

КОМБИКОРМА

Ч а с т ь 2 ЖМЫХИ И ШРОТЫ

Технические условия

Издание официальное

Москва
ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
2002

О Т ИЗДАТЕЛЬСТВА

Сборник «Комбикорма. Часть 2. Жмыхи и шроты. Технические условия» содержит стандарты, утвержденные до 1 января 2002 г.

В стандарты внесены изменения, принятые до указанной даты.

Текущая информация о вновь утвержденных и пересмотренных стандартах, а также о принятых к ним изменениях публикуется в ежемесячном информационном указателе «Государственные стандарты».

ЖМЫХ ХЛОПКОВЫЙ

Технические условия

ГОСТ
68-74Cotton mill cake.
Specifications

ОКП 91 4612

Дата введения 01.07.75

Настоящий стандарт распространяется на хлопковый жмых, получаемый при прессовании семян хлопчатника для извлечения из них масла и предназначенный для кормовых целей.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

- 1.1. Для выработки жмыха используют семена хлопчатника технические по ГОСТ 5947.
- 1.2. Жмых должен вырабатываться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологической инструкции, утвержденной в установленном порядке.
- 1.3. В зависимости от показателей качества жмых подразделяют на I и II сорта.
- 1.4. По органолептическим показателям качества жмых должен соответствовать требованиям, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Характеристика		Метод испытаний
	I сорта ОКП 91 4612 1329	II сорта ОКП 91 4612 1339	
Цвет	От светло-желтого до желтого	От желтого до темно-коричневого	По ГОСТ 13979.4
Запах	Свойственный хлопковому жмыху, без постороннего запаха, затхлости, плесени		По ГОСТ 13979.4

(Измененная редакция, Изм. № 1).

- 1.5. По физико-химическим показателям жмых должен соответствовать нормам, указанным в табл. 2.

Таблица 2

Наименование показателя	Норма для		Метод испытаний
	I сорта	II сорта	
Массовая доля влаги и летучих веществ в пределах, %	6,0—8,0	6,0—8,0	По ГОСТ 13496.15
Массовая доля сырого жира в пересчете на абсолютно сухое вещество, %, не более	7,0	9,0	По ГОСТ 13496.15
Массовая доля сырого протеина в пересчете на абсолютно сухое вещество, %, не менее	38,0	30,0	По ГОСТ 13496.4*

Продолжение

Наименование показателя	Норма для		Метод испытаний
	I сорта	II сорта	
Массовая доля сырой клетчатки в пересчете на абсолютно сухое вещество, %, не более	12,0	16,0	По ГОСТ 13496.2
Массовая доля золы, нерастворимая в HCl, в пересчете на абсолютно сухое вещество, %, не более	2,0	2,0	По ГОСТ 13979.6
Посторонние примеси (камешки, стекло, земля и др.)	Не допускаются		По п. 3.2 настоящего стандарта
Металлопримеси, %:			
- частицы размером до 2 мм включ., не более	0,01	0,01	По ГОСТ 13979.5
- частицы размером более 2 мм	Не допускаются		
Массовая доля свободного госсипола в пересчете на абсолютно сухое вещество, %, не более	0,02	0,02	По ГОСТ 13979.11
Хлорорганические ядохимикаты, млн ⁻¹ (мг/кг) жмыха, не более:			По п. 3.3
- гексахлорана (сумма изомеров)	0,2	0,2	
- ДДТ (сумма изомеров и метаболитов)	0,05	0,05	
- гентахлора (эпоксид гентахлора)	Не допускается		
Альдрин	Не допускается		По п. 3.3
Токсичность	Не допускается		По п. 3.4
Общая энергетическая питательность, к. с.	1,16	1,09	Расчет см. приложение

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 51417-99.

П р и м е ч а н и е. Показатель «Общая энергетическая питательность» вводится с 01.01.91. Определение обязательно.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

1.6. Содержание нитратов и нитритов в жмыхе не должно превышать норм, утвержденных Главным управлением ветеринарии Госагропрома СССР.

Показатель «содержание нитритов и нитратов» определяют одновременно с введением указанного показателя в ГОСТ 5947.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 13979.0.

2.2. Показатели «массовая доля сырого протеина, сырой клетчатки, золы и свободного госсипола» предприятие-изготовитель определяет периодически не реже одного раза в 10 дней. Хлорорганические пестициды предприятие-изготовитель определяет периодически, не реже одного раза в месяц.

В каждой партии показатели «хлорорганические пестициды» указывают на основании сертификатов на семена.

Разд. 2. (Измененная редакция, Изм. № 3).

3. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

3.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 13979.0.

3.2. Определение посторонних примесей (камешки, стекло, земля и др.).

3.2.1. *Аппаратура*

Разборная доска — поднос из дюралиюминия с вырезом в одной из стенок.

3.2.2. *Проведение испытаний*

Отобранные по ГОСТ 13979.0 среднюю пробу перед измельчением раскладывают тонким слоем на разборной доске и внимательно просматривают для определения присутствия камешков, стекла, земли.

3.3. Определение содержания хлорорганических ядохимикатов (ДДТ, альдрина, гексахлорана, гексахлорбензола).

3.3.1. Для проведения испытания используют следующие аппаратуру, материалы, реактивы и растворы:

весы лабораторные по ГОСТ 24104*, класс точности 2, с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

электрошкаф сушильный с терморегулятором;

холодильник;

термостат;

прибор для встряхивания;

рутутно-кварцевая лампа ПРК-2 или ПРК-4;

реле;

бани водяные;

насос вакуумный с электродвигателем;

термометры контактные;

микрошприцы вместимостью 0,01 см³;

капилляры стеклянные или микропипетки вместимостью 0,1 см³;

пульверизаторы стеклянные (черт. 1);

камера для хроматографирования: стеклянный сосуд с притертой крышкой или эксикатор по ГОСТ 25336 (внутренний диаметр верхней части корпуса 190 мм);

камера для опрыскивания: стеклянный сосуд цилиндрический или четырехугольный по ГОСТ 25336 (внутренний размер верхней части сосуда 300 мм);

колонки стеклянные хроматографические: диаметр 15 мм, высота 150 мм (черт. 2);

пробирки стеклянные с пришлифованными пробками вместимостью 1 см³ (черт. 3);

колбы круглодонные по ГОСТ 25336 вместимостью 100 и 250 см³;

колбы конические по ГОСТ 25336 с нормальными шлифами вместимостью 250 и 500 см³;

колбы для фильтрования под вакуумом по ГОСТ 25336 вместимостью 500 см³;

воронки Бюхнера по ГОСТ 9147, № 2 или 3;

пластинки стеклянные размером 90×120×1 мм;

ступки и пестики фарфоровые по ГОСТ 9147 (диаметр ступки 110—140 мм);

воронки химические по ГОСТ 25336;

установка для отгонки растворителей — вакуум-ротационный испаритель;

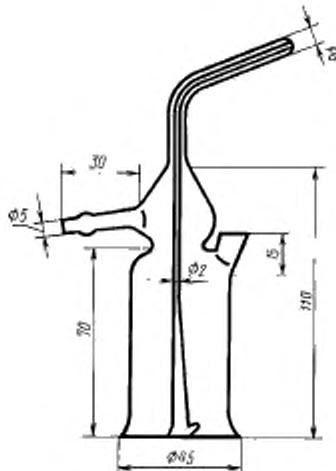
пипетки с делениями по ГОСТ 1770 вместимостью 1,5 и 10 см³;

кюветы эмалированные размером 28×23 см;

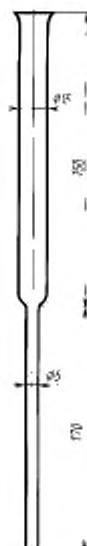
набор сит 100 (размер отверстий 0,147 мм) и 150 меш (размер отверстий 0,104 мм);

груша резиновая;

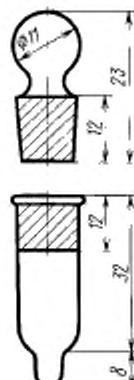
цилиндры мерные по ГОСТ 1770;



Черт. 1



Черт. 2



Черт. 3

* С 1 июля 2002 г. вводится в действие ГОСТ 24104—2001.

- вата стеклянная длиной волокон не менее 1 см, очищенная концентрированной серной кислотой, промытая дистиллированной водой и высушеннная;
- эфир петролейный с температурой кипения 40–70 °С или нормальный гексан;
- эфир этиловый по ТУ 7506804–97–90, пергнаний при температуре 34–36 °С;
- ацетон по ГОСТ 2603, х.ч., высушенный над $MgSO_4$ и пергнаний при температуре 56 °С;
- калий двухромовокислый по ГОСТ 4220;
- натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166, х.ч.;
- кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см³;
- двуокись кремния для люминофоров (ч.) или окись алюминия для хроматографии (нейтральная) II степени активности (растертая в ступке);
- фракция, оставшаяся на сите в 150 меш последовательного просеивания через сите в 100 и 150 меш;
- фракция, пропитанная концентрированной серной кислотой;
- кальций сернокислый по ТУ 6–09–5316–86, ч.д.а., высушенный при температуре 160 °С в течение 48 ч, хранят в банке с притертой пробкой;
- спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 5962*;
- смесь этилового эфира с гексаном 15:85;
- водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929, х.ч.;
- серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, свежеперекристаллизованное;
- аммиак водный по ГОСТ 3760;
- дихлордифенилтрихлорметан (ДДТ) технический;
- гексахлоран технический по ТУ 113–04–254–87;
- гептахлор;
- гексахлорбензол;
- мельница лабораторная или электромельница.

3.3.2. Подготовка к испытанию

Для приготовления насыщенного раствора безводного сернокислого натрия в серной кислоте навеску 100 г безводного сернокислого натрия растворяют в 1 дм³ серной кислоты.

Для приготовления окиси алюминия или двуокиси кремния, пропитанной серной кислотой, две весовые части окиси алюминия или двуокиси кремния помещают в фарфоровую ступку, заливают одной объемной частью серной кислоты и тщательно перемешивают. Смесь готовят непосредственно перед употреблением.

Для приготовления стандартных растворов ДДТ, гексахлорана, гексахлорбензола и гептахлора концентрацией 1 мг/см³ навески указанных веществ по 10 мг (в пересчете на чистое вещество) растворяют в 10 см³ гексана. Раствор хранят в холодильнике в плотно закрытой склянке не более 1 мес.

Для приготовления проявляющего реагента навеску 0,1 г азотнокислого серебра растворяют в 2 см³ аммиака и доводят объем до 50 см³ ацетоном. Затем добавляют 0,1 м пергидроля. На пластинку размером 9×12 см расходуется 8–10 см³ раствора. Проявляющий реагент готовят в день испытания.

Для приготовления хромовой смеси навеску 10 г двухромовокислого калия, размельченного в порошок, добавляют в фарфоровую чашку со 100 см³ концентрированной серной кислоты (плотность 1,84 г/см³), смесь осторожно нагревают на водяной бане до полного растворения порошка.

Для приготовления хроматографической колонки для испытания колонку заполняют на высоту 1 см стеклянной ватой. Затем в колонку вносят на высоту 6 см просеянную окись алюминия или двуокись кремния. После этого колонку заполняют через воронку комочками окиси алюминия или двуокиси кремния, пропитанными серной кислотой, еще на высоту 3 см, не утрамбовывая. При заполнении колонки каждый слой последовательно промывают смесью этилового эфира с гексаном (всего 20–30 см³).

Для приготовления пластиинки для хроматографии стеклянную пластиинку тщательно промывают раствором кальцинированной соды, хромовой смесью и дистиллированной водой, высушивают, протирают этиловым спиртом и покрывают сорбционной массой.

Сорбционную массу готовят из окиси алюминия или двуокиси кремния следующим образом: 50 г просеянной окиси алюминия или двуокиси кремния смешивают в фарфоровой ступке с 5 г сернокислого кальция, переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³ со шлифом, прибавляют 75 см³ дистиллированной воды и встряхивают в течение 30 мин на приборе для встряхивания до образования однородной массы.

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652–2000.

10 г сорбционной массы наливают на пластинку и, покачивая, равномерно распределяют по всей поверхности. Сушат пластинку при комнатной температуре 24 ч, а затем 25 мин при температуре 110 °С, либо 25 мин на воздухе и 45 мин при температуре 110 °С. Перед употреблением пластинку активируют в течение 5 мин при температуре 110 °С в сушильном шкафу. Пластинки хранят в эксикаторе.

Пробу жмыха предварительно измельчают в ступке, затем на лабораторной мельнице не более 1 мин.

3.3.3. Проведение испытания

15 г измельченного жмыха делят на две равные части и помещают в конические колбы вместимостью 100–250 см³ с притертymi пробками. Заливают пробы гексаном с помощью цилиндра из расчета трех объемов гексана на 1 весовую часть жмыха, после чего колбы встряхивают на приборе для встряхивания в течение 30 мин. Экстракт фильтруют через воронку Бюхнера, не перенося осадок на воронку. В те же колбы заливают повторно такое же количество гексана, встряхивают еще 30 мин, фильтруют, количественно перенося осадок на воронку Бюхнера, с помощью 30 см³ гексана (три раза по 10 см³). Полученные экстракты упаривают до 30 см³ на вакуум-ротационном испарителе или в токе воздуха при температуре не выше 40 °С и помещают в морозильную камеру холодильника на 1 ч, затем каждый экстракт пропускают через отдельную колонку со скоростью 2 см³/мин. После этого промывают колбу и колонку охлажденной смесью (50 см³ этилового эфира с гексаном). Эту операцию необходимо проводить непрерывно.

Очищенные экстракты объединяют и упаривают до объема около 1 см³. Остаток из колбы переносят количественно микропипеткой с помощью резиновой груши в пробирку вместимостью 1 см³, колбу и микропипетку два-три раза промывают небольшим количеством гексана (всего 0,3–0,5 см³), сливая его в ту же пробирку. Затем осторожно выпаривают гексан из пробирки на водяной бане при температуре 50 °С почти досуха (конечный объем приблизительно две-три капли). Если общий объем экстракта и промывной жидкости превышает 1 см³, то сначала начинают выпаривать экстракт, постепенно добавляя к нему промывную жидкость. При наличии в упаренном экстракте белого мазеобразного осадка в пробирку добавляют пять-шесть капель гексана и помещают ее на 15–20 мин в морозильную камеру холодильника, а затем декантируют дважды таким же количеством охлажденного гексана и снова упаривают до конечного объема две-три капли.

Параллельно с исследуемыми экстрактами готовят два модельных экстракта, каждый из которых получают из 1 г жмыха, не содержащего пестицидов (при тех же соотношениях сухого вещества и растворителя), в один из которых перед очисткой на колонке вносят с помощью микроширица (микропипетки) определяемые ядохимикаты в количестве 3 мкг, а в другой — 0,75 мкг. Упаренные экстракты (исследуемые и модельные) с помощью капилляра (микропипетки или микроширица) количественно наносят на пластинку на расстоянии 2 см от края, трижды обмывая пробирку двумя-тремя каплями гексана. Экстракты наносят в одну точку так, чтобы диаметр пятна не превышал 0,5 см.

Пластинку с нанесенными экстрактами помещают в камеру для хроматографирования, на дно которой не менее чем за 30 мин до начала хроматографирования наливают гексан на высоту 0,5 см. Край пластинки с нанесенными экстрактами должен быть погружен в гексан не более чем на 0,5 см.

После того, как гексан поднимается на 10 см, пластинку вынимают из камеры и помещают в сушильный шкаф на 5 мин при температуре 30 °С. Далее пластинку опрыскивают из пульверизатора 8–10 см³ проявляющего раствора и облучают ультрафиолетовым светом с помощью ртутно-кварцевой лампы в течение 10–15 мин. Пластинку следует располагать на расстоянии 20 см от источника света. При наличии в пробах ядохимикатов на пластинке появляются пятна серо-черного цвета. При слабом проявлении пятен пластинку выдерживают 1–2 мин над паром, вторично опрыскивают и облучают.

3.3.4. Для определения ядохимикатов в пробе сравнивают пятна, полученные при анализе исследуемого образца, с пятнами модельных растворов. При этом учитывают, что на модельных пробах ядохимикаты располагаются в следующем порядке (снизу вверх): гексахлоран (α -изомер с $R_f=0,2$ и γ -изомер с $R_f=0,27$), 4,4'-ДДТ (основное пятно с $R_f=0,38$), 2,4-ДДТ ($R_f=0,57$), гептахлор (с $R_f=0,76$).

Жмых считают пригодным для использования в кормовых целях для откормки животных и птиц, если:

- интенсивность окраски пятен α и γ -изомеров гексахлорциклогексана в исследуемой пробе суммарно не превышает интенсивности окраски модельных пятен этих изомеров, содержащих 3 мкг;

С. 6 ГОСТ 68-74

- интенсивность окраски пятен, соответствующих 2,4-ДДТ и 4,4'-ДДТ, в исследуемой пробе суммарно не превышает интенсивности окраски модельных пятен, содержащих 0,75 мкг указанных препаратов;

- интенсивность окраски пятна, соответствующего гентахлору в исследуемой пробе, не превышает интенсивности окраски модельного пятна, содержащего 0,75 мкг указанного препарата.

Жмых пригоден для использования в кормовых целях для молочного скота и яйценоской птицы, если интенсивность окраски пятен, соответствующих изомерам гексахлорциклогексана (ГХЦГ), группе ДДТ и гентахлору в исследуемой пробе, не превышает интенсивности окраски модельных пятен указанных препаратов, содержащих по 0,75 мкг (что соответствует допустимой норме — 0,05 мг/кг).

Чувствительность метода — 0,05 мг/кг.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое двух параллельных определений.

3.3.1.—3.3.4. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Токсичность определяют по методам, утвержденным Главным управлением ветеринарии Госагропрома СССР, в соответствии с порядком, установленным Госагропромом СССР и Минхлебопродуктом СССР.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.5. Нитраты и нитриты определяют по методам, утвержденным Главным управлением ветеринарии Госагропрома СССР, в соответствии с порядком, установленным Госагропромом СССР и Минхлебопродуктом СССР.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Жмых упаковывают в целые, чистые, сухие мешки по ГОСТ 2226 массой нетто не более 30 кг или отгружают без тары (насыпью).

4.2. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192. Маркировка, характеризующая упакованную продукцию, должна содержать:

- наименование продукции и ее сорта;
- номер документа о качестве или номер партии;
- дату отгрузки;
- обозначение настоящего стандарта.

При отгрузке продукции насыпью эти данные должны быть указаны в накладной.

4.1, 4.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. Транспортируют жмых в чистых сухих крытых пролезинфицированных железнодорожных вагонах, оборудованных щитами, или автомашинах, закрывающихся брезентом.

4.4. Для предотвращения самовозгорания и порчи жмых должен охлаждаться перед хранением и отгрузкой в зимние месяцы до температуры не выше 35 °С, а в летние месяцы его температура должна быть не более чем на 5 °С выше температуры окружающего воздуха.

4.5. Хранение жмыха производят в чистых помещениях, не зараженных вредителями хлебных запасов, хорошо проветриваемых, защищенных от воздействия прямого солнечного света и источников тепла.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.6. При хранении жмыха в складских помещениях напольного типа насыпью высота насыпи не должна превышать 5 м.

4.7. Температуру заложенного на хранение жмыха необходимо проверять периодически не реже чем через 2 ч дистанционными термометрами или термоштангами.

РАСЧЕТ ОБЩЕЙ ЭНЕРГЕТИЧЕСКОЙ ПИТАТЕЛЬНОСТИ

Расчет общей энергетической питательности (*ОЭП*) в кормовых единицах (к. е.) проводят по формуле

$$ОЭП = \frac{1,501П + 2,492Ж + 1,152БЭВ}{1000},$$

где *БЭВ* — содержание безазотистых экстрактивных веществ, г/кг, вычисляют по формуле

$$БЭВ = 1000 - (П + Ж + З + К);$$

П — содержание сырого протеина, г/кг;

Ж — содержание сырого жира, г/кг;

З — содержание общей золы, г/кг;

К — содержание сырой клетчатки, г/кг;

1,501, 2,492, 1,152 — энергетические коэффициенты сырых питательных веществ.

Для расчета используют данные, получаемые при периодических анализах по соответствующим показателям.

Для выражения этих показателей в г/кг необходимо их массовые доли умножить на 10.

ПРИЛОЖЕНИЕ. (Введено дополнительно, Изм. № 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством пищевой промышленности СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 19.06.74 № 1504
3. ВЗАМЕН ГОСТ 68-40
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1277-75	3.3.1
ГОСТ 1770-74	3.3.1
ГОСТ 2226-88	4.1
ГОСТ 2603-79	3.3.1
ГОСТ 3760-79	3.3.1
ГОСТ 4166-76	3.3.1
ГОСТ 4204-77	3.3.1
ГОСТ 4220-75	3.3.1
ГОСТ 5947-68	1.1, 1.6
ГОСТ 5962-67	3.3.1
ГОСТ 9147-80	3.3.1
ГОСТ 10929-76	3.3.1
ГОСТ 13496.2-91	1.5
ГОСТ 13496.4-93	1.5
ГОСТ 13496.15-97	1.5
ГОСТ 13979.0-86	2.1, 3.1, 3.2.2
ГОСТ 13979.4-68	1.4
ГОСТ 13979.5-68	1.5
ГОСТ 13979.6-69	1.5
ГОСТ 13979.11-83	1.5
ГОСТ 14192-96	4.2
ГОСТ 24104-88	3.3.1
ГОСТ 25336-82	3.3.1
ТУ 6-09-5316-86	3.3.1
ТУ 113-04-254-87	3.3.1
ТУ 7506804-97-90	3.3.1

5. Снято ограничение срока действия по протоколу № 5-94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12-94)
6. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в мае 1984 г., апреле 1988 г., октябре 1988 г. (ИУС 9-84, 7-88, 1-89)