ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 59296— 2021

МУКА КОРМОВАЯ ЖИВОТНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА КОРМОВ ДЛЯ НЕПРОДУКТИВНЫХ ЖИВОТНЫХ

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2021

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Федеральный научный центр пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН (ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН) по заказу Ассоциации производителей кормов для домашних животных (АПК)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 226 «Мясо и мясная продукция»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 января 2021 г. № 19-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартинформ, оформление, 2021

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 3
4 Классификация 4
5 Технические требования 5
6 Правила приемки 9
7 Методы контроля 10
8 Транспортирование и хранение 11
Приложение А (обязательное) Определение органолептических показателей кормовой муки животного происхождения для производства кормов для непродуктивных животных 12
Приложение Б (обязательное) Определение содержания гистамина в кормовой муке животного происхождения для производства кормов для непродуктивных животных 14
Библиография 21

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МУКА КОРМОВАЯ ЖИВОТНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА КОРМОВ ДЛЯ НЕПРОДУКТИВНЫХ ЖИВОТНЫХ

Технические условия

Feeding flour of animal origin for non-productive animals. Specifications

Дата введения — 2021—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кормовую муку животного происхождения (мясокостную, мясную, из гидролизованного пера), предназначенную для производства кормов для непродуктивных животных (кошек и собак) (далее — кормовая мука).

Кормовая мука не предназначена для непосредственного скармливания животным.

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 при их производстве, фасовании, продаже и импорте

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

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 12.1.018 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

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

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

ГОСТ 2226 Мешки из бумаги и комбинированных материалов. Общие технические условия

ГОСТ 11254 Жиры животные топленые и мука кормовая животного происхождения. Методы определения антиокислителей

ГОСТ 13496.0 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 13496.4 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания азота и сырого протеина

ГОСТ 13496.18 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения кислотного числа жира

Издание официальное

ГОСТ 13496.20 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Метод определения остаточных количеств пестицидов

ГОСТ 14192 Маркировка грузов

ГОСТ 15846 Продукция, отправляемая в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 17681—82 Мука животного происхождения. Методы испытаний

ГОСТ 24363 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 25311 Мука кормовая животного происхождения. Методы бактериологического анализа

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

ГОСТ 26226 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения сырой золы

ГОСТ 26678 Холодильники и морозильники бытовые электрические компрессионные параметрического ряда. Общие технические условия

ГОСТ 26927 Сырье и продукты пищевые. Метод 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 30692 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Атомно-абсорбционный метод определения содержания меди, свинца, цинка и кадмия

ГОСТ 31481 Комбикорма, комбикормовое сырье. Метод определения остаточных количеств хлорорганических пестицидов

ГОСТ 31485 Комбикорма, белково-витаминно-минеральные концентраты. Метод определения перекисного числа (гидроперекисей и пероксидов)

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

ГОСТ 31674 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения общей токсичности

ГОСТ 31675 Корма. Методы определения содержания сырой клетчатки с применением промежуточной фильтрации

ГОСТ 31983 Продукты пищевые, корма, продовольственное сырье. Методы определения содержания полихлорированных бифенилов

ГОСТ 32044.1 (ISO 5983-1:2005) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Определение массовой доли азота и вычисление массовой доли сырого протеина. Часть 1. Метод Къельдаля

ГОСТ 32064 Продукты пищевые. Методы выявления и определения количества бактерий семейства Enterobacteriaceae

ГОСТ 32194 (ISO 14181:2000) Корма, комбикорма. Определение остатков хлорорганических пестицидов методом газовой хроматографии

ГОСТ 32905 (ISO 6492:1999) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Метод определения содержания сырого жира

ГОСТ 32933 (ISO 5984:2002) Корма, комбикорма. Метод определения содержания сырой золы

ГОСТ 34141 Продукты пищевые, корма, продовольственное сырье. Определение мышьяка, кадмия, ртути и свинца методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой

ГОСТ 34427 Продукты пищевые и корма для животных. Определение ртути методом атомно-абсорбционной спектрометрии на основе эффекта Зеемана

ГОСТ 34449 Продукты пищевые, продовольственное сырье, корма, кормовые добавки. Определение массовой доли диоксинов методом хромато-масс-спектрометрии высокого разрешения

ГОСТ ISO 3960 Жиры и масла животные и растительные. Определение перекисного числа. Йодометрическое (визуальное) определение по конечной точке

ГОСТ ISO 6463 Жиры и масла животные и растительные. Определение бутилгидроксианизола (БОА) и бутилгидрокситолуола (БОТ). Метод газожидкостной хроматографии

ГОСТ ISO 6497 Корма. Отбор проб

ГОСТ ISO 6498 Корма, комбикорма. Подготовка проб для испытаний

ГОСТ ISO 7886-1 Шприцы инъекционные однократного применения стерильные. Часть 1. Шприцы для ручного использования

ГОСТ ISO 27107 Жиры и масла животные и растительные. Определение перекисного числа потенциометрическим методом по конечной точке титрования

ГОСТ ISO/TS 17728 Микробиология пищевой цепи. Методы отбора проб пищевой продукции и кормов для микробиологического анализа

ГОСТ Р 50457 (ИСО 660—83) Жиры и масла животные и растительные. Определение кислотного числа и кислотности

ГОСТ Р 51301 Продукты пищевые и продовольственное сырье. Инверсионно-вольтамперометрические методы определения содержания токсичных элементов (кадмия, свинца, меди и цинка)

ГОСТ Р 51423 (ИСО 6655—97) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Метод определения массовой доли растворимого азота после обработки пепсином в разведенной соляной кислоте

ГОСТ Р 51766 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка

ГОСТ Р 52501 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия

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

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

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

ГОСТ Р 54951 (ИСО 6496:1999) Корма для животных. Определение содержания влаги

ГОСТ Р 55447 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Определение содержания кадмия, свинца, мышьяка, ртути, хрома, олова методом атомно-абсорбционной спектроскопии

ГОСТ Р 55987 Корма, комбикормовое сырье. Метод определения переваримости муки из гидролизованного пера *in vitro*

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 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 следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **кормовая мука животного происхождения для производства кормов для непродуктивных животных:** Продукт различной степени измельчения, получаемый из продуктов убоя убойных животных и птицы для убоя, в т. ч. пищевых и непищевых белковых отходов, конфискатов, малоценных субпродуктов, кости, животного жира и пр., допущенных органами ветеринарного надзора для переработки на кормовую муку.

3.2 **непродуктивные животные:** Животные, которые вскармливаются, выращиваются или содержатся человеком и целенаправленно не используются для получения от них продукции животноводства.

3.3 **убойное животное:** Сельскохозяйственное или промысловое животное, предназначенное для убоя.

Примечания

1 К убойным животным относят скот для убоя и кроликов.

2 К скоту для убоя относят крупный рогатый скот, буйволов, яков, овец, коз, свиней, лошадей, ослов, верблюдов, северных оленей.

3.4 **птица для убоя:** Сельскохозяйственная птица, предназначенная для убоя и переработки в промышленных условиях и отвечающая требованиям действующего ветеринарного законодательства.

Примечание — К сельскохозяйственной птице относят водоплавающую и сухопутную птицу промышленного откорма.

3.5 **конфискат:** Туши/тушки, части туши/тушки и органы убойных животных и птицы для убоя, признанные органами ветеринарного надзора непригодными для пищевых целей и допущенные для производства кормовой и технической продукции.

3.6 **мясокостная мука:** Кормовая мука животного происхождения для производства кормов для непродуктивных животных, изготовленная методом термической обработки и измельчения мякотного сырья, кости, мясокостного сырья.

Примечания

1 К мякотному сырью относят мякотные и слизистые субпродукты, животный жир, ветеринарные конфискаты и др.

2 Допускается различное сочетание сырьевых компонентов при изготовлении мясо-костной муки.

3.7 **мясная мука:** Кормовая мука животного происхождения для производства кормов для непродуктивных животных, изготовленная методом термической обработки и измельчения мякотного сырья.

Примечание — Допускается при изготовлении мясной муки добавлять кость менее 10 % от общей массы сырья.

3.8 **мука из шквары:** Мясная мука, изготовленная методом сушки измельченной шквары (фузы), полученной после вытопки жира-сырца.

3.9 **мука из гидролизованного пера:** Кормовая мука животного происхождения для производства кормов для непродуктивных животных, изготовленная из пера птицы для убоя методом измельчения и гидролиза.

3.10 **антимикробная добавка:** Вещество, добавляемое при изготовлении кормовой муки животного происхождения для производства кормов для непродуктивных животных с целью замедления и (или) подавления микробиологической активности.

3.11 **посторонние примеси:** Насекомые и их части, грызуны и их части, камни, песок, земля, пластмасса, картон, бумага, щепки, текстиль, веревки, неперемолотое сырье, а также прочие вещества и предметы, нехарактерные и неиспользуемые в рецептуре кормовой муки животного происхождения для производства кормов для непродуктивных животных, кроме металломагнитных примесей.

3.12 **антиокислитель:** Технологическая добавка, предназначенная для замедления процесса окисления и увеличения сроков годности кормовой муки животного происхождения для производства кормов для непродуктивных животных.

4 Классификация

4.1 Кормовую муку в зависимости от состава сырья подразделяют:
- на мясокостную;
- мясную (включая из шквары);
- из гидролизованного пера.

4.2 Мясную и мясокостную муку в зависимости от перерабатываемого сырья подразделяют на муку, состоящую:
- из всех видов птицы для убоя;
- всех видов убойного скота;
- кроликов.

Примечание — Максимальная массовая доля примеси муки из других видов убойных животных и/или птицы для убоя, которые не использовались в производстве, но их наличие полностью исключить невозможно, не должна превышать 5 %.

4.3 В зависимости от соотношения показателей питательности и качества мясо-костную муку из птицы для убоя подразделяют на три сорта: 1-й, 2-й и 3-й; мясокостную муку из всех видов убойного скота — на два сорта: 1-й и 2-й.

5 Технические требования

5.1 Кормовая мука должна соответствовать требованиям настоящего стандарта, [1], вырабатываться согласно технологической инструкции по ее производству с соблюдением нормативных правовых актов Российской Федерации*.

5.2 По органолептическим показателям кормовая мука должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1

Наименование характеристики	Содержание характеристики
Внешний вид	Сыпучий продукт без плотных, не рассыпающихся при надавливании комков
Цвет	От светло-коричневого до коричневого
Запах	Свойственный данному виду продукта, не допускается плесневелый, окисленный, гнилостный и пережаренный запах

5.3 По физико-химическим показателям кормовая мука должна соответствовать требованиям, указанным в таблицах 2 и 3.

Таблица 2

Наименование показателя	Значение показателя для кормовой муки					
	мясокостной					
	из птицы для убоя			из всех видов убойного скота		из кроликов
	1-го сорта	2-го сорта	3-го сорта	1-го сорта	2-го сорта	
Крупность помола: остаток частиц, %, не более, на сите диаметром отверстий, мм: - 2 - 5	2,5 Не допускается					
Массовая доля металломагнитной примеси, мг/кг, не более: - частиц размером св. 2 мм и с острыми краями - частиц размером не более 2 мм включ.	Не допускается 150					
Массовая доля золы (минеральной примеси), нерастворимой в соляной кислоте, %, не более	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Массовая доля влаги, %, не более	8	8	8	8	8	8
Массовая доля протеина, %, не менее	66	60	54	55	45	56
Массовая доля жира, %, не более	16	18	20	14	18	17
Массовая доля золы, %, не более	16	18	24	30	40	20
Массовая доля растворимого протеина (усвояемый белок), %, не менее	85	85	85	85	85	85

* До введения соответствующих нормативных актов Российской Федерации — нормативными документами федеральных органов исполнительной власти.

Окончание таблицы 2

Наименование показателя	Значение показателя для кормовой муки					
	мясокостной					
	из птицы для убоя			из всех видов убойного скота		из кроликов
	1-го сорта	2-го сорта	3-го сорта	1-го сорта	2-го сорта	
Массовая доля клетчатки, %, не более	2	2	2	2	2	2
Общая токсичность	Не допускается					
Перекисное число, мЭкв активного кислорода на кг жира, не более	10	10	10	10	10	10
Кислотное число, мг КОН/г, не более	24	24	50	24	24	24
Массовая доля гистамина, мг/кг, более	100	100	100	100	100	100

Примечания

1 Значения показателей протеина, жира, клетчатки, минеральной примеси даны с учетом предельного содержания влаги.

2 Физико-химические показатели мясокостной муки, изготовленной из нескольких видов убойных животных и птицы для убоя, должны быть не ниже значений показателей, установленных для мясокостной муки из всех видов убойного скота 2-го сорта.

Таблица 3

Наименование показателя	Значение показателя для кормовой муки		
	из гидролизованного пера	мясной	
		из шквары	прочей мясной муки
Крупность помола: остаток частиц, %, не более, на сите диаметром отверстий, мм: - 2 - 5	 2,5 Не допускается		
Массовая доля металломагнитной примеси, мг/кг, не более: - частиц размером св. 2 мм и с острыми краями - частиц размером не более 2 мм включ.	 Не допускается 150		
Массовая доля золы, (минеральной примеси), нерастворимой в соляной кислоте, %, не более	1,0	1,0	1,0
Массовая доля влаги, %, не более	8	7	8
Массовая доля протеина, %, не менее	84	78	64
Массовая доля жира, %, не более	9	14	14
Массовая доля золы, %, не более	4	8	12
Массовая доля растворимого протеина (усвояемый белок) %, не менее	75	90	85
Массовая доля клетчатки, %, не более	2	2	2
Общая токсичность	Не допускается		

Окончание таблицы 3

Наименование показателя	Значение показателя для кормовой муки		
	из гидролизованного пера	мясной	
		из шквары	прочей мясной муки
Перекисное число, мЭкв активного кислорода на кг жира, не более	—	10	10
Кислотное число, мг КОН/г, не более	—	24	20
Массовая доля гистамина, мг/кг, более	100	100	100
Примечание — Значения показателей протеина, жира, клетчатки, минеральной примеси даны с учетом предельного содержания влаги.			

5.4 По микробиологическим показателям кормовая мука должна соответствовать требованиям*, приведенным в таблице 4.

Таблица 4

Наименование показателя	Значение показателя
Бактерии семейства Enterobacteriaceae, КОЕ/г	Не более 300
Бактерии рода Salmonella	Не допускается в 25 г
Токсинообразующие анаэробы	Не допускается в 50 г

5.5 По содержанию токсичных элементов, пестицидов, диоксинов и маркерных полихлорированных бифенилов кормовая мука должна соответствовать требованиям*, указанным в таблице 5.

Таблица 5

Наименование показателя	Значение показателя в пересчете на 12 % влажности*
Токсичные элементы, не более, мг/кг	
Свинец	5,0
Мышьяк	5,0
Кадмий	2,0
Ртуть	0,4
Пестициды, не более мг/кг	
Гексахлорциклогексан (ГХЦГ) сумма изомеров	0,2
ДДТ и метаболиты	0,05
Альдрин	0,01
Хлордан	0,02
Эндосульфан	0,1
Эндрин	0,01
Гептахлор	0,01
Гексахлорбензол	0,01

* До введения в действие соответствующего технического регламента.

Окончание таблицы 5

Наименование показателя	Значение показателя в пересчете на 12 % влажности*
Диоксины, нг ТЭК ВОЗ/кг, не более	0,75
Маркерные полихлорированные бифенилы, нг ТЭК ВОЗ/кг, не более	0,5

* Пересчет результатов испытаний на 12 % влажности в образце $C_{12\ \%}$ производят по формуле

$$C_{12\ \%} = \frac{C \cdot (100 - 12)}{100 - W},$$

где $C_{12\ \%}$ — содержание аналита в анализируемом образце с пересчетом на 12 % влажности, ед. изм.;

C — содержание аналита в анализируемом образце, ед. изм.;

W — фактическое содержание влаги в образце, %.

Примечание — Диоксины и маркерные полихлорированные бифенилы определяют в случае обоснованного предположения о возможном их наличии в сырье.

5.6 Требования к сырью

5.6.1 Все используемое сырье должно быть допущено органами ветеринарного надзора для переработки на кормовую муку.

5.6.2 Для изготовления кормовой муки используют конфискаты и малоценное в пищевом отношении сырье, получаемое при переработке одного или нескольких видов убойных животных, птицы для убоя, подвергнутых предубойной выдержке в соответствии с требованиями [2], и при производстве продукции на мясокомбинатах, птицекомбинатах, мясоперерабатывающих заводах.

Для производства кормовой муки допускается использовать мясо, мякотные субпродукты, кишки-сырец, мясокостные субпродукты, продукты зачистки туш, кость 1-й категории, мясокостный остаток, получаемый при дообвалке и/или механической обвалке мяса.

Не допускается при выработке кормовой муки использовать трупы убойных животных, птицы для убоя и сырья, полученного от переработки трупов животных и птицы.

Во избежание ухудшения качества органолептических показателей для кормовой муки из гидролизованного пера время переработки не должно превышать 16 ч после убоя птицы.

5.6.3 Не допускается наличие в кормовой муке:

- пера (кроме муки из гидролизованного пера);
- шерсти;
- шкуры;
- крови;
- содержимого кишечника/желудка, вызванного нарушением предубойной выдержки;
- белков растительного происхождения;
- иных источников азота, не содержащихся в сырье животного происхождения;
- технологических и вспомогательных средств;
- лекарственных средств;
- посторонних примесей (кроме металломагнитной примеси).

5.6.4 Не допускается внесение антимикробных добавок при производстве и переработке кормовой муки с целью имитации микробиологической чистоты продукта.

5.6.5 Для замедления окислительных процессов жира, содержащегося в кормовой муке, допускается ее обработка антиокислителями.

Максимальный уровень содержания антиокислителей бутилгидроксианизола (БОА), или бутилгидрокситолуола (БОТ), или их суммы (БОА+БОТ) в кормовой муке должен быть не более 300 мг/кг.

Примечания

1 Допускается использование других антиокислителей согласно технической документации.

2 Не допускается использование этоксиквина, в том числе в составе комплексных веществ.

При добавлении антиокислителей необходимо обеспечить их равномерное распределение по всему объему продукта.

5.7 Маркировка

5.7.1 Каждую упаковочную единицу маркируют по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционного знака «Беречь от влаги» и с указанием дополнительных данных:

- наименования, вида и сорта кормовой муки;
- массы нетто (мешка или партии), кг;
- даты изготовления;
- срока годности;
- условий хранения;
- номера партии или другой информации, позволяющей идентифицировать партию продукции;
- наименования и места нахождения изготовителя или фамилии, имени, отчества и места нахождения индивидуального предпринимателя-изготовителя, а также при необходимости наименования и места нахождения уполномоченного изготовителем лица, наименования и места нахождения организации-импортера или фамилии, имени, отчества и места нахождения индивидуального предпринимателя-импортера;
- обозначения настоящего стандарта.

Примечания

1 Наименование кормовой муки, изготовленной из определенного вида убойного животного или птицы для убоя, должно включать в себя наименование вида убойного животного или птицы, используемых для производства этой продукции или слова — производные от этих наименований.

2 При производстве муки из двух или более видов убойных животных и/или птицы для убоя их указывают в маркировке состава в порядке убывания их массовой доли на момент производства.

3 При транспортировании кормовой муки автомобильным транспортом допускается по согласованию с потребителем при маркировке каждой упаковочной единицы не указывать массу нетто.

Примеры маркировки наименования:

- «Кормовая мясокостная мука для производства кормов для непродуктивных животных говяжья 1-го сорта» (для муки, произведенной из одного вида убойного животного или птицы для убоя);

- «Кормовая мясокостная мука для производства кормов для непродуктивных животных 1-го сорта» (для муки, произведенной из двух или более видов убойных животных и/или птицы для убоя).

5.7.2 При бестарной перевозке сведения по 5.7.1 указывают в сопроводительной документации.

5.7.3 Маркировка кормовой муки, отправляемой в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, должна соответствовать требованиям ГОСТ 15846.

5.8 Упаковка

5.8.1 Кормовую муку вырабатывают в рассыпном виде.

5.8.2 Кормовую муку упаковывают в новые бумажные трех- и четырехслойные мешки по ГОСТ 2226, биг беги, мешки из полипропилена. Мешки/биг беги должны быть зашиты, или завязаны, или закрыты другим способом.

Масса одного мешка с кормовой мукой не должна превышать 50 кг.

Допускается, по согласованию с потребителем, упаковывать мясокостную муку в мягкие специализированные контейнеры для сыпучих продуктов типа МК-1,5 Л, а также в другие виды упаковки, разрешенные к применению в установленном порядке.

Примечание — Температура кормовой муки перед упаковкой должна быть не выше 35 °С.

5.8.3 При бестарной перевозке допускается не использовать упаковку.

5.8.4 Упаковывание кормовой муки для районов Крайнего Севера и приравненных к ним районов проводят по ГОСТ 15846.

6 Правила приемки

6.1 Кормовую муку принимают партиями.

Под партией понимают определенное количество кормовой муки одного наименования, одинаково упакованной, произведенной одним изготовителем по настоящему стандарту в определенный промежуток времени, сопровождаемое товаросопроводительной документацией, обеспечивающей прослеживаемость кормовой муки.

6.2 Органолептические показатели контролируют в каждой партии.

6.3 Порядок и периодичность контроля за содержанием токсичных элементов, пестицидов, антиокислителей, микробиологических и физико-химических показателей в кормовой муке устанавливает изготовитель в программе производственного контроля.

6.4 Предел допускаемого отрицательного отклонения массы нетто от номинального количества для отдельной упаковочной единицы — в соответствии с ГОСТ 8.579.

6.5 Для контроля качества кормовой муки из разных мест партии проводят выборку в объеме 10 % от объема партии, но не менее трех мешков.

6.6 Контроль за содержанием диоксинов и маркерных полихлорированных бифенилов проводят в случае ухудшения экологической ситуации, приводящей к их образованию и попаданию в окружающую среду, и обоснованного предположения о возможном наличии в продовольственном сырье.

6.7 При получении неудовлетворительных результатов проводят повторные испытания на удвоенной выборке от той же партии. Результаты повторных испытаний распространяют на всю партию.

7 Методы контроля

7.1 Отбор проб — по ГОСТ ISO 6497, ГОСТ 25311, ГОСТ ISO/TS 17728, а также в соответствии с приложением А.

7.2 Подготовка проб для определения:

- органолептических показателей — в соответствии с приложением А;
- физико-химических показателей — по ГОСТ 17681, ГОСТ ISO 6498;
- микробиологических показателей — по ГОСТ 25311, ГОСТ ISO/TS 17728, ГОСТ ISO 6498;
- токсичных элементов — по ГОСТ 26929, ГОСТ ISO 6498.

7.3 Определение органолептических показателей — в соответствии с приложением А.

7.4 Определение микробиологических показателей:

- бактерий семейства Enterobacteriaceae — по ГОСТ 32064, [3];
- бактерий рода Salmonella — по ГОСТ 25311, [3];.
- токсинообразующих анаэробов — по ГОСТ 25311, [3].

7.5 Определение крупности помола (для рассыпной муки) — по ГОСТ 17681 с использованием лабораторного сита диаметром отверстий 2,0 мм.

7.6 Определение массовой доли посторонних примесей (металломагнитная примесь, минеральная примесь) — по ГОСТ 17681.

7.7 Определение массовой доли влаги — по ГОСТ 17681, ГОСТ Р 54951.

7.8 Определение массовой доли протеина — по ГОСТ 32044.1, ГОСТ 13496.4.

7.9 Определение массовой доли жира — по ГОСТ 32905.

7.10 Определение массовой доли золы — по ГОСТ 26226, ГОСТ 32933.

7.11 Определение массовой доли растворимого протеина (усвояемый белок) — по ГОСТ Р 51423, ГОСТ Р 55987.

7.12 Определение массовой доли клетчатки — по ГОСТ 31675, ГОСТ 17681.

7.13 Определение общей токсичности — по ГОСТ 31674.

7.14 Определение свинца — по ГОСТ 26932, ГОСТ 30692, ГОСТ 34141, ГОСТ Р 51301, ГОСТ Р 53100, ГОСТ Р 55447.

7.15 Определения мышьяка — по ГОСТ 26930, ГОСТ 34141, ГОСТ Р 51766, ГОСТ Р 53101, ГОСТ Р 55447.

7.16 Определение кадмия — по ГОСТ 26933, ГОСТ 30692, ГОСТ 34141, ГОСТ Р 51301, ГОСТ Р 53100, ГОСТ Р 55447.

7.17 Определение ртути — по ГОСТ 26927, ГОСТ 31650, ГОСТ 34141, ГОСТ 34427, ГОСТ Р 55447.

7.18 Определение содержания антиокислителя бутилгидроксианизол (ВНА), или бутилгидрокситолуол (ВНТ), или их суммы (ВНА+ВНТ) — по ГОСТ ISO 6463, ГОСТ 11254.

7.19 Определение ГХЦГ суммы изомеров — по ГОСТ 32194, ГОСТ 31481, ГОСТ 13496.20.

7.20 Определение ДДТ и метаболитов — по ГОСТ 32194, ГОСТ 31481, ГОСТ 13496.20.

7.21 Определение альдрина — по [4].

7.22 Определение хлордана — по [4].

7.23 Определение эндосульфана — по [4].

7.24 Определение эндрина — по [4].

7.25 Определение гептахлора — по [4].

7.26 Определение гексахлорбензола — по [4].
7.27 Определение диоксинов — по ГОСТ 34449.
7.28 Определение маркерных полихлорированных бифенилов — по ГОСТ 31983.
7.29 Определение перекисного числа — по ГОСТ 31485, ГОСТ ISO 27107, ГОСТ ISO 3960.
7.30 Определение кислотного числа — по ГОСТ 13496.18, ГОСТ Р 50457.
7.31 Определение содержания гистамина — в соответствии с приложением Б.

8 Транспортирование и хранение

8.1 Кормовую муку транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозок, действующими на соответствующем виде транспорта. Перевозку кормовой муки, упакованной в бумажные, тканевые мешки и в мягкие специализированные контейнеры для сыпучих продуктов типа МК-1,5 Л, а также (по согласованию с заказчиком) в другие виды упаковки, разрешенные к применению в установленном порядке, осуществляют автомобильным транспортом в крытых транспортных средствах.

Упакованную в мешки кормовую муку допускается транспортировать в виде укрупненных грузовых единиц, размещенных на плоских поддонах в соответствии с правилами перевозки грузов, утвержденными в установленном порядке.

Допускается бестарная перевозка кормовой муки в специально оборудованных железнодорожных вагонах, автомобилях и судах, обеспечивающих защиту от атмосферных осадков и отвечающих ветеринарно-санитарным требованиям.

8.2 Кормовую муку следует хранить в крытом сухом, не зараженном вредителями помещении, имеющем твердое покрытие, с контролируемой температурой и относительной влажностью воздуха, защищенном от воздействия прямых солнечных лучей, источников тепла и влаги.

8.3 Допускается бестарное хранение кормовой муки в специальных закрытых бункерах как внутри, так и вне помещения.

Бестарное хранение и перевозка должны обеспечивать ветеринарно-санитарное качество кормовой муки в соответствии с требованиями документации, утвержденной в установленном порядке.

8.4 Срок годности и условия хранения кормовой муки устанавливает изготовитель.

Рекомендуемый срок годности кормовой муки при температуре воздуха не выше 30 °С и относительной влажности воздуха не более 75 % — не более 6 мес с момента изготовления.

Значения физико-химических показателей кормовой муки следует сохранять на протяжении всего срока годности.

Приложение А
(обязательное)

Определение органолептических показателей кормовой муки животного происхождения для производства кормов для непродуктивных животных

А.1 Общие положения

А.1.1 Органолептическую оценку проводят для определения следующих показателей: внешнего вида, цвета, запаха посредством органов чувств.

А.1.2 Помещение для проведения органолептической оценки образцов должно быть чистым, тщательно вентилируемым, без посторонних запахов.

А.1.3 Для проведения органолептической оценки создается комиссия в составе не менее трех человек. При возникновении спорных вопросов количество человек необходимо увеличить, при этом общее количество человек должно быть нечетным.

Работу комиссии возглавляет председатель, который назначает секретаря комиссии для обработки результатов испытаний.

А.1.4 К проведению органолептической оценки не допускаются лица с симптомами заболеваний верхних дыхательных путей.

Запрещается использование парфюмерии.

Члены комиссии не менее чем за 15 мин до испытания образцов не должны употреблять пищу и напитки, курить и пользоваться жевательной резинкой.

А.1.5 Каждый член комиссии оценивает не более шести образцов за одну сессию.

А.1.6 Между испытаниями образцов следует восстанавливать исходное (нейтральное) состояние обоняния. Для этого можно несколько раз понюхать собственную кожу рук (участок должен быть чистым).

А.1.7 Перед проведением органолептической оценки члены комиссии должны быть ознакомлены с характеристиками, указанными в таблице 1.

Запах должен соответствовать характеристикам, указанным в таблице 1, а также четырем критериям:

а) готовность: непережаренный, негорелый, необугленный;

б) прогорклость: неокисленный (отсутствует запах прогорклого жира или краски);

в) свежесть: свежий, неплесневелый, без запаха разложения белка;

г) наличие посторонних запахов: отсутствие несвойственных запахов, химических запахов (например, кислоты, аммиака, фенола).

А.2 Отбор проб

А.2.1 Требования к отбору проб для проведения органолептической оценки — в соответствии ГОСТ 13496.0.

А.2.2 Отбор проб от неупакованной продукции

От неупакованной продукции пробы отбирают из разных мест одной партии по всей площади насыпи.

Отбирают не менее 20 точечных проб, из которых составляют объединенную пробу массой не более 500 г или согласно внутренней инструкции предприятия и плана по отбору проб.

Объединенную пробу делят на два образца — один для испытания и один для хранения (контрольный образец).

Примечания

1 Контейнеры для хранения образцов должны быть чистыми, сухими и не иметь посторонних запахов.

2 Необходимо заполнять контейнер кормовой мукой на 1/3 его объема и выдерживать в закрытом состоянии при комнатной температуре в течение не менее 2 мин с целью насыщения воздуха в контейнере ароматическими компонентами кормовой муки.

А.2.3 Отбор проб от упакованной продукции

От упакованной продукции проводят выборку в соответствии с таблицей А.1.

Таблица А.1

Количество упаковочных единиц в партии	Объем выборки
Не более 10 включ.	Каждая упаковочная единица
От 10 до 100 включ.	10 упаковочных единиц
Св. 100	10 упаковочных единиц и дополнительно 3 от каждых 100 упаковочных единиц

Точечные пробы от упакованной продукции отбирают в соответствии с ГОСТ 13496.0.

А.3 Проведение испытания

А.3.1 Определение внешнего вида и цвета кормовой муки проводят визуально.

100 г кормовой муки помещают на гладкую чистую белую поверхность и, перемешивая, рассматривают при естественном освещении.

А.3.2 Определение запаха

Контейнер с образцом для испытания встряхивают, а затем открывают.

После этого определяют запах испытуемого продукта органолептически путем анализа обонятельных ощущений. Контейнер закрывают.

При необходимости процедуру повторяют, но не более трех раз.

А.4 Обработка результатов

Оценку осуществляют путем сравнения характеристик исследуемого образца с характеристиками, указанными в таблице 1.

Испытуемый образец относят к одной из трех категорий качества:

1) хорошее — соответствует характеристикам, указанным в таблице 1;

2) приемлемое — мало отличается от характеристик, указанных в таблице 1;

3) неприемлемое — не соответствует характеристикам, указанным в таблице 1.

Приложение Б
(обязательное)

Определение содержания гистамина в кормовой муке животного происхождения для производства кормов для непродуктивных животных

Б.1 Сущность метода

Метод основан на экстракции гистамина разбавленным раствором хлорной кислоты, последующем центрифугировании и количественном определении методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с постколоночной дериватизацией о-фталальдегидом и флуориметрическим детектированием полученной производной.

Б.2 Требования к условиям измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия эксплуатации анализатора:

- температура окружающего воздуха от 18 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха не менее 15 % и не более 70 % при температуре 25 °С, с линейным снижением до 50 % при температуре 40 °С, без конденсации;
- атмосферное давление от 94,0 до 106,7 кПа (от 700 до 800 мм рт. ст.).

Б.3 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Хроматограф жидкостный высокоэффективный*, включающий:

- насос градиентный для 2-компонентного (или более) градиента со встроенным дегазатором, предназначенный для подачи подвижной фазы со скоростью 1 $см^3$/мин, предпочтительно оснащенный функцией автоматической промывки уплотнений;
- автосамплер, позволяющий дозировать пробу объемом 10 мкл, оснащенный термостатом, способным поддерживать температуру 15 °С;
- колонку длиной 150 мм с внутренним диаметром 4,6 мм, с обращенной фазой С18 размером частиц 5,0 мкм;
- термостат колонок, обеспечивающий поддержание температуры 30 °С с точностью ± 0,1°;
- детектор флуориметрический, позволяющий производить измерение при длине волны возбуждения 340 нм и длине волны эмиссии 445 нм;
- комплекс программно-аппаратный сбора и обработки данных.

Система постколоночной дериватизации**, состоящая из следующего оборудования:

- насоса изократического, предназначенного для подачи дериватизирующего раствора со скоростью 0,6 $см^3$/мин, предпочтительно оснащенного функцией автоматической промывки уплотнений;
- реактора для проведения дериватизации, представляющего собой капилляр из PEEK (полиэфирэфиркетон) пластика с внешним диаметром 1/16 дюйма, внутренним диаметром 0,18 мм, длиной 1,5 м и Т-образный соединитель из PEEK (полиэфирэфиркетон) пластика для капилляров 1/16 дюйма.

Весы лабораторные специального класса точности (I) по ГОСТ Р 53228 с наибольшим пределом взвешивания 220 г, ценой деления 0,1 мг и пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,15 мг при нагрузке не более 50 г и не более ± 0,3 мг при нагрузке свыше 50 г.

Весы лабораторные высокого класса точности (II) по ГОСТ Р 53228 с наибольшим пределом взвешивания 3000 г, ценой деления 0,01 г и пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,05 г.

Дозаторы пипеточные одноканальные с объемом дозирования от 20 до 200 мкл и пределом допускаемого относительного отклонения среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального ± (1,5...2,0) %; с объемом дозирования от 100 до 1000 мкл и пределом допускаемого относительного отклонения среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального ±1,0 %; с объемом дозирования от 1000 до 5000 мкл и пределом допускаемого относительного отклонения среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального ± 1,0 %.

---

* Примером хроматографической системы, соответствующей описанным требованиям, может служить хроматограф Waters модели 2695 Alliance со сканирующим флуориметрическим детектором Waters модели 2475 и хроматографической колонкой Waters Sunfire C18 размером 4,6 × 150 мм, под управлением программного обеспечения для сбора и обработки данных Empower 2.

** Допускается использование специализированного оборудования для постколоночной дериватизации, например: системы постколоночной дериватизации Waters, состоящей из модуля постколоночной дериватизации (Post-Column Reaction Module), модуля контроля температуры (Temperature Control Module II) и насоса для подачи дериватизирующего раствора (Reagent Manager).

Дозатор бутылочный с объемом дозирования от 5 до 50 $см^3$ и пределом допускаемой относительной погрешности дозирования ±1,0 %.

pH-метр универсальный любой марки.

Система вакуумной фильтрации растворителей.

Фильтры мембранные с размером пор 0,22 мкм для фильтрования растворителей, материал фильтра PVDF (поливинилиденфторид).

Фильтры шприцевые с размером пор 0,2 мкм, материал фильтра PTFE (политетрафторэтилен), со стекловолоконным префильтром.

Центрифуга лабораторная, обеспечивающая скорость центрифугирования 3800 об/мин.

Холодильник по ГОСТ 26678.

Шейкер орбитальный (аппарат для встряхивания проб) любой марки.

Ванна ультразвуковая лабораторная с регулятором времени.

Мешалка магнитная с регулированием скорости вращения.

Цилиндры градуированные 2-го класса точности, вместимостью 100, 1000, 2000 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Стаканы химические В-1—1000 и В-1—2000 по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 1-го класса точности, вместимостью 5, 10, 50, 1000, 2000 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Колбы конические вместимостью 100 и 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Емкости из темного стекла вместимостью 1000 и 2500 $см^3$ с закручивающейся крышкой.

Флаконы — виалы хроматографические стеклянные вместимостью 2,0 $см^3$.

Шприцы инъекционные однократного применения стерильные вместимостью 5, 10 или 20 $см^3$ по ГОСТ ISO 7886-1.

Пробирки центрифужные пластиковые с завинчивающийся крышкой вместимостью 50 $см^3$.

Пленка парафиновая герметизирующая.

Бумага индикаторная универсальная (pH 0–12).

Мельница ультрацентробежная с ситом размером отверстий 0,75 мм.

Вода лабораторная для анализа по ГОСТ Р 52501, 1-й степени чистоты.

Гистамина дигидрохлорид с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

о-фталальдегид с массовой долей основного вещества не менее 97 %.

2-меркаптоэтанол с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Додециловый эфир трикозаэтиленгликоля, 30 %-ный водный раствор.

Кислота хлорная, раствор с массовой долей 70 %.

Кислота борная с массовой долей основного вещества не менее 99,8 %.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч. д. а.

Ацетонитрил для ВЭЖХ.

Метанол для ВЭЖХ.

Кислота уксусная ледяная для ВЭЖХ.

Изопропанол для ВЭЖХ.

1-октансульфонат натрия с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Ацетат натрия с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками, а также реактивов и материалов, по качеству не хуже указанных в настоящем стандарте.

Б.4 Отбор и подготовка проб

Б.4.1 Отбор проб — по ГОСТ 17681.

Б.4.2 Подготовка проб — по ГОСТ 17681—82 (пункт 1.3) со следующим дополнением.

Б.4.2.1 Выделенную пробу массой от 100 до 150 г измельчают на ультрацентробежной мельнице с ситом размером отверстий 0,75 мм и перемешивают.

Б.5 Подготовка к измерению

Б.5.1 Перед проведением испытаний реактивы и калибровочный раствор выдерживают при комнатной температуре не менее 1 ч.

Подготовку к работе оборудования (весы, жидкостный хроматограф, систему для проведения постколоночной дериватизации, орбитальный шейкер) проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации приборов.

При подготовке к работе хроматографа устанавливают температуру автосамплера на 15 °С и температуру колонки на 30 °С.

Подключают противоположные стороны Т-образного соединителя к выходу с хроматографической колонки и к выходу с изократического насоса. Третий выход (перпендикулярный двум другим) подключают к детектору через капилляр, служащий реактором. Т-образный соединитель и реактор помещают в термостат для колонки.

Хроматографическую систему промывают подвижной фазой в течение не менее 30 мин, постепенно увеличивая скорость потока от 0,4 до 1,0 $см^3$/мин.

При подготовке к работе системы постколоночной дериватизации устанавливают скорость потока дериватизирующего раствора 0,6 см^3/мин. Проверяют pH раствора, выходящего из насоса, с помощью индикаторной бумаги — pH должен быть более 10 для полноты протекания реакции дериватизации. Систему промывают не менее 60 мин.

Б.5.2 Приготовление растворов

Б.5.2.1 Приготовление исходного раствора гистамина

Для приготовления калибровочных растворов гистамина сначала готовят исходный раствор с концентрацией ~1000 мг/дм^3. Для этого в мерную колбу вместимостью 50 см^3 взвешивают необходимое количество соли гистамина в соответствии с таблицей Б.1 (точность взвешивания — ±0,005 г) с записью результата до четвертого десятичного знака и добавляют небольшое количество воды для лабораторного анализа (20 см^3). Визуально проверяют растворение соли, при наличии нерастворенного осадка растворение проводят в ультразвуковой ванне. Доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Раствор хранят в колбе с притертыми пробками в холодильнике при температуре от 2 °С до 8 °С не более 3 мес.

Примечание — При расчете концентрации исходного раствора учитывают содержание основного вещества в реактиве.

Таблица Б.1

Наименование соли	Масса навески соли гистамина, г	Молярная масса соли гистамина, г/моль	Молярная масса гистамина (основания), г/моль	Чистота реактива, %
Гистамина дигидрохлорид	0,0828	184,07	111,15	≥99

Точную концентрацию гистамина в исходном растворе $C_{и.р}$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$C_{и.р} = \frac{m_c \cdot M_{осн} \cdot P \cdot 1000}{M_c \cdot 100 \cdot 0{,}05}, \quad (Б.1)$$

где m_c — масса навески соли гистамина, г;

$M_{осн}$ — молярная масса гистамина (основания), г/моль;

P — чистота реактива (содержание основного вещества), %;

M_c — молярная масса соли гистамина, г/моль;

0,05 — объем колбы для разведения, дм^3.

Б.5.2.2 Приготовление промежуточного раствора гистамина

Для приготовления промежуточного раствора гистамина с концентрацией 40 мг/дм^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 с помощью пипеточного дозатора вносят 2 см^3 исходного раствора гистамина, доводят объем раствора до метки 0,6 н раствором хлорной кислоты по Б.5.2.4 и перемешивают.

Раствор хранят в колбе с притертой пробкой в холодильнике при температуре от 2 °С до 8 °С не более 14 сут.

Точную концентрацию гистамина в промежуточном растворе $C_{п.р}$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$C_{п.р} = \frac{C_{и.р} \cdot 2}{50}, \quad (Б.2)$$

где $C_{и.р}$ — концентрация гистамина в исходном растворе, мг/дм^3;

2 — объем исходного раствора, см^3;

50 — объем раствора после разведения, см^3.

Б.5.2.3 Приготовление калибровочных растворов гистамина

Для приготовления калибровочных растворов в мерные колбы вместимостью 10 см^3 с помощью пипеточного дозатора вносят необходимое количество промежуточного раствора гистамина в соответствии с таблицей Б.2, доводят объем раствора до метки 0,6 н раствором хлорной кислоты по Б.5.2.4 и перемешивают.

Растворы хранят в колбах с притертой пробкой в холодильнике при температуре от 2 °С до 8 °С не более 7 сут.

Таблица Б.2

Калибровочный раствор	1	2	3	4	5
$C_{к.р}$, мг/дм^3	0,4	1	4	10	20
$V_{п.р}$, мкл	100	250	1000	2500	5000

Точную концентрацию гистамина в каждом калибровочном растворе $C_{к.р}$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$C_{к.р} = \frac{C_{п.р} \cdot V_{п.р}}{10 \cdot 1000}, \quad (Б.3)$$

где $C_{п.р}$ — концентрация гистамина в промежуточном растворе, мг/дм^3;

$V_{п.р}$ — объем промежуточного раствора, взятый для разведения, мкл;

10 — объем раствора после разведения, см^3.

Б.5.2.4 Приготовление экстрагирующего раствора

В качестве экстрагирующего раствора используют 0,6 н раствор хлорной кислоты. Для этого в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 приливают от 200 до 300 см^3 воды, затем с помощью мерного цилиндра отмеривают 51,5 см^3 70 %-ной хлорной кислоты и осторожно вливают в колбу, перемешивают. После охлаждения до комнатной температуры доводят объем до метки водой, перемешивают и гомогенизируют в ультразвуковой ванне 5 мин.

Раствор хранят при комнатной температуре не более 7 сут.

Б.5.2.5 Приготовление ацетатного буфера

Взвешивают (2,15 ± 0,05) г 1-октансульфоната натрия и (16,4 ± 0,1) г ацетата натрия, помещают в мерный стакан вместимостью 1000 см^3, добавляют 950 см^3 воды и растворяют перемешиванием на магнитной мешалке. Доводят pH раствора до (4,5 ± 0,1) добавлением ледяной уксусной кислоты. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают. Затем раствор гомогенизируют в ультразвуковой ванне в течение 5 мин и фильтруют через мембранный фильтр с размером пор 0,22 мкм с использованием системы вакуумной фильтрации растворителей, отбросив первую порцию фильтрата.

Раствор хранят при комнатной температуре не более 7 сут.

Б.5.2.6 Приготовление подвижной фазы А

Взвешивают (2,15 ± 0,05) г 1-октансульфоната натрия и (8,2 ± 0,1) г ацетата натрия, помещают в мерный стакан вместимостью 1000 см^3, добавляют 950 см^3 воды и растворяют перемешиванием на магнитной мешалке. Доводят pH раствора до (5,2 ± 0,1) добавлением ледяной уксусной кислоты. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают. Затем раствор гомогенизируют в ультразвуковой ванне в течение 5 мин и фильтруют через мембранный фильтр с размером пор 0,22 мкм с использованием системы вакуумной фильтрации растворителей, отбросив первую порцию фильтрата.

Раствор хранят при комнатной температуре не более 7 сут.

Б.5.2.7 Приготовление подвижной фазы В

Смешивают 990 см^3 ацетатного буфера по Б.5.2.5 и 510 см^3 ацетонитрила (соотношение 66:34 по объему). Раствор тщательно перемешивают на магнитной мешалке в течение 5 мин, переливают в емкость из темного стекла и гомогенизируют в ультразвуковой ванне в течение 5 мин.

Раствор хранят при комнатной температуре не более 7 сут.

Б.5.2.8 Приготовление 50 %-ного раствора гидроксида калия

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 взвешивают 25 г гидроксида калия, добавляют небольшими порциями 25 см^3 воды и охлаждают раствор до комнатной температуры.

Раствор хранят в колбах с притертой пробкой в холодильнике при температуре от 2 °С до 8 °С не более 1 мес.

Б.5.2.9 Приготовление боратного буфера

Взвешивают (30,2 ± 0,1) г борной кислоты в стакане вместимостью 1000 см^3, добавляют 500 см^3 воды и перемешивают на магнитной мешалке.

В стакане вместимостью 1000 см^3 растворяют (26,2 ± 0,1) г гидроксида калия в 400 см^3 воды и охлаждают раствор до комнатной температуры.

К раствору борной кислоты приливают раствор гидроксида калия. Полностью растворяют борную кислоту при перемешивании на магнитной мешалке. Проверяют pH полученного раствора и, в случае необходимости, доводят pH до 10,5—11 добавлением 50 %-ного раствора гидроксида калия по Б.5.2.8. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем до метки водой и перемешивают. Затем раствор гомогенизируют в ультразвуковой ванне в течение 5 мин и фильтруют через мембранный фильтр с размером пор 0,22 мкм с использованием системы вакуумной фильтрации растворителей, отбросив первую порцию фильтрата.

Раствор хранят при комнатной температуре не более 7 сут.

Б.5.2.10 Приготовление дериватизирующего раствора

В мерную колбу вместимостью 5 $см^3$ взвешивают (0,200 ± 0,001) г о-фталальдегида, доводят объем до метки метанолом и перемешивают. При необходимости раствор гомогенизируют в ультразвуковой ванне.

Мерным цилиндром отмеривают 1000 $см^3$ боратного буфера по Б.5.2.9. В емкость из темного стекла вливают порцию боратного буфера (от 300 до 400 $см^3$). С помощью пипеточного дозатора добавляют 3 $см^3$ раствора додецилового эфира трикозаэтиленгликоля и 3 $см^3$ 2-меркаптоэтанола, затем добавляют 5 $см^3$ раствора о-фталальдегида и перемешивают. После этого добавляют оставшийся боратный буфер, снова перемешивают и гомогенизируют в ультразвуковой ванне в течение 15 мин.

Раствор хранят в емкости из темного стекла в холодильнике при температуре от 2 °С до 8 °С не более 4 сут.

Б.5.2.11 Приготовление раствора для промывки уплотнений насоса

Смешивают 900 $см^3$ воды и 100 $см^3$ изопропанола. Раствор перемешивают и гомогенизируют в ультразвуковой ванне в течение 5 мин.

Раствор хранят при комнатной температуре не более 1 мес.

Б.5.3 Экстракция гистамина из пробы

В плоскодонную колбу вместимостью 250 $см^3$ взвешивают (5 ± 0,1) г гомогенизированной пробы с записью результата до четвертого десятичного знака. Допускается уменьшение массы навески до (1 ± 0,1) г в том случае, если ожидается, что концентрация гистамина в пробе превышает концентрацию наиболее концентрированного калибровочного раствора (20 $мг/дм^3$). Дозатором или мерным цилиндром добавляют 100 $см^3$ экстрагирующего раствора по Б.5.2.4, закрывают колбу парафиновой пленкой и ставят на орбитальный шейкер на 45 мин при скорости 140 об/мин для проведения экстракции.

После этого пробу перемешивают до однородного состояния, переносят от 40 до 50 $см^3$ экстракта в центрифужную пробирку и центрифугируют 10 мин при скорости 3800 об/мин.

С помощью шприца отбирают 2 $см^3$ надосадочной жидкости и фильтруют в виалу через шприцевой фильтр с размером пор 0,2 мкм.

Б.6 Проведение измерений

Б.6.1 Условия хроматографических измерений

Условия проведения измерений методом ВЭЖХ подбирают в зависимости от вида применяемого жидкостного хроматографа, флуориметрического детектора и хроматографической колонки.

В качестве примера могут быть приведены следующие условия определения гистамина, выполненные на системе ВЭЖХ с хроматографической колонкой С18; 4,6 × 150 мм; 5,0 мкм.

Разделение проводят в режиме градиентного элюирования (двухкомпонентная подвижная фаза).

Устанавливают следующие настройки хроматографической системы для проведения анализа:

скорость потока подвижной фазы — 1 $см^3$/мин;

температура колонки — 30 °С;

температура внутри автосамплера — 15 °С;

скорость потока дериватизирующего раствора — 0,6 $см^3$/мин;

температура дериватизации — 30 °С;

время разделения — 80 мин;

задержка между вводами пробы — 2 мин;

объем вводимой пробы — 10 мкл.

Градиент подвижной фазы устанавливают в соответствии с таблицей Б.3.

Таблица Б.3

Время, мин	Соотношение компонентов подвижной фазы	
	А, %	В, %
0	80	20
21	70	30
51	45	55
62	45	55
68	30	70
73	30	70
75	80	20
80	80	20

Б.6.2 Настройка флуориметрического детектора

Для флуориметрического детектора устанавливают следующие настройки:

длина волны возбуждения — 340 нм;

длина волны эмиссии — 445 нм.

Последовательность образцов должна включать следующие позиции:

бланк 1 (холостой опыт) — ввод раствора для экстракции для проверки чистоты посуды, реактивов и системы;

калибровочные растворы в порядке увеличения концентрации гистамина;

бланк 2 (холостой опыт) — ввод раствора для экстракции для проверки чистоты посуды, реактивов и системы;

анализируемые пробы — не более 10 инжекций.

Длительное время разделения — 80 мин — обусловлено необходимостью элюировать с колонки не только гистамин, но и другие биогенные амины и экстрагированные компоненты пробы. Примерное время удерживания гистамина и других биогенных аминов приведено в таблице Б.4.

Таблица Б.4

Биогенный амин	Время удерживания, мин
Тирамин	~31
Путресцин	~33
Кадаверин	~35
Гистамин	~38
Спермин	~58
Спермидин	~73

Б.6.3 Построение калибровочной зависимости

Калибровочная зависимость строится автоматически с помощью программно-аппаратного комплекса сбора и обработки данных при хроматографировании калибровочных растворов в каждой серии анализа.

Приготовленные по Б.5.2.3 калибровочные растворы подвергают ВЭЖХ анализу в условиях, выбранных в соответствии с Б.6.1, Б.6.2. Полученные хроматограммы обрабатывают с использованием компьютерной системы обработки данных хроматографа. Определяют абсолютное время удерживания гистамина.

С использованием средств программного обеспечения строят линейную зависимость площади пика гистамина от его концентрации в калибровочном растворе, рассчитанной по Б.5.2.3. При этом калибровочная зависимость должна принудительно проходить через нулевую точку, поэтому необходимо настроить соответствующие параметры обработки данных.

Полученный коэффициент корреляции калибровочной зависимости должен быть не менее 0,99. Значение невязок для каждой точки градуировки не должно превышать 20 %.

Б.6.4 Выполнение измерений

Б.6.4.1 В виалы вместимостью 2 $см^3$ вносят приготовленный по Б.5.3 экстракт пробы и проводят измерения на системе ВЭЖХ при условиях, указанных в Б.6.1, Б.6.2.

Б.6.4.2 Обработку хроматограмм осуществляют автоматически с помощью программно-аппаратного комплекса сбора и обработки данных по установленным критериям. После автоматической обработки оценивают правильность интегрирования пиков на хроматограммах анализируемых проб и, при необходимости, вносят коррективы.

Затем определяют времена удерживания проинтегрированных пиков, которые не должны отличаться от времен удерживания гистамина в калибровочных растворах более чем на 2 % с максимальным отклонением 1 мин.

Содержание гистамина, мг/$дм^3$, в анализируемых пробах рассчитывают по калибровочной зависимости, полученной по Б.6.3.

Б.6.4.3 Если содержание гистамина в виале превышает концентрацию наиболее концентрированного калибровочного раствора (20 мг/$дм^3$), необходимо разбавить экстракт экстрагирующим раствором по Б.5.2.4 и повторить определение. Для этого непосредственно перед анализом необходимо разбавить экстракт так, чтобы концентрация попала в середину диапазона калибровки (в 2—5 раз).

Необходимое количество экстрагирующего раствора для разбавления рассчитывают по следующим формулам:

$$V_3 = \frac{V_2 \cdot}{n} \qquad (Б.4)$$

$$V_4 = V_2 - V_3, \quad (Б.5)$$

где V_3 — объем экстракта для разбавления, см^3;

V_2 — конечный объем экстракта в виале, см^3 (должен находиться в диапазоне 1,8–1,5 см^3);

n — количество раз, в которое необходимо разбавить исходный экстракт;

V_4 — объем экстрагирующего раствора (Б.5.2.4) для разбавления, см^3.

Пример расчета — Для образца получена концентрация гистамина в виале, равная 30 мг/дм^3. Для того чтобы попасть в диапазон калибровки, необходимо разбавить образец 3 раза. Для этого в пустую виалу с помощью пипеточного дозатора отбирают 0,5 см^3 экстракта и добавляют 1,0 см^3 экстрагирующего раствора (Б.5.2.4). Финальный объем экстракта в виале — 1,5 см^3.

Б.7 Обработка результатов

На основании полученных данных содержание гистамина C, мг/кг, в анализируемой пробе рассчитывают по формуле

$$C = \frac{C_в}{m} \cdot \frac{V_2}{V_3} \cdot V_1, \quad (Б.6)$$

где $C_в$ — содержание гистамина в виале, мг/дм^3;

m — масса навески, г;

V_1 — объем экстрагирующего раствора, см^3;

V_2 — конечный объем экстракта в виале, см^3;

V_3 — объем экстракта для разбавления, см^3.

Примечание — Если не проводилось разбавление по Б.6.4.3, то принять $V_2 = V_1 = 2$ см^3.

Б.8 Метрологические характеристики

Данный метод позволяет проводить измерения со следующими метрологическими характеристиками:

- предел количественного определения данного метода — 2 мг/кг;
- неопределенность результатов измерения при концентрации <10 мг/кг — 60 % при минимуме 2 мг/кг; при концентрации ≥ 10 мг/кг — 45 %.

Б.9 Требования безопасности

Б.9.1 При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.018, ГОСТ 12.4.009 и электробезопасности при работе с электроприборами по ГОСТ 12.1.019.

Б.9.2 Помещение, в котором проводят испытания, должно быть снабжено приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021. Чистота воздуха в рабочей зоне должна соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005.

Б.9.3 Работу с химическими реактивами следует проводить в вытяжном шкафу.

Библиография

[1] Ветеринарно-санитарные нормы и требования к качеству кормов для непродуктивных животных (утверждены Россельхознадзором 15 июля 1997 г. № 13-7-2/1010)

[2] Правила ветеринарного осмотра убойных животных и ветеринарно-санитарной экспертизы мяса и мясных продуктов (утверждены Главным управлением ветеринарии Министерства сельского хозяйства СССР 27 декабря 1983 г.)

[3] Правила бактериологического исследования кормов (утверждены Главным управлением ветеринарии МСХ СССР 10 июня 1975 г.)

[4] Справочник. Методы определения микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде, т. 1 — М.: ВО «Колос», 1992, т. 2 — М.: ВО «Агропромиздат», 1992

УДК 636.087.6:006.354 ОКС 67.120.99

Ключевые слова: кормовая мука животного происхождения, непродуктивные животные, кошки, собаки, упаковка, транспортирование, хранение

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *С.В. Смирнова*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 27.01.2021. Подписано в печать 12.02.2021. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,85.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,

117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru