

**Протокол исследований №04/12/15-01**

- 1. Объекты исследований:** Речицкий гидролизный лигнин.
- 2. Цель исследований:** провести анализ физико-химических показателей исследуемого образца.
- 3. Дата начала исследований:** 23 ноября 2015 г.
- 4. Дата окончания исследований:** 04 декабря 2015 г.
- 5. Место проведения исследований:** Лаборатория технологии кормовых добавок ООО «БИОВЕТ-ФЕРМЕНТ», МО, п. Правдинский, ул. Ленина, д.15/1, ОАО «ЦНИИБ».
- 6. Методика исследований:** анализ образца проводили по ряду органолептических и физико-химических показателей. Список определяемых показателей и методики их определений приведены в таблице 1.

Таблица 1

Виды проведённых исследований, методики и оборудование для их выполнения

№	Вид исследования	Методика	Оборудование
Органолептические показатели			
1	Внешний вид	ГОСТ 20083-74	-
2	Цвет		-
3	Запах		-
Физико-химические показатели			
4	Массовая доля влаги	-	Sartorius MA 150
5	Массовая доля зольных компонентов	ТУ 64.11.05-87	Муфельная печь SNOL
6	Сорбционная способность в отношении микотоксинов	СОП 2013-01	Спектрофотометр HALO RB-10
7	Сорбционная способность по индикатору метиленовому голубому	СОП 2015-01	Планшетный фотометр StatFax 321 Plus

## **7. Результаты исследований:**

### **7.1 Органолептические показатели.**

Внешний вид исследованного образца представлен на фотографии 1.



Фото. 1 Речицкий гидролизный лигнин

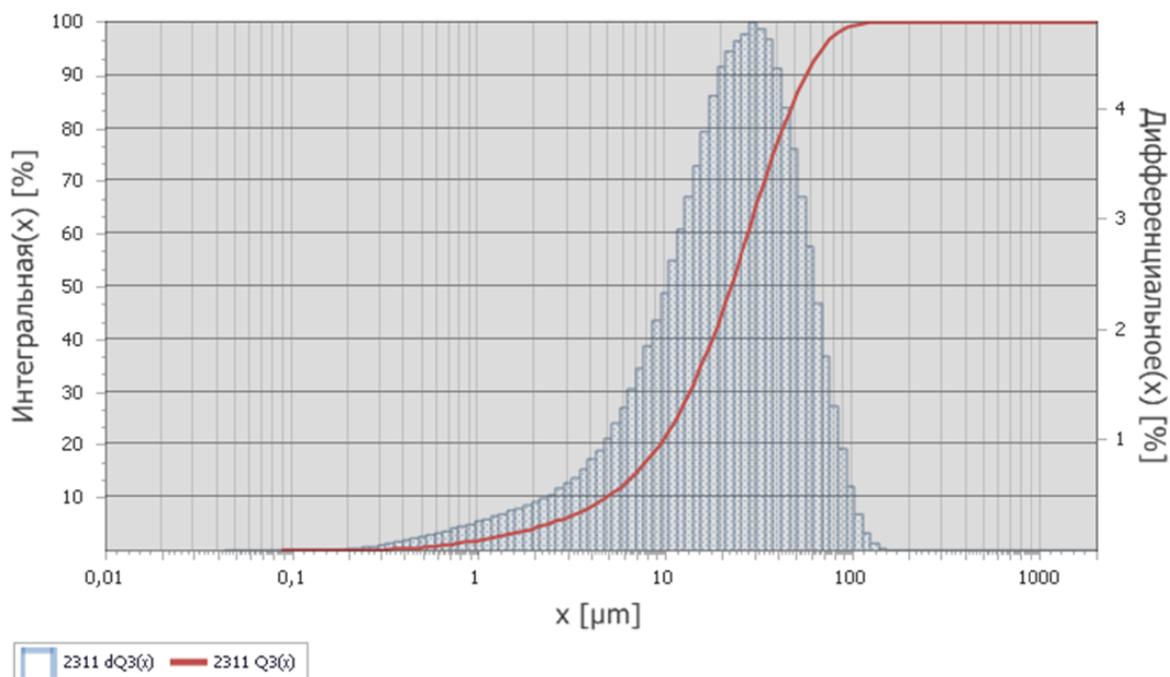
**Речицкий гидролизный лигнин** (фото. 1) – сухой, сильно спрессованный порошок темно-коричневого цвета. Гранулометрический состав неоднородный. Наблюдается агломераты. Запах практически отсутствует.

### **7.2 Сорбционная способность в отношении Т-2 микотоксина и индикатора метиленового голубого.**

Образец Речицкого гидролизного лигнина предварительно высушивался в сушильном шкафу при температуре  $60 \pm 2$  °С. Высушенный образец просеивался через сито с ячейками  $0,8 \times 0,8$  мм. Фракция прошедшая через сито с ячейками  $0,8 \times 0,8$  мм подвергалась микроизмельчению на лабораторной мельнице Retsch ZM 200 (сито 200 мкм; 10000 об/мин). Гранулометрический состав с указанием среднего арифметического диаметра частиц представлен на рисунке 1.

Полученный микроизмельченный образец использовался для анализа сорбционной способности Т-2 токсина и индикатора метиленового голубого.

Рисунок 1. Гистограмма распределения частиц по размерам микроизмельченного образца Речицкого гидролизного лигнина.



Средний арифметический диаметр частиц 27,3 мкм.

% объемный	<мкм	Козфф.вариации	M2310	M2311	M2312
1	0,7	1,1	0,7	0,7	0,7
10	4,9	2,5	4,7	4,9	5
20	9,4	1,5	9,3	9,4	9,6
30	13,6	1	13,5	13,6	13,8
40	17,9	0,7	17,8	17,8	18,1
50	22,5	0,5	22,4	22,4	22,7
60	27,9	0,4	27,8	27,8	28
70	34,4	0,3	34,4	34,3	34,5
80	43	0,2	43	42,9	43,1
90	56,7	0,2	56,8	56,6	56,7
99	94,7	0,3	95	94,8	94,4

<мкм	% объемный	Козфф.вариации	M2310	M2311	M2312
0,1	0	0	0	0	0
0,2	0	0	0	0	0
0,4	0,3	2,8	0,3	0,3	0,3
0,8	1,3	2	1,3	1,3	1,3
1,5	3,1	2,3	3,1	3	3
3	6,3	2,6	6,5	6,2	6,1
6	12,4	2,3	12,7	12,4	12
12	26,1	1,2	26,5	26,3	25,7
25	54,9	0,4	55	55,1	54,5
<b>45</b>	<b>81,8</b>	<b>0,1</b>	<b>81,8</b>	<b>82</b>	<b>81,8</b>
100	99,3	0	99,3	99,3	99,3
200	100	0	100	100	100

Сорбционная активность по индикатору метиленовому синему определялась по методике описанной в СОП 2015-01, составленной на основе ГОСТ 4453-74 Уголь активный осветляющий древесный порошкообразный. Навеска образца 0,1 г. Объём индикатора (метиленового голубого) 25 см<sup>3</sup> с массовой концентрацией 1500 мг/дм<sup>3</sup>. Время выдерживания образца в растворе индикатора 1 час при комнатной температуре.

Таблица 2

Сорбционная способность образца по индикатору метиленовому синему

№	Образец	Сорбционная способность по метиленовому синему, мг/г
1	Речицкий гидролизный лигнин	90,4

Сорбционная активность по отношению к Т-2 токсину определялась по методике описанной в СОП 2013-01. Навеска образца 0,005 г. Объём 0,1М фосфатного буферного раствора рН=6,5 содержащего Т-2 токсин с массовой концентрацией 100 мкг/дм<sup>3</sup> (1 ПДК). Время выдерживания образца в растворе Т-2 токсина 3 часа при температуре 39°С. Определение остаточной концентрации Т-2 токсина проводили методом ИФА с использованием тест-системы RIDASCREENFASTT-2 Toxin.

Для уточнения влияния водорастворимых веществ, содержащихся в исследованных образцах, на результаты ИФА были проведены холостые опыты (буферный раствор не содержал Т-2 токсина). В результате эксперимента было установлено, что водорастворимые вещества, содержащиеся в исследованном образце, не оказывают влияния на результаты ИФА.

Аналогичный опыт был проведён для оценки влияния растворителя (ацетонитрила) использованного при приготовлении ГСО Т-2 токсина, на результаты ИФА. Незначительные количества ацетонитрила (до 1 мкл/мл) не оказывают влияния на результаты ИФА.

## Сорбционная способность образцов отношении Т-2 токсина

исходная концентрация Т-2 токсина 100 мкг/дм<sup>3</sup> (1 ПДК), концентрация образца в суспензии 5 мг/мл, Т = 39°С

Образец	Остаточная концентрация Т-2 токсина (мкг/л)	Среднее значение остаточной концентрации Т-2 токсина (мкг/л)	Сорбция Т-2 токсина (%)
Речицкий гидролизный лигнин	29,59	30,32	68,78
	29,64		
	31,74		
Холостой опыт	0,00	0,00	-

## 7.3 Содержание влаги, зольных компонентов

Некоторые физико-химические показатели исследованного образца

№	Образец	Влажность, (%)	Зольность, (%)
1	Речицкий гидролизный лигнин	1,63	15,67

## 8. Выводы

1. Исследованный образец микроизмельченного Речицкого гидролизного лигнина имеет сорбционную способность в отношении индикатора метиленового синего равную 90,4 мг/г.

2. Сорбционная способность микроизмельченного Речицкого гидролизного лигнина в отношении Т-2 токсина составляет 68,78 %.

3. Влажность образца составила 1,63 %, зольность 15,67 %.

Исследование проводили:

Руководитель научно-технического развития \_\_\_\_\_ А.Ш. Набиуллин

Заведующая лабораторией \_\_\_\_\_ Т.И. Третьякова

Инженер-технолог \_\_\_\_\_ К.Л. Косарев

Инженер-технолог \_\_\_\_\_ А.В. Кудряшов

Лаборант контроля качества \_\_\_\_\_ А.А. Попов