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
2014

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

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 06 марта 2014 г. № 99-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). 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 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 (gost.ru)

© Стандартинформ, 2014

В Российской Федерации 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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

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 Р ИСО 5725-6–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р ИСО 6497–2011 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

ГОСТ Р 51568–99 Сита лабораторные из металлической проволочной сетки. Технические условия.

ГОСТ Р 51574–2000 Соль поваренная пищевая. Технические условия

ГОСТ Р 51720–2001 Мешки из полимерных пленок. Общие технические условия

ГОСТ Р 51760–2011 Тара потребительская полимерная. Общие технические условия

ГОСТ Р 51848–2001 Продукция комбикормовая. Термины и определения

ГОСТ Р 51849–2001 Продукция комбикормовая. Информация для приобретателя. Общие требования

ГОСТ Р 51850–2001 Продукция комбикормовая. Правила приемки. Упаковка, транспортирование и хранение

ГОСТ Р 52145–2003 Материалы комбинированные на основе алюминиевой фольги. Технические условия

ГОСТ Р 52901–2007 Картон гофрированный для упаковки продукции. Технические условия

ГОСТ Р 53019–2008 Нитки швейные для изделий технического и специального назначения. Технические условия

ГОСТ Р 53100–2008 Средства лекарственные для ветеринарного применения, корма, кормовые добавки. Определение массовой доли кадмия и свинца методом атомно-абсорбционной спектрометрии

ГОСТ Р 53101–2008 Средства лекарственные для ветеринарного применения, корма, кормовые добавки. Определение массовой доли мышьяка методом атомно-абсорбционной спектрометрии

ГОСТ Р 53228–2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Издание официальное

ГОСТ Р 53361–2009 Мешки из бумаги и комбинированных материалов. Общие технические условия

ГОСТ Р 54017–2010 Продукты пищевые. Метод определения содержания стронция Sr-90

ГОСТ Р 54040–2010 Продукция растениеводства и корма. Метод определения ^{137}Cs

ГОСТ OIML R 111-1–2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Гири классов точности E (индекса 1), E (индекса 2), F (индекса 1), F (индекса 2), M (индекса 1), M (индекса 1-2), M (индекса 2), M (индекса 2-3) и M (индекса 3). Часть 1. Метрологические и технические требования

ГОСТ 8.579–2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к количеству фасованных товаров в упаковках любого вида при их производстве, расфасовке, продаже и импорте

ГОСТ 12.1.005–88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007–76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.041–83 Система стандартов безопасности труда. Пожаро-взрывобезопасность горючих пылей. Общие требования

ГОСТ 12.2.003–91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.011–89 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация

ГОСТ 17.2.3.02–78 Охрана природы. Атмосфера. Правила установления допустимых выбросов вредных веществ промышленными предприятиями

ГОСТ 21–94 Сахар-песок. Технические условия

ГОСТ 83–79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 427–75 Линейки измерительные металлические. Технические условия

ГОСТ 1770–74 (ИСО 1042–83, ИСО 4788–80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3769–78 Реактивы. Аммоний сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4159–79 Реактивы. Йод. Технические условия

ГОСТ 4165–78 Реактивы. Медь(II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4174–77 Реактивы. Цинк сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4202–75 Реактивы. Калий йодноватокислый. Технические условия

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220–75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4232–74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4328–77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4403–91 Ткани для сит из шелковых и синтетических нитей. Общие технические условия

ГОСТ 4461–77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5823–78 Реактивы. Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 5845–79 Реактивы. Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия

ГОСТ 6016–77 Реактивы. Спирт изобутиловый. Технические условия.

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6825–91 Лампы люминесцентные трубчатые для общего освещения

ГОСТ 7699–78 Крахмал картофельный. Технические условия

ГОСТ 9142–90 Ящики из гофрированного картона. Общие технические условия

ГОСТ 10163–76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 10354–82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 10652–73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N' — тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 12302–2013 Пакеты из полимерных пленок и комбинированных материалов. Общие технические условия

ГОСТ 13511–2006 Ящики из гофрированного картона для пищевых продуктов, спичек, табачных изделий и моющих средств. Технические условия

ГОСТ 13646–68 Термометры стеклянные ртутные для точных измерений. Технические условия

ГОСТ 14192–96 Маркировка грузов

ГОСТ 14919–83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электро-шкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 16337–77 Полиэтилен высокого давления. Технические условия

ГОСТ 17269–71 Респираторы фильтрующие газопылезащитные РУ-60м и РУ-60му. Технические условия

ГОСТ 17308–88 Шпагаты. Технические условия

ГОСТ 18251–87 Лента клеевая на бумажной основе. Технические условия

ГОСТ 18289–78 Реактивы. Натрий вольфрамовокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 18481–81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 19360–74 Мешки-вкладыши пленочные. Общие технические условия

ГОСТ 20477–86 Лента полиэтиленовая с липким слоем. Технические условия

ГОСТ 22280–76 Реактивы. Натрий лимоннокислый 5,5-водный. Технические условия

ГОСТ 23153–78 Кормопроизводство. Термины и определения

ГОСТ 24363–80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 24370–80 Пакеты из бумаги и комбинированных материалов. Общие технические условия

ГОСТ 25250–88 Пленка поливинилхлоридная для изготовления тары под пищевые продукты и лекарственные средства. Технические условия

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.2–83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

ГОСТ 26929–94 Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов

ГОСТ 26927–86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения ртути

ГОСТ 26930–86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения мышьяка

ГОСТ 26932–86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения свинца

ГОСТ 26933–86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения кадмия

ГОСТ 26996–86 Полипропилен и сополимеры пропилена. Технические условия

ГОСТ 27068–86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

ГОСТ 29169–91 (ИСО 648–77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227–91 (ИСО 835-1–81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251–91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 30090–93 Мешки и мешочные ткани. Общие технические условия

ГОСТ 30692–2000 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Атомно-абсорбционный метод определения содержания меди, свинца, цинка и кадмия

ГОСТ 31449–2013 Молоко коровье сырое. Технические условия

ГОСТ 31650–2012 Средства лекарственные для животных, корма и кормовые добавки. Определение массовой доли ртути методом атомно-абсорбционной спектрометрии

ГОСТ 31660–2012 Продукты пищевые. Инверсионно-вольтамперомет-рический метод определения массовой концентрации йода

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.

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 Федерации*.

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	

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

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 кадмий свинец мышьяк	 0,1 0,4 5,0 2,0
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.

5.4.5 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.

5.4.6 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 упаковывании в транспортную тару не более 25 кг.

5.4.7 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.

5.4.8 Допускается для упаковывания 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/м^3.

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 ± 0,002 г и ± 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;
- колба круглая 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 гидроокись 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 вольфрамовокислый 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 иодиды

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 $дм^3$ в мерной колбе. Используют свежеприготовленный раствор.

Приготовление раствора крахмала массовой долей 0,5 %

0,50 г крахмала смешивают с 10 $см^3$ холодной дистиллированной воды. Полученную смесь приливают тонкой струйкой при перемешивании в 90 $см^3$ кипящей дистиллированной воды и кипятят в течении 2 мин. Раствор охлаждают до температуры 20 ^{0}С — 25 ^{0}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 иодиды в пробирку из термостойкого стекла вместимостью 20 $см^3$ помещают 0,12 г анализируемой пробы добавки, добавляют 1,0 г хлората калия, 3 $см^3$ дистиллированной воды и 4 $см^3$ 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 $см^3$ дистиллированной воды и перемешивают.

Срок хранения полученного раствора в пробирке — не более двух–четырех часов.

Вносят в пробирку 1 $см^3$ свежеприготовленного раствора йодида калия массовой долей 0,5 % и добавляют 1 $см^3$ 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 гидроокиси натрия растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 250 $см^3$, 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 $см^3$ 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 $см^3$ и доводят объем раствора водой до метки, а затем перемешивают.

Растворы А и Б сливают в колбу вместимостью 500 $см^3$ в соотношении 49 : 1 при постоянном перемешивании.

Приготовление реактива Фолина

В круглодонную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 70 $см^3$ дистиллированной воды, 10 г натрия вольфрамовокислого 2-водного, 2,5 г кислоты фосфорномолибденовой, кипятят с обратным холодильником в течение 2 ч, затем охлаждают, разбавляют дистиллированной водой до 100 $см^3$, 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 $см^3$, при встряхивании растворяют в 4 $см^3$ дистиллированной воды и отфильтровывают через бумажный фильтр. К 2 $см^3$ фильтрата добавляют 4 $см^3$ смеси реактивов А и Б, перемешивают и выдерживают в течение 10 мин при комнатной температуре. Добавляют 1 $см^3$ 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 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде, подкисленной двумя — тремя каплями разведенной дистиллированной водой 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 гидроокиси натрия помещают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, растворяют в 400 $см^3$ 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 $см^3$, растворяют в 25 $см^3$ дистиллированной воды на магнитной мешалке в течение 15 мин и фильтруют через бумажный фильтр. Прибавляют 5 $см^3$ 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

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 серноватистокислым 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 ± 0,002 г и ± 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 П4-20-14/23 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 ± 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 двухромовокислый 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/дм^3

25,00 г 5-водного серноватистокислого натрия растворяют в 400 см^3 дистиллированной воды, прибавляют 10 см^3 изобутилового спирта или 0,2 г карбоната натрия, тщательно перемешивают, доводят объем до 1 дм^3 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/дм^3

Необходимое количество раствора тиосульфата натрия молярной концентрацией 0,001 моль/дм^3 получают разведением раствора серноватистокислого натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 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 см^3 дистиллированной воды в конической колбе вместимостью 100 см^3 со шлифом. Готовый раствор охлаждают и хранят в плотно закрытой емкости из темного стекла.

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

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

8.3.2.3 Порядок выполнения измерений

0,12 г анализируемой пробы добавки помещают в пробирку из термостойкого стекла вместимостью 20 см^3, добавляют 1,5 г хлората калия, 3,5 см^3 дистиллированной воды и 4,6 см^3 разведенной дистиллированной водой 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 ^{0}С — 25 ^{0}С. Добавляют 5 см^3 дистиллированной воды и содержимое переливают в коническую колбу вместимостью 100 см^3. Процедуру добавления 5 см^3 дистиллированной воды повторяют еще четыре раза.

Затем в колбу добавляют пипеткой 0,03 см^3 раствора фенола массовой долей 1 %, приготовленного по 8.3.2.2, вносят 1 см^3 свежеприготовленного раствора йодида калия массовой долей 0,5 %, приготовленного по 8.2.2.1.

Добавляют 1 см^3 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/дм^3, приготовленного 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.

8.3.2.4 Обработка результатов

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

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

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:

$$|X_1 - X_2| \le 0{,}01 \cdot r_{отн} \cdot X_{ср}, \qquad (2)$$

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

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

$r_{отн}$ — 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 (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 ± δ, %	Предел повторяемости $r_{отн}$, %	Предел воспроизводимости $R_{отн}$, %
От 10 до 100 включ.	24	17	34
Св. 100 до 1000	12	8	17

8.3.2.5 Оформление результатов измерений

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

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

где δ — значение границ относительной погрешности, приведенное в таблице1, %.

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 ± 0,002 г;
- пипетки 2-2-1; 2-2-2; 2-2-5; 2-2-10 по ГОСТ 29169;
- пробирки П4-10-14/23 ТСХ 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 см^3 и растворяют в 5 см^3 дистиллированной воды. Добавляют 0,2 см^3 концентрированной серной кислоты и перемешивают содержимое в течение 1–2 мин. Добавляют 1 см^3 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 1500Гц.

8.6.2 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.

8.6.3 Обработка результатов

Остаток на сите X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_0)100}{m}, \quad (3)$$

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 2697 или ГОСТ 31650 (в спорных случаях), мышьяка — по ГОСТ 26930 или ГОСТ Р 53101 (в спорных случа- ях), 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 № 319 от 18 июня 2010 г.

[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 10.06.75 г.

[6] Методические указания по санитарно-микологической оценке и улучшению качества кормов. Утверждены Главным управлением ветеринарии Министерства сельского хозяйства СССР 25.02.85

[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

* Действует на территории Таможенного союза.

УДК 664.761:641.562:006.354 ОКС 65.120 С19 ОКСТУ 9209

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

Подписано в печать 02.10.2014. Формат 60x84⅛.
Усл. печ. л. 1,86. Тираж 38 экз. Зак. 4569

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»,
123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru