
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
55970—
2014

ДОБАВКИ КОРМОВЫЕ ЙОДИРОВАННЫЕ

Общие технические условия

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2020

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Всероссийский государственный Центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов» (ФГБУ «ВГНКИ»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 454 «Охрана жизни и здоровья животных и ветеринарно-санитарная безопасность продуктов животного происхождения и кормов»

3 УТВЕРЖДЕН Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 марта 2014 г. № 99-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Февраль 2020 г.

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)

© Стандартиформ, оформление, 2014, 2020

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

ДОБАВКИ КОРМОВЫЕ ЙОДИРОВАННЫЕ

Общие технические условия

Iodized food additives. General specifications

Дата введения — 2015—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на йодированные и йодированные, обогащенные цинком, кормовые добавки (далее — добавки), предназначенные для обогащения йодом рационов сельскохозяйственных животных и птицы.

Требования, обеспечивающие безопасность добавок для здоровья животных и птицы, изложены в 5.1.3, требования к качеству — в 5.1.2, требования к маркировке — в 5.3.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.579 Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к количеству фасованных товаров в упаковках любого вида при их производстве, расфасовке, продаже и импорте

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.041 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность горючих пылей. Общие требования

ГОСТ 12.2.003 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.011 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация

ГОСТ 17.2.3.02 Охрана природы. Атмосфера. Правила установления допустимых выбросов вредных веществ промышленными предприятиями¹⁾

ГОСТ 21 Сахар-песок. Технические условия²⁾

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ OIML R 111-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Гири классов точности E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₁₋₂, M₂, M₂₋₃ и M₃. Часть 1. Метрологические и технические требования

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4159 Реактивы. Йод. Технические условия

ГОСТ 4165 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4174 Реактивы. Цинк сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4202 Реактивы. Калий йодноватокислый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

¹⁾ Действует ГОСТ Р 58577—2019 «Правила установления нормативов допустимых выбросов загрязняющих веществ проектируемыми и действующими хозяйствующими субъектами и методы определения этих нормативов».

²⁾ Действует ГОСТ 33222—2015 «Сахар белый. Технические условия».

- ГОСТ 4220 Реактивы. Калий двуххромовокислый. Технические условия
ГОСТ 4232 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия
ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 4403 Ткани для сит из шелковых и синтетических нитей. Общие технические условия
ГОСТ 5845 Реактивы. Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия
ГОСТ 6016 Реактивы. Спирт изобутиловый. Технические условия
ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 6825 (МЭК 81—84) Лампы люминесцентные трубчатые для общего освещения
ГОСТ 7699¹⁾ Крахмал картофельный. Технические условия
ГОСТ 9142 Ящики из гофрированного картона. Общие технические условия
ГОСТ 10163 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия
ГОСТ 10354 Пленка полиэтиленовая. Технические условия
ГОСТ 10652 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N' — тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия
ГОСТ 12302 Пакеты из полимерных пленок и комбинированных материалов. Общие технические условия
ГОСТ 14192 Маркировка грузов
ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
ГОСТ 16337 Полиэтилен высокого давления. Технические условия
ГОСТ 17269 Респираторы фильтрующие газопылезащитные РУ-60м и РУ-60му. Технические условия²⁾
ГОСТ 17308 Шлагаты. Технические условия
ГОСТ 18251 Лента клеевая на бумажной основе. Технические условия
ГОСТ 18289 Реактивы. Натрий вольфрамвокислый 2-водный. Технические условия
ГОСТ 18481 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия
ГОСТ 19360 Мешки-вкладыши пленочные. Общие технические условия
ГОСТ 20477 Лента полиэтиленовая с липким слоем. Технические условия
ГОСТ 22280 Реактивы. Натрий лимоннокислый 5,5-водный. Технические условия
ГОСТ 23153 Кормопроизводство. Термины и определения
ГОСТ 24363 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 24370³⁾ Пакеты из бумаги и комбинированных материалов. Общие технические условия
ГОСТ 25250 Пленка поливинилхлоридная для изготовления тары под пищевые продукты и лекарственные средства. Технические условия
ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 25794.2 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования
ГОСТ 26927 Сырье и продукты пищевые. Методы определения ртути
ГОСТ 26929 Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов
ГОСТ 26930 Сырье и продукты пищевые. Метод определения мышьяка
ГОСТ 26932 Сырье и продукты пищевые. Методы определения свинца
ГОСТ 26933 Сырье и продукты пищевые. Методы определения кадмия
ГОСТ 26996 Полипропилен и сополимеры пропилен. Технические условия
ГОСТ 27068 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия
ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

¹⁾ Действует ГОСТ Р 53876—2010.

²⁾ Действует ГОСТ 12.4.296—2015 «Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты органов дыхания. Респираторы фильтрующие. Общие технические условия».

³⁾ Действует ГОСТ 33772—2016.

- ГОСТ 30090 Мешки и мешочные ткани. Общие технические условия
 ГОСТ 30692 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Атомно-абсорбционный метод определения содержания меди, свинца, цинка и кадмия
 ГОСТ 31449 Молоко коровье сырое. Технические условия
 ГОСТ 31650 Средства лекарственные для животных, корма, кормовые добавки. Определение массовой доли ртути методом атомно-абсорбционной спектроскопии
 ГОСТ 31660 Продукты пищевые. Инверсионно-вольтамперометрический метод определения массовой концентрации йода
 ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике
 ГОСТ Р ИСО 6497 Корма для животных. Отбор проб¹⁾
 ГОСТ Р 51568 (ИСО 3310-1—90) Сита лабораторные из металлической проволочной сетки. Технические условия
 ГОСТ Р 51574 Соль пищевая. Технические условия
 ГОСТ Р 51720²⁾ Мешки из полимерных пленок. Общие технические условия
 ГОСТ Р 51760 Тара потребительская полимерная. Общие технические условия³⁾
 ГОСТ Р 51848 Продукция комбикормовая. Термины и определения
 ГОСТ Р 51849 Продукция комбикормовая. Информация для приобретателя. Общие требования
 ГОСТ Р 51850 Продукция комбикормовая. Правила приемки. Упаковка, транспортирование и хранение
 ГОСТ Р 52145 Материалы комбинированные на основе алюминиевой фольги. Технические условия
 ГОСТ Р 52901 Картон гофрированный для упаковки продукции. Технические условия
 ГОСТ Р 53019 Нитки швейные для изделий технического и специального назначения. Технические условия
 ГОСТ Р 53100 Средства лекарственные для ветеринарного применения, корма, кормовые добавки. Определение массовой доли кадмия и свинца методом атомно-абсорбционной спектроскопии
 ГОСТ Р 53101 Средства лекарственные для ветеринарного применения, корма, кормовые добавки. Определение массовой доли мышьяка методом атомно-абсорбционной спектроскопии
 ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания
 ГОСТ Р 53361⁴⁾ Мешки из бумаги и комбинированных материалов. Общие технические условия
 ГОСТ Р 54017⁵⁾ Продукты пищевые. Метод определения содержания стронция Sr-90
 ГОСТ Р 54040 Продукция растениеводства и корма. Метод определения ¹³⁷Cs

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 применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р 51848 и ГОСТ 23153.

¹⁾ Действует ГОСТ ISO 6497—2014 «Корма. Отбор проб».

²⁾ Действует ГОСТ 32521—2013.

³⁾ Действует ГОСТ 33756—2016 «Упаковка потребительская полимерная. Общие технические условия».

⁴⁾ Действует ГОСТ 2226—2013.

⁵⁾ Действует ГОСТ 32163—2013.

4 Классификация

4.1 Добавки подразделяют:

- на йодированные;
- йодированные, обогащенные цинком.

4.2 Йодированные добавки представляют собой натуральные молочные белки, йодированные по аминокислотным остаткам тирозина и гистидина, с ковалентно связанным йодом в ароматическом или гетероциклическом ядре.

4.3 Йодированные добавки, обогащенные цинком, представляют собой натуральные молочные белки, включающие природные аминокислоты с йодом и цинком в составе белков.

4.4 Йодированные и йодированные, обогащенные цинком, добавки выпускают в дозировках йода от 30 до 1000 мкг/г.

5 Общие технические требования

5.1 Основные показатели и характеристики

5.1.1 Добавки должны соответствовать требованиям настоящего стандарта и вырабатываться с соблюдением требований и норм, установленных нормативными правовыми актами Российской Федерации¹⁾.

5.1.2 По органолептическим и физико-химическим показателям добавки должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1

| Наименование показателя | Характеристика и норма | |
|---|--|--|
| | йодированные добавки | йодированные добавки, обогащенные цинком |
| Внешний вид | Гранулы круглой, цилиндрической или неправильной формы | |
| Запах | Специфический запах йода | |
| Цвет | От белого до светло-желтого | |
| Подлинность | Выдерживает испытания | |
| Массовая доля (содержание) общего йода, млн ⁻¹ (мкг/г) | 30—1000 | |
| Тест на элементарный йод | Выдерживает испытания | |
| Массовая доля (содержание) цинка, млн ⁻¹ (мкг/г) | — | 10—400 |
| Остаток на сите с отверстиями диаметром 1 мм, %, не более | 5 | |

5.1.3 По показателям безопасности добавки должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

Таблица 2

| Наименование показателя | Допустимый уровень |
|--|--------------------|
| Массовая доля (содержание) токсичных элементов, млн ⁻¹ (мг/кг), не более: | |
| - ртуть | 0,1 |
| - кадмий | 0,4 |
| - свинец | 5,0 |
| - мышьяк | 2,0 |

¹⁾ До введения соответствующих нормативных правовых актов Российской Федерации — нормативными документами федеральных органов исполнительной власти [1]—[2].

Окончание таблицы 2

| Наименование показателя | Допустимый уровень |
|--|----------------------------------|
| Массовая доля (содержание) афлатоксина М1, млн^{-1} (мг/кг), не более | 0,0005 |
| Массовая доля (содержание) остаточных количеств хлорорганических пестицидов, млн^{-1} (мг/кг), не более | 0,1 |
| Наличие патогенных микроорганизмов: - сальмонеллы, в 25 г - энтеропатогенные типы кишечной палочки в 1,0 г | Не допускается Не допускается |
| Содержание радионуклидов, Бк/кг, не более: - цезий-137 - стронций-90 | 370 50 |

5.2 Требования к сырью

5.2.1 Для производства добавок применяют следующее сырье:

- молоко натуральное коровье-сырье по ГОСТ 31449;
- соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты 2-водная по ГОСТ 10652;
- цинк сернокислый 7-водный по ГОСТ 4174 или лактат цинка 3-водный;
- йод мелкокристаллический по ГОСТ 4159;
- соль поваренная пищевая по ГОСТ Р 51574;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328;
- калия гидроокись по ГОСТ 24363;
- сахар по ГОСТ 21;
- натрий углекислый по ГОСТ 83;
- калий йодистый по ГОСТ 4232;
- натрия тиосульфат по ГОСТ 27068;
- крахмал картофельный по ГОСТ 7699;
- лактоза (молочный сахар);
- кальция стеарат.

5.2.2 Сырье, применяемое при производстве добавок, должно соответствовать требованиям, установленным нормативными правовыми актами Российской Федерации [3].

5.3 Маркировка

5.3.1 На каждую единицу потребительской тары с добавкой наносят маркировку в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51849.

Информация может быть нанесена любым способом, должна быть четкой и легко читаемой. Допускается данную информацию размещать на листе-вкладыше, прилагаемом к каждой единице потребительской тары.

Инструкция по применению добавок может быть вложена в транспортную тару или может входить в комплект сопроводительных документов.

5.3.2 Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционных знаков «Беречь от влаги», «Беречь от нагрева». Дополнительно указывают количество упаковочных единиц.

Маркировку наносят штампом, окраской по трафарету или наклеиванием ярлыка.

5.4 Упаковка

5.4.1 Для упаковывания применяют потребительскую тару:

- пакет по ГОСТ 12302 из полиэтиленовой пищевой пленки по ГОСТ 10354 и ГОСТ 25250;
- пакет по ГОСТ 12302 из полипропиленовой пленки по ГОСТ 26996;
- пакет по ГОСТ 24370 из комбинированных материалов по ГОСТ Р 52145;
- полимерные банки по ГОСТ Р 51760.

5.4.2 Добавку фасуют в банки из пищевых полимерных материалов или в герметично заваренные пакеты по ГОСТ 24370 из комбинированных материалов по ГОСТ Р 52145.

5.4.3 Пределы допускаемых отрицательных отклонений содержимого нетто упакованной единицы от номинального количества добавки — в соответствии с ГОСТ 8.579.

5.4.4 Наполненные пакеты термосваривают, ширина сварного шва должна составлять не менее 10 мм, шов должен располагаться от края пакета на расстоянии не более 10 мм. Сварной шов должен быть герметичным, ровным по ширине, непрерывным, без прожженных мест и пережимов.

5.4.5 Пакеты и банки с добавками упаковывают в транспортную тару.

Для пакетов применяют следующие виды транспортной тары:

- ящики по ГОСТ 9142 из гофрированного картона по ГОСТ Р 52901;
- мешки бумажные по ГОСТ Р 53361;
- мешки продуктовые по ГОСТ 30090;
- мешки из полимерных светонепроницаемых пленок по ГОСТ Р 51720.

Для банок транспортной тарой служат ящики по ГОСТ 9142.

Масса нетто пакетов и банок с добавками при упаковке в транспортную тару не более 25 кг.

5.4.6 При упаковке в мешки применяют мешки-вкладыши по ГОСТ 19360, изготовленные из пленки толщиной от 0,01 до 0,08 мм из полиэтилена высокого давления по ГОСТ 16337. Наполненные мешки-вкладыши сваривают по ГОСТ 19360.

Наружные мешки из полимерных пленок сваривают, продуктовые и бумажные мешки зашивают машинным способом на швейных машинах класса 38-А или аналогичных льняными, хлопчатобумажными или синтетическими нитками по ГОСТ Р 53019. Допускается ручная зашивка шпагатом по ГОСТ 17308, при этом каждый мешок должен быть опломбирован.

Ящики из картона должны быть оклеены клеевой лентой на бумажной основе по ГОСТ 18251, полиэтиленовой лентой с липким слоем по ГОСТ 20477 или сшиты металлическими скобами. Допускается использование других клеевых лент по качеству не ниже указанных.

5.4.7 Допускается для упаковки добавок в потребительскую и транспортную тару использовать другие упаковочные материалы, в том числе зарубежного производства, разрешенные для контакта с добавками.

6 Требования безопасности

6.1 По степени воздействия на организм добавки относятся к 4-му классу опасности (вещества малоопасные) по ГОСТ 12.1.007.

6.2 Предельно-допустимая концентрация (ПДК) йода как продукта распада добавок в воздухе рабочей зоны помещения — 1,0 мг/м³.

6.3 При производстве и применении добавок используют следующие меры профилактики:

- герметизацию и автоматизацию производственных процессов, связанных с выделением пыли гранулята;

- своевременное мытье рук после производственных операций;

- влажную уборку помещений;

- непрерывную работу приточно-вытяжной вентиляции.

6.4 Используемое при производстве и применении добавок производственное оборудование на стадиях, связанных с выделением пыли, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003.

6.5 Работы по производству и применению добавок необходимо осуществлять в спецодежде по ГОСТ 12.4.011 и респираторе РУ-60м по ГОСТ 17269.

6.6 Лица, не достигшие 18-летнего возраста, беременные и кормящие матери к производству и применению добавок не допускаются. Работники, контактирующие с добавкой, должны проходить периодический медицинский осмотр.

6.7 Воздух рабочей зоны при производстве и применении добавок должен соответствовать общим санитарно-гигиеническим требованиям, установленным ГОСТ 12.1.005.

6.8 Технологические процессы, используемые при производстве и применении добавок, должны отвечать общим требованиям пожаробезопасности, установленным ГОСТ 12.1.041.

6.9 Сточные воды, получаемые при производстве и применении добавок, должны отвечать требованиям [4].

6.10 Допустимые выбросы в атмосферу при производстве и применении добавок должны соответствовать требованиям ГОСТ 17.2.3.02.

7 Правила приемки

7.1 Добавки принимают партиями. Партией считается любое количество добавок одного вида, выработанных по одной рецептуре из однородного сырья, в одних производственных условиях, за одну

смену, характеризуемое одинаковыми показателями качества, оформленное одним документом, удостоверяющим их качество и безопасность.

7.2 В документе, удостоверяющем качество и безопасность, указывают:

- наименование изготовителя и его адрес;
- номер и дату выдачи;
- наименование получателя;
- наименование добавки;
- номер и массу партии добавки;
- состав добавки;
- органолептические и физико-химические показатели качества по настоящему стандарту и фактические;
- показатели безопасности по настоящему стандарту и фактические, определенные в соответствии с 7.4;
- обозначение настоящего стандарта;
- информацию о подтверждении соответствия;
- условия хранения;
- срок годности.

7.3 Контроль за содержанием в добавках йода и цинка проводят в каждой партии.

7.4 Порядок и периодичность контроля за содержанием токсичных элементов, микотоксинов, патогенных микроорганизмов, радионуклидов, остаточных количеств хлорорганических пестицидов в добавках устанавливает изготовитель в программе производственного контроля.

8 Методы контроля

Отбор проб — по ГОСТ Р 51850 и ГОСТ Р ИСО 6497.

8.1 Определение органолептических показателей

8.1.1 Определение внешнего вида и цвета

200 г анализируемой пробы добавки тщательно перемешивают, рассыпают тонким слоем на фильтровальной бумаге и визуально определяют внешний вид и цвет при рассеянном дневном свете или освещении люминесцентными лампами типа ЛД по ГОСТ 6825. Освещенность поверхности рабочего стола должна быть не менее 500 лк.

8.1.2 Определение запаха

1,5 г анализируемой пробы добавки рассыпают тонким слоем на часовом стекле диаметром 60—80 мм и по истечении 5 мин определяют запах на расстоянии 50 мм от анализируемой пробы.

8.1.3 При контроле качества упаковки добавки определяют визуально ее внешний вид, а также качество и содержание маркировки.

8.2 Определение подлинности

8.2.1 При контроле подлинности добавки используют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы:

- весы по ГОСТ Р 53228 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более $\pm 0,002$ г и $\pm 0,02$ г;
- набор гирь по ГОСТ OIML R 111-1 от 1 мг до 250 г класса точности не ниже E_2 ;
- набор гирь по ГОСТ OIML R 111-1 от 1 мг до 1 кг класса точности не ниже F_2 ;
- пипетки 2—2—1; 2—2—2; 2—2—5 по ГОСТ 29169;
- пипетки 2—2—2—5 по ГОСТ 29227;
- колбы мерные со шлифом 2—50(100, 250, 500, 1000)—2 по ГОСТ 1770;
- колбу круглую со шлифом К-1—100—19/26 ТХС по ГОСТ 25336;
- воронку стеклянную по ГОСТ 25336;
- холодильник шариковый ХШ 1—200—19/26ТС по ГОСТ 25336;
- бюретку 1—1—10—0,02 по ГОСТ 29251;
- фильтр бумажный «синяя лента»;
- стакан В-1—50 ТС по ГОСТ 25336;
- цилиндр 2—25—1 по ГОСТ 1770;
- пробирку П-4—20—14/23 ТСХ по ГОСТ 1770;

- термоблок ПЭ 4020;
- мешалку магнитную;
- электроплитку бытовую с закрытой спиралью по ГОСТ 14919;
- штатив лабораторный;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- крахмал растворимый по ГОСТ 10163;
- натрий углекислый по ГОСТ 83, ч. д. а. или х. ч.;
- кислоту серную концентрированную по ГОСТ 4204, ч. д. а. или х. ч.;
- натрия тиосульфат кристаллический по ГОСТ 27068, ч. д. а. или х. ч.;
- калий йодистый по ГОСТ 4232, ч. д. а. или х. ч.;
- натрия гидроксид по ГОСТ 4328, ч. д. а. или х. ч.;
- калия хлорат массовой долей основного вещества не менее 99,0 %, ч. д. а.;
- медь (II) сернокислую 5-водную по ГОСТ 4165, ч. д. а. или х. ч.;
- калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5845, ч. д. а. или х. ч.;
- натрий лимоннокислый 5,5-водный по ГОСТ 22280, ч. д. а. или х. ч.;
- натрий вольфрамвоокислый 2-водный по ГОСТ 18289, ч. д. а.;
- кислоту фосфорномолибденовую, ч. д. а.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками, другого оборудования с техническими характеристиками, а также реактивов по качеству не ниже указанных.

8.2.2 Проведение качественной реакции на йодиды

Сущность метода заключается в окислении йодида в йодат и выделении свободного йода, который дает качественную реакцию на крахмал — появление темно-синего окрашивания.

8.2.2.1 Приготовление растворов

Приготовление раствора йодида калия массовой долей 0,5 %

5,00 г калия йодистого растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм³ в мерной колбе. Используют свежеприготовленный раствор.

Приготовление раствора крахмала массовой долей 0,5 %

0,50 г крахмала смешивают с 10 см³ холодной дистиллированной воды. Полученную смесь приливают тонкой струйкой при перемешивании в 90 см³ кипящей дистиллированной воды и кипятят в течение 2 мин. Раствор охлаждают до температуры 20 °С — 25 °С.

Срок хранения раствора в емкости из темного стекла при температуре 20 °С — 25 °С — не более трех дней.

8.2.2.2 Для проведения качественной реакции на йодиды в пробирку из термостойкого стекла вместимостью 20 см³ помещают 0,12 г анализируемой пробы добавки, добавляют 1,0 г хлората калия, 3 см³ дистиллированной воды и 4 см³ разведенной дистиллированной водой в соотношении 1:1 серной кислоты.

Нагревают пробирку в термоблоке, постепенно повышая температуру до получения обесцвеченного раствора. Охлаждают пробирку до температуры 20 °С — 25 °С в термостате, добавляют 5 см³ дистиллированной воды и перемешивают.

Срок хранения полученного раствора в пробирке — не более 2—4 часов.

Вносят в пробирку 1 см³ свежеприготовленного раствора йодида калия массовой долей 0,5 % и добавляют 1 см³ индикаторного раствора крахмала массовой долей 0,5 %.

Проба на крахмальный индикатор считается положительной при появлении темно-синего окрашивания.

8.2.3 Проведение качественной реакции на белки

8.2.3.1 Приготовление реактивов

Приготовление реактива А

1,0 г гидроксида натрия растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 250 см³, прибавляют 5 г натрия карбоната и доводят объем раствора водой до метки, а затем перемешивают.

Приготовление реактива Б

0,5 г меди (II) сернокислой 5-водной растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 50 см³ и доводят объем раствора водой до метки.

1,0 г калия-натрия виннокислого 4-водного или натрия лимоннокислого 5,5-водного растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 50 см³ и доводят объем раствора водой до метки, а затем перемешивают.

Растворы А и Б сливают в колбу вместимостью 500 см³ в соотношении 49:1 при постоянном перемешивании.

Приготовление реактива Фолина

В круглодонную колбу вместимостью 100 см³ помещают 70 см³ дистиллированной воды, 10 г натрия вольфрамвокислого 2-водного, 2,5 г кислоты фосфорномолибденовой, кипятят с обратным холодильником в течение 2 ч, затем охлаждают, разбавляют дистиллированной водой до 100 см³, хорошо перемешивают.

Срок хранения реактива в сосудах оранжевого стекла с притертыми пробками — не более одного месяца.

8.2.3.2 Для проведения качественной реакции на белки 0,5 г анализируемой пробы добавки помещают в пробирку вместимостью 20 см³, при встряхивании растворяют в 4 см³ дистиллированной воды и отфильтровывают через бумажный фильтр. К 2 см³ фильтрата добавляют 4 см³ смеси реактивов А и Б, перемешивают и выдерживают в течение 10 мин при комнатной температуре. Добавляют 1 см³ реактива Фолина. Выдерживают в течение 30 мин.

Зеленовато-синяя окраска раствора подтверждает присутствие белка.

8.2.4 Проведение качественной реакции на моносахара

8.2.4.1 Приготовление реактива Фелинга

Реактивом Фелинга является смесь равных объемов растворов А и В.

Приготовление раствора А

34,66 г перекристаллизованного меди сульфата помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют в дистиллированной воде, подкисленной двумя — тремя каплями разведенной дистиллированной воды и серной кислоты в соотношении 1:1, и доводят объем раствора водой до метки.

Приготовление раствора В

173,0 г калия-натрия виннокислого 4-водного и 50,0 г гидроксида натрия помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют в 400 см³ дистиллированной воды и после охлаждения доводят объем раствора водой до метки.

Реактив Фелинга используют свежеприготовленным.

8.2.4.2 Для проведения качественной реакции на моносахара 1,5 г анализируемой пробы добавки помещают в стакан вместимостью 50 см³, растворяют в 25 см³ дистиллированной воды на магнитной мешалке в течение 15 мин и фильтруют через бумажный фильтр. Прибавляют 5 см³ реактива Фелинга. Смесь нагревают до кипения.

Выпадение желтого осадка, переходящего затем в буровато-красный, свидетельствует о наличии моносахаров: лактозы или фруктозы.

8.3 Определение массовой доли (содержания) общего йода

8.3.1 Определение массовой доли (содержания) общего йода инверсионно-вольтамперометрическим методом — по ГОСТ 31660 (в спорных случаях).

8.3.2 Определение массовой доли (содержания) общего йода титриметрическим методом (экспресс-метод)

8.3.2.1 Сущность метода заключается в окислении йодида в йодат и выделении свободного йода, который оттитровывают серноватисто-кислым натрием и по расходу которого рассчитывают массовую долю (содержание) йода в анализируемой пробе.

8.3.2.2 Для определения массовой доли (содержания) общего йода в добавках используют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, посуду и реактивы:

- весы по ГОСТ Р 53228 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более $\pm 0,002$ г и $\pm 0,02$ г;

- баню водяную;

- колбы мерные со шлифом 2—50(100, 250, 1000)—2 по ГОСТ 1770;

- воронку стеклянную по ГОСТ 25336;

- колбу коническую со шлифом Кн-1—100—14/23 по ГОСТ 25336;

- цилиндр стеклянный 2—25—1 по ГОСТ 18481;

- стакан В-1—100 ТС по ГОСТ 25336;

- пробирки П-4—20—14/23 ТХС по ГОСТ 25336;

- пипетки 2—2—1; 2—2—2; 2—2—5; 2—2—10 по ГОСТ 29169;

- пипетки 2—2—2—5 по ГОСТ 29227;

- бюретку 1—1—10—0,02 по ГОСТ 29251;
- мешалку магнитную;
- электроплитку бытовую с закрытой спиралью по ГОСТ 14919;
- термоблок ПЭ 4020;
- термостат с погрешностью поддержания температуры $\pm 0,5$ °С;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- крахмал растворимый по ГОСТ 10163;
- кислоту серную концентрированную, ч. д. а. или х. ч. по ГОСТ 4204;
- натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068;
- калия йодид ч. д. а. или х. ч. по ГОСТ 4232;
- калий двуххромовокислый ч. д. а. или х. ч. по ГОСТ 4220;
- калия гидроокись по ГОСТ 24363;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328;
- фенол массовой долей основного вещества не менее 99,0 %, ч. д. а.;
- калия хлорат массовой долей основного вещества не менее 99,0 %, ч. д. а.;
- калий йодноватокислый ч. д. а. или х. ч. по ГОСТ 4202;
- натрия карбонат по ГОСТ 83, ч. д. а. или х. ч.;
- спирт изобутиловый по ГОСТ 6016;
- лактозу (сахар молочный).

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, другого оборудования с техническими характеристиками, а также реактивов по качеству не ниже указанных.

8.3.2.3 Подготовка к выполнению измерений

Приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрацией 0,1 моль/дм³

25,00 г 5-водного серноватистокислового натрия растворяют в 400 см³ дистиллированной воды, прибавляют 10 см³ изобутилового спирта или 0,2 г карбоната натрия, тщательно перемешивают, доводят объем до 1 дм³ в мерной колбе.

Определение коэффициента поправки по бихромату калия — по ГОСТ 25794.2.

Раствор годен к применению через 10—14 сут.

Срок хранения раствора в склянке из темного стекла — не более одного месяца.

Приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрацией 0,001 моль/дм³

Необходимое количество раствора тиосульфата натрия молярной концентрацией 0,001 моль/дм³ получают разведением раствора серноватистокислового натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ с учетом коэффициента поправки, вычисленного по ГОСТ 25794.2.

Срок хранения раствора в склянке из темного стекла — не более одного месяца

Раствор крахмала массовой долей 0,5 % готовят по 8.2.2.1.

Приготовление раствора фенола массовой долей 1 %

1,0 г фенола растворяют в 100 см³ дистиллированной воды в конической колбе вместимостью 100 см³ со шлифом. Готовый раствор охлаждают и хранят в плотно закрытой емкости из темного стекла.

Срок хранения раствора в емкости из темного стекла — не более 14 дней.

Раствор йодида калия массовой долей 0,5 % готовят по 8.2.2.1.

8.3.2.4 Порядок выполнения измерений

0,12 г анализируемой пробы добавки помещают в пробирку из термостойкого стекла вместимостью 20 см³, добавляют 1,5 г хлората калия, 3,5 см³ дистиллированной воды и 4,6 см³ разведенной дистиллированной воды и серной кислоты в соотношении 1:1.

Пробирку нагревают в термоблоке, постепенно повышая температуру до обесцвечивания раствора. В случае бурного кипения и угрозы выброса температуру понижают.

Пробирку охлаждают до температуры 20 °С — 25 °С. Добавляют 5 см³ дистиллированной воды и содержимое переливают в коническую колбу вместимостью 100 см³. Процедуру добавления 5 см³ дистиллированной воды повторяют еще четыре раза.

Затем в колбу добавляют пипеткой 0,03 см³ раствора фенола массовой долей 1 %, приготовленного по 8.3.2.2, вносят 1 см³ свежеприготовленного раствора йодида калия массовой долей 0,5 %, приготовленного по 8.2.2.1.

Добавляют 1 см³ раствора крахмала массовой долей 0,5 %, приготовленного по 8.2.2.1, и немедленно приступают к титрованию раствором тиосульфата натрия молярной концентрацией 0,001 моль/дм³,

приготовленным по 8.3.2.2. Титрование заканчивают в эквивалентной точке, ориентируясь на исчезновение голубой крахмальной окраски.

Одновременно проводят холостой опыт, используя вместо кормовой добавки лактозу.

8.3.2.5 Обработка результатов

Массовую долю (содержание) йода в анализируемой пробе, X , млн^{-1} (мкг/г), вычисляют по формуле

$$X = \frac{(v_1 - v_0) 21,15k}{m}, \quad (1)$$

где v_1 — объем раствора тиосульфата натрия молярной концентрацией $0,001$ моль/ дм^3 , израсходованного на титрование йода в анализируемой пробе, см^3 ;

v_0 — объем раствора тиосульфата натрия молярной концентрацией $0,001$ моль/ дм^3 , израсходованного на титрование йода в холостом опыте, см^3 ;

$21,15$ — масса йода, соответствующая 1 см^3 раствора тиосульфата натрия молярной концентрацией $0,001$ моль/ дм^3 , мкг ;

k — поправка к титру $0,001$ моль/ дм^3 ;

m — масса анализируемой пробы, г .

Вычисления проводят до первого десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости, если соблюдается условие приемлемости

$$|X_1 - X_2| \leq 0,01 \cdot r_{\text{впн}} \cdot X_{\text{ср}}, \quad (2)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости, млн^{-1} (мкг/г);

$X_{\text{ср}}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, млн^{-1} (мкг/г);

$r_{\text{впн}}$ — значение предела повторяемости при $P = 0,95$, приведенное в таблице 1, %.

Если условие (2) не выполняется, то следует провести процедуры, регламентированные ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.2.2).

Таблица 1 — Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности $P = 0,95$

| Диапазон измерений массовой доли (содержания) йода, млн^{-1} (мкг/г) | Границы относительной погрешности $\pm \delta$, % | Предел повторяемости $r_{\text{впн}}$, % | Предел воспроизводимости $R_{\text{впн}}$, % |
|--|--|---|---|
| От 10 до 100 включ. | 24 | 17 | 34 |
| Св. 100 до 1000 | 12 | 8 | 17 |

8.3.2.6 Оформление результатов измерений

Окончательный результат определения округляют до целого числа. Результат определения (анализа) представляют в виде

$$X_{\text{ср}} \pm 0,01 \cdot \delta \cdot X_{\text{ср}}, \text{ млн}^{-1} (\text{мкг/г}) \text{ при } P = 0,95, \quad (3)$$

где δ — значение границ относительной погрешности, приведенное в таблице 1, %.

8.4 Тест на элементарный йод

8.4.1 Сущность метода заключается в качественной реакции свободного йода на крахмал с появлением темно-синего окрашивания.

8.4.2 Средства измерений, посуда, реактивы:

- весы по ГОСТ Р 53228 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более $\pm 0,002$ г;

- пипетки 2—2—1; 2—2—2; 2—2—5; 2—2—10 по ГОСТ 29169;

- пробирки П4—10—14/23 ТХ ГОСТ 25336;

- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

- крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор массовой долей 0,5 %;

- кислота серная х.ч. по ГОСТ 4204.

8.4.3 0,12 г анализируемой пробы добавки помещают в пробирку вместимостью 10 см³ и растворяют в 5 см³ дистиллированной воды. Добавляют 0,2 см³ концентрированной серной кислоты и перемешивают содержимое в течение 1—2 мин. Добавляют 1 см³ раствора крахмала массовой долей 0,5 %, приготовленного по 8.2.2.1.

Появление темно-синего окрашивания указывает на наличие свободного йода.

8.5 Определение массовой доли (содержания) цинка

Определение массовой доли (содержания) цинка в добавках — по ГОСТ 30692.

8.6 Определение остатка на сите

8.6.1 Сущность метода

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

8.6.2 Средства измерений, посуда

- весы по ГОСТ Р 53228 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,002 г;
- стакан В-1—500 ТХС по ГОСТ 25336;
- сито металлическое с отверстиями 1,0 мм по ГОСТ Р 51568 или сито с тканью из синтетических нитей артикул 7,5пч 340 по ГОСТ 4403;
- анализатор ситовый А20, тип сита С 20, частота колебаний 1500 Гц.

8.6.3 Проведение определения

100 г анализируемой пробы добавки, взвешенной с записью результата до второго десятичного знака, просеивают на ситовом анализаторе А20 с амплитудой колебаний 0,25—1,50 мм и частотой колебаний 1500 Гц в течение 1—5 мин или на другом аналогичном оборудовании. Допускается просеивание ручным способом при 110—120 движениях в минуту и размахе колебаний около 10 см в течение 5 мин.

Просеивание считают законченным, если масса анализируемой пробы добавки, проходящей сквозь сито при дополнительном встряхивании в течение 1 мин, составляет менее 1 % массы пробы, оставшейся на сите.

8.6.4 Обработка результатов

Остаток на сите X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_0)100}{m}, \quad (4)$$

где m_1 — масса стакана с остатком, г;

m_0 — масса пустого стакана, г;

m — масса анализируемой пробы, г.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака.

Границы относительной погрешности метода $\delta = \pm 0,3$ %, предел повторяемости (сходимости) $r = 0,2$ %, предел воспроизводимости $R = 0,4$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

8.7 Определение токсичных элементов

Подготовка проб — по ГОСТ 26929.

Определение ртути — по ГОСТ 26927 или ГОСТ 31650 (в спорных случаях), мышьяка — по ГОСТ 26930 или ГОСТ Р 53101 (в спорных случаях), свинца — по ГОСТ 26932 или ГОСТ Р 53100 (в спорных случаях), кадмия — по ГОСТ 26933 или ГОСТ Р 53100 (в спорных случаях).

8.8 Определение содержания патогенной микрофлоры — по [5]—[6].

8.9 Определение микотоксинов — по [7].

8.10 Определение остаточных количеств пестицидов — по [8].

8.11 Определение радионуклидов — по ГОСТ Р 54040, ГОСТ Р 54017.

9 Транспортирование и хранение

9.1 Транспортирование добавок — по ГОСТ Р 51850.

9.2 Добавки хранят в упаковке производителя в сухом, защищенном от света месте при температуре от 5 °С до 25 °С.

9.3 Срок годности устанавливает изготовитель.

Библиография

- [1] НТП-АПК 1.10.16.002—2003 Нормы технологического проектирования сельскохозяйственных предприятий по производству комбикормов
- [2] Единые ветеринарные (ветеринарно-санитарные) требования, предъявляемые к товарам, подлежащим ветеринарному контролю (надзору). Решение Комиссии Таможенного союза от 18 июня 2010 г. № 319
- [3] Федеральный закон от 12 июня 2008 г. № 88-ФЗ «Технический регламент на молоко и молочную продукцию» (с изменениями)
- [4] СанПиН 2.1.5.980—2000 Гигиенические требования к охране поверхностных вод
- [5] Правила бактериологического исследования кормов. Утверждены Главным управлением ветеринарии Министерства сельского хозяйства СССР 10 июня 1975 г.
- [6] Методические указания по санитарно-микробиологической оценке и улучшению качества кормов. Утверждены Главным управлением ветеринарии Министерства сельского хозяйства СССР 25 февраля 1985 г.
- [7] МУ 4082—86 Методические указания по обнаружению, идентификации и определению содержания афлатоксинов в продовольственном сырье и пищевых продуктах с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии
- [8] МУ 2142—80 Методические указания по определению хлорорганических пестицидов в воде, продуктах питания, кормах и табачных изделиях методом хроматографии в тонком слое

Ключевые слова: йодированные кормовые добавки, общие технические требования, требования безопасности, правила приемки, методы контроля, транспортирование и хранение

Редактор переиздания *Е.И. Мосур*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.М. Поляченко*
Компьютерная верстка *Г.В. Струковой*

Сдано в набор 10.02.2020. Подписано в печать 14.04.2020. Формат 60 × 84¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
www.jurisizdat.ru y-book@mail.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru