ГОСТ 4167;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

5.4.2 Приготовление рабочих растворов

5.4.2.1 Приготовление ацетатного буферного раствора с pH в интервале 3,0—3,1

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 55 см^3 ледяной уксусной кислоты и 28 см^3 раствора уксуснокислого натрия концентрации 1 моль/дм^3. Содержимое колбы доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Для количественного определения *L*-лизина кормового кристаллического требуется приготовить 2 дм^3 буферного раствора.

5.4.2.2 Приготовление раствора натрия тетраборнокислого (буры) с pH в интервале 9,1—9,2

3,78 г натрия тетраборнокислого взвешивают с точностью до 2-го десятичного знака, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем раствора до метки.

Для количественного определения *L*-лизина кормового кристаллического требуется приготовить 3 дм^3 этого раствора.

5.4.2.3 Приготовление нингидринового реактива

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят: 0,5 г нингидрина, взвешенного с точностью до одного десятичного знака; 1 см^3 уксусной кислоты и 4 см^3 дистиллированной воды. Затем доливают до метки ацетоном и перемешивают содержимое колбы до полного растворения нингидрина.

5.4.2.4 Приготовление элюирующего раствора

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 вносят 200 см^3 раствора этанола с массовой долей 75 %, добавляют 0,1 см^3 насыщенного раствора азотнокислой или двухлористой меди и 0,8 см^3 раствора азотной кислоты с массовой долей 10 %. Элюирующий раствор, содержащий ионы меди, можно заменить элюирующим раствором, содержащим ионы кадмия. В этом случае раствор готовят следующим образом. В колбу вместимостью 500 см^3 вносят 2,5 г хлористого кадмия, взвешенного с точностью до одного десятичного знака, и 230 см^3 дистиллированной воды. Перемешивают содержимое колбы до полного растворения кристаллов кадмия, приливают 250 см^3 этилового спирта, раствор в колбе снова перемешивают и доводят до метки дистиллированной водой.

5.4.2.5 Приготовление стандартного раствора *L*-лизина кормового кристаллического концентрацией 5 г/дм^3, C_5

Навеску 0,5000 г хлоргидрата *L*-лизина кормового кристаллического, предварительно взвешенную при температуре (105 ± 2) °С до постоянной массы в течение 4 ч, взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3.

Колбу доливают раствором изопропанола с массовой долей 10 % до полного растворения *L*-лизина кормового кристаллического. Концентрация полученного раствора должна составлять 5 г/дм^3.

Примечание — Навеска считается высушенной до постоянной массы, если разница между двумя последними взвешиваниями будет не более 1,0000 мг.

5.4.2.6 Приготовление стандартного раствора *L*-лизина кормового кристаллического концентрацией 2,5 г/дм^3, $C_{2,5}$

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 пипеткой отбирают 25 см^3 стандартного раствора *L*-лизина кормового кристаллического с концентрацией 5 г/дм^3. Содержимое колбы доводят до метки раствором изопропанола с массовой долей 10 % и тщательно перемешивают. Концентрация полученного раствора составляет 2,5 г/дм^3.

Полученные стандартные растворы сохраняют в холодильнике при температуре 4 °С в течение 1 мес.

5.4.3 Подготовка к испытанию

При анализе каждой партии берут одновременно не менее двух параллельных навесок испытуемого образца *L*-лизина кормового кристаллического. Навеску образца 0,5000 г взвешивают с точностью до 4-го десятичного знака.

Взятые навески без потерь переносят в мерные колбы вместимостью 100 см^3, доливают в каждую из них по 80 см^3 дистиллированной воды. Колбы закрывают пробками и оставляют на 45 мин при комнатной температуре для растворения *L*-лизина кормового кристаллического, перемешивая содержимое колб каждые 10 мин. Далее содержимое колб доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают, помещают в центрифужные стаканы и центрифугируют в течение 10—15 мин.

5.4.4 Проведение испытания

Полученный раствор объемом 0,03—0,05 см³ наносят пипеткой или лабораторным дозатором на бумагу для электрофореза. Той же пипеткой или лабораторным дозатором наносят 0,03—0,05 см³ стандартных растворов *L*-лизина кормового кристаллического (см. примечание).

Для одной навески должно быть нанесено не менее трех точек пробы и не менее двух точек каждого стандартного раствора. Порядок нанесения проб и стандартных растворов следующий:

$$C_{2,5} — \text{проба} — C_5 — \text{проба} — C_{2,5} — \text{проба} — C_5.$$

Примечание — Перед нанесением стандартные растворы *L*-лизина должны быть выдержаны при комнатной температуре не менее 1 ч.

Электрофорез проводят в ацетатном буфере или в растворе буры в течение 30—90 мин при градиенте напряжения 14—35 г/см, причем плотность тока устанавливается в пределах от 0,2 до 0,9 мА/см.

По окончании электрофореза бумагу высушивают сначала в вытяжном шкафу, а затем в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С в течение 10 мин. Далее электрофореграмму опрыскивают нингидриновым реактивом, подсушивают в вытяжном шкафу до появления красных пятен, а затем в сушильном шкафу при температуре 60 °С в течение 20 мин или при температуре 80 °С в течение 10 мин.

Пятна, соответствующие лизину, вырезают и экстрагируют 5 см³ элюирующего раствора в течение 15 мин в темноте. Затем замеряют интенсивность окраски раствора на фотоколориметре при зеленом светофильтре в кювете с толщиной поглощающего свет пути 10 мм против контрольного раствора. Для его получения вырезают с края электрофореграммы участок в два раза больший, чем площадь вырезанного пятна лизина, и экстрагируют 10 см³ элюирующего раствора в течение 15 мин в темноте.

5.4.5 Обработка результатов

Массовую долю лизина X в пересчете на сухое вещество, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C_{2,5} \cdot 0{,}1 \cdot 100 \cdot 100}{\alpha \cdot (100 - W)} \cdot \frac{(\overline{D}_5 - \overline{D}_{ПР} - 2\overline{D}_{2,5})}{(\overline{D}_5 - \overline{D}_{2,5})}, \quad (1)$$

где $C_{2,5}$ — концентрация стандартного раствора *L*-лизина, равная 2,5 г/дм³;

α — навеска образца, г;

0,1 — объем мерной колбы, дм³;

100 — перевод в проценты;

$\overline{D}_{2,5}$ и $\overline{D}_5$ — среднеарифметические величины оптических плотностей стандартных растворов концентраций 2,5 и 5,0 г/дм³ соответственно;

$\overline{D}_{ПР}$ — среднеарифметическая величина оптической плотности анализируемого раствора;

W — массовая доля влаги, %.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 10 % относительных.

5.5 Определение массовой доли золы

5.5.1 Аппаратура и материалы:

- печь муфельная с диапазоном нагрева от 50 °С до 1000 °С, обеспечивающая поддержание заданной температуры в пределах ±25 °С;
- весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ Р 53228;
- стаканчики для взвешивания стеклянные (бюксы) типа СН по ГОСТ 25336; или
- металлические диаметром 45—50 мм и высотой 40—50 мм;
- эксикаторы 1-250 по ГОСТ 25336;
- тигли фарфоровые по ГОСТ 9147 или тигли платиновые;
- кальций хлористый 2-водный по [6], прокаленный; или
- кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,64 г/см³;
- вазелин или смазка вакуумная.

5.5.2 Подготовка к испытанию

Муфельная печь должна быть снабжена терморегулятором и прибором для определения температуры внутри муфельной печи.

Эксикатор в нижней части должен быть заполнен прокаленным хлористым кальцием или концентрированной серной кислотой. Пришлифованные края эксикатора смазывают вазелином или вакуумной смазкой.

5.5.3 Проведение испытания

Навеску препарата 2,0000—3,0000 г, взвешенную с точностью до 4-го десятичного знака, помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный фарфоровый или платиновый тигель, смачивают 0,5—1,0 $см^3$ концентрированной серной кислоты и осторожно нагревают на сетке или песчаной бане до удаления паром серной кислоты. Затем прокаливают при красном калении и температуре 600 °С до постоянной массы в течение 2 ч, избегая сплавления золы и спекания ее со стенками тигля. По окончании прокаливания тигель охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Последующие взвешивания проводят через 30—40 мин после прокаливания тигля до постоянной массы. Постоянная масса тигля считается достигнутой, если разница в массе между двумя прокаливаниями не будет превышать 0,001 г.

5.5.4 Обработка результатов

Массовую долю золы X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{M_2 - M_0}{M_1 - M_0} \cdot 100, \quad (2)$$

где M_2 — масса тигля с навеской после сжигания, г;

M_0 — масса пустого тигля, г;

M_1 — масса тигля с навеской до сжигания, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений. Расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать ±0,1 % абсолютных.

5.6 Определение содержания остатка после просеивания на сите № 05

5.6.1 Аппаратура, материалы и реактивы:

- весы лабораторные общего назначения по ГОСТ Р 53228, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;
- сито из проволочной сетки № 05 по ГОСТ 3306 или по другой действующей нормативно-технической документации;
- рассев лабораторный любого типа, обеспечивающий 180—200 колебаний в минуту;
- кружочки резиновые массой не более 1 г.

5.6.2 Проведение испытания

Препарат массой 100,00 г взвешивают с точностью до 2-го десятичного знака, помещают на сито лабораторного рассева, закрывают крышкой, укрепляют на платформе рассева, включают прибор и просеивают в течение 10 мин. Для очистки сита при просеивании применяют резиновые кружочки, которые помещают по 5 шт. на сито. После просеивания кружочки с сита удаляют. Допускается просеивание ручным способом при 110—120 движениях в минуту и размахе колебаний сита 10 см в течение 15 мин. Остаток на сите взвешивают с точностью до 2-го десятичного знака.

5.6.3 Обработка результатов

Содержание остатка на сите X_3, % вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{M_1 \cdot 100}{M}, \quad (3)$$

где M — масса навески, г;

M_1 — масса остатка, г.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 10 % относительных.

5.7 Массовую долю металломагнитной примеси определяют согласно ГОСТ 13496.9.

Пробу препарата перед определением размалывают на электрической лабораторной мельнице. Допускается использование среднего образца препарата массой 0,5 кг.

5.8 Определение удельного оптического вращения

5.8.1 Аппаратура, материалы и реактивы:

- весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ Р 53228;
- поляриметр любого типа, обеспечивающий измерения при длине волны 589 нм с погрешностью 5 %;
- шкаф сушильный любого типа, обеспечивающий температуру нагрева от 50 °С до 150 °С с точностью терморегуляции ±2 %;
- бумага копировальная по ГОСТ 12026;

- кислота соляная по ГОСТ 3118;
- колба П-2—50 по ГОСТ 1770;
- уголь активированный по действующей нормативно-технической документации (НТД).

5.8.2 Проведение испытания

Препарат массой 4,0 г, предварительно высушенный при температуре 105 °С в течение 3 ч, взвешивают с точностью до 1-го десятичного знака, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и растворяют в 20—30 см^3 раствора соляной кислоты с концентрацией 6 моль/дм^3, после чего объем раствора в колбе доводят до метки раствором соляной кислоты с концентрацией 6 моль/дм^3 и тщательно перемешивают.

Полученный раствор фильтруют через бумажный фильтр. Фильтрат должен быть прозрачным. В случае получения непрозрачного раствора к фильтрату добавляют 1,5—2,0 г активированного угля, перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр.

Измерение угла оптического вращения производят с помощью поляриметра при длине волны 569 нм (Д-линия N_a), используя кювету с толщиной поглощающего свет пути 10 см.

5.8.3 Обработка результатов

Удельное оптическое вращение вычисляют по формуле

$$[\alpha]_{10}^{20} = \frac{100 \cdot \alpha}{l \cdot C}, \quad (4)$$

где α — измеренный угол оптического вращения, град;

l — рабочая длина кюветы, см;

C — концентрация продукта, г/100 см^3 раствора.

5.9 Определение бактериальной обсемененности

5.9.1 Аппаратура, материалы и реактивы:

- термометр ртутный стеклянный лабораторный по ГОСТ 28498;
- весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ Р 53228;
- термостат любого типа, обеспечивающий температуру нагрева (37 ± 0,2) °С;
- лупа с увеличением в 8—10 раз;
- пробирки П2Т-25ТС по ГОСТ 25336;
- пипетки 4/5—1—1, 7—1—10 по ГОСТ 29227;
- колбы 1,2—1000—2 по ГОСТ 1770;
- чашки стеклянные лабораторные типа ЧБН-2 по ГОСТ 25336;
- натрий хлористый по ГОСТ 4233;
- бульон мясо-пептонный по ГОСТ 20730;
- агар микробиологический по ГОСТ 17206;
- раствор физиологический по [7];
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

5.9.2 Подготовка к испытанию

Мясо-пептонный агар готовят по ГОСТ 20264.1.

5.9.3 Проведение испытания

Две навески препарата по 1,00 г каждая, взвешенные с точностью до 2-го десятичного знака, помещают в две пробирки, содержащие по 9 см^3 стерильного физиологического раствора, и тщательно встряхивают.

Из полученной взвеси готовят разведения 1:100 и 1:1000. После оседания взвешенных частиц из верхнего слоя жидкости берут суспензию каждого разведения и засевают на две-три чашки Петри следующим образом: 1 см^3 суспензии стерильной пипеткой помещают в центр каждой чашки и заливают 12—15 см^3 расплавленного и охлажденного до температуры 45 °С мясо-пептонного агара. При посеве, перед заливкой агара, крышку чашки Петри быстро приоткрывают и закрывают. Сразу после заливки агара содержимое чашки тщательно перемешивают путем легкого вращательного покачивания для равномерного распределения посевного материала. После застывания агара чашки перевертывают крышками вниз, помещают в термостат с температурой 37 °С на 48 ч.

5.9.4 Обработка результатов

Количество колоний подсчитывают в каждой чашке отдельно на темном фоне, пользуясь лупой. При большом количестве колоний и равномерном их распределении дно чашки Петри делят на четыре одинаковых сектора, подсчитывают число колоний в двух секторах, находят среднее арифметическое и умножают на общее число секторов.

Для подсчета общего количества микроорганизмов в 1,00 г препарата число колоний, выросших на каждой чашке, умножают на соответствующее разведение и определяют среднеарифметическую величину по всем чашкам Петри.

5.10 Определение безвредности

5.10.1 Аппаратура, материалы и реактивы:

- ступка фарфоровая по ГОСТ 9147;
- шприц медицинский инъекционный по ГОСТ 22967 или зонд резиновый;
- цилиндр 1—100 по ГОСТ 1770;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

5.10.2 Проведение испытания

Для проведения испытания 2,0 г препарата, взвешенного с точностью до 1-го десятичного знака, тщательно растирают в ступке при непрерывном добавлении 98 $см^3$ дистиллированной воды с таким расчетом, чтобы получился 2 %-ный раствор *L*-лизина кормового кристаллического.

Отбирают пять мышей массой по 18—20 г или пять цыплят двухнедельного возраста. Раствор препарата с массовой долей 2 % ежедневно вводят перорально в течение 5 сут:

- белым мышам — по 0,5 $см^3$ с помощью шприца с инъекционной иглой, имеющей на конце наплавленную оливу, диаметром не более 1 мм;
- цыплятам — по 5 $см^3$ при помощи резинового зонда.

Наблюдение продолжают в течение двух последующих суток после прекращения введения препарата. Препарат считают безвредным, если все мыши или цыплята остаются клинически здоровыми. При гибели части животных проверку повторяют на удвоенном количестве животных в той же дозе. При гибели хотя бы одной мыши или цыпленка при повторном опыте препарат бракуют.

Каждую мышь используют в опыте один раз.

6 Маркировка и упаковка

Маркировку и упаковку препарата *L*-лизин кормовой кристаллический производят по ГОСТ Р 57249.

Препарат фасуют по 15 или 20 кг. По согласованию с потребителем допускается фасовка по 5 или 10 кг.

7 Транспортирование и хранение

Транспортирование и хранение препарата *L*-лизин кормовой кристаллический производят по ГОСТ Р 57234.

Хранение препарата осуществляют при температуре и влажности естественных условий.

8 Указания по применению

Препарат *L*-лизин кормовой кристаллический применяют в соответствии с инструкцией о применении, которая прилагается к каждой упаковке препарата.

9 Гарантии изготовителя

9.1 Изготовитель гарантирует соответствие препарата требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий применения, хранения и транспортирования, установленных техническими условиями.

9.2 Гарантийный срок хранения — 12 мес со дня изготовления препарата. По истечении гарантийного срока хранения препарат проверяют на соответствие требованиям настоящего стандарта.

В случае полного соответствия препарата указанным требованиям срок годности продлевается еще на 6 мес.

Библиография

[1] Приказ Министерства здравоохранения и социального развития Российской Федерации от 12 апреля 2011 г. № 302н	Об утверждении перечней вредных и (или) опасных производственных факторов и работ, при выполнении которых проводятся предварительные и периодические обязательные медицинские осмотры (обследования)
[2] ГН 2.2.5.1313—03	Гигиенические нормативы (с изменениями на 16 сентября 2013 г.), утвержденные 30 апреля 2003 г. № 76
[3] ТУ 64-1-2828—81	Дозаторы автоматические для объемов до 5 мл (дозаторы поршневые А1-5)
[4] ТУ 6-09-5043—86	Нингидрин 1-водный (Трикетогидринден; 1, 2, 3-индантрион) химически чистый
[5] ТУ 6-09-402—87	2-пропанол (изопропиловый спирт) химически чистый
[6] ТУ 9199-087-00206457—2010	Кальция хлорид 2-водный чистый для пищевой промышленности
[7] ГФ-XIII	Государственная фармакопея Российской Федерации XIII издания

УДК 630.86: 006.354

ОКС 07.100.01;
65.120.00

Ключевые слова: *L*-лизин кормовой кристаллический, микробиологический синтез, монохлорид

БЗ 5—2017/81

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 21.09.2017. Подписано в печать 10.10.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68. Тираж 23 экз. Зак. 1907.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru