МКС 65.120

ИЗМЕНЕНИЕ № 2 СТБ 1079-97

ПРЕМИКСЫ ДЛЯ СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННЫХ ЖИВОТНЫХ, ПТИЦЫ И РЫБЫ
Технические условия

ПРЭМІКСЫ ДЛЯ СЕЛЬСКАГАСПАДАРЧЫХ ЖЫВЁЛ, ПТУШКІ І РЫБЫ
Тэхнічныя ўмовы

Введено в действие постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 13.02.2006 г. № 7

Дата введения 2006-08-01

Пункт 3.10.1. Одиннадцатый абзац изложить в новой редакции: «– состав биологически активных веществ».

Пункт 3.10.3. Заменить единицу измерения: «см» на «$см^2$».

Пункт 5.2. Четвертый абзац изложить в новой редакции: «– номер и состав рецепта в процентном, весовом или другом выражении».

(ИУ ТНПА № 2 2006)

gost.e-ecolog.ru

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ 1079-97

ПРЕМИКСЫ ДЛЯ СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННЫХ ЖИВОТНЫХ, ПТИЦЫ И РЫБЫ

Технические условия

ПРЭМІКСЫ ДЛЯ СЕЛЬСКАГАСПАДАРЧЫХ ЖЫВЁЛ, ПТУШКІ І РЫБЫ

Тэхнічныя ўмовы

Издание официальное

БЗ 5-2003

Госстандарт
Минск

УДК 636.087:006.354 МКС 65.120 (КГС С14)

Ключевые слова: премикс, технические условия, рецепт, испытание, биологически активные вещества, качество, концентрация

ОКП 92 9140
ОКП РБ 15.72.10

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Республиканской производственной лабораторией комбикормовой промышленности

ВНЕСЕН Министерством хлебопродуктов Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 10 сентября 1997 г. № 11

3 ПЕРЕИЗДАНИЕ (декабрь 2003 г.) с ИЗМЕНЕНИЕМ № 1, утвержденным в октябре 2003 г. (ИУС РБ № 5-2003)

Настоящий стандарт не может быть тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие технические требования 3
4 Требования безопасности 5
5 Правила приемки 5
6 Методы контроля 6
7 Транспортирование и хранение 27
8 Гарантии изготовителя 27
Приложение В Библиография 28

(Измененная редакция, Изм. № 1)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

ПРЕМИКСЫ ДЛЯ СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННЫХ ЖИВОТНЫХ, ПТИЦЫ И РЫБЫ
Технические условия

ПРЭМІКСЫ ДЛЯ СЕЛЬСКАГАСПАДАРЧЫХ ЖЫВЁЛ, ПТУШКІ І РЫБЫ
Тэхнічныя ўмовы

PREMIXES FOR FARM ANIMALS, BIRDS AND FISH
Specifications

Дата введения 1998-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на премиксы для сельскохозяйственных животных, птицы и рыбы (в дальнейшем – премиксы), представляющие собой однородную смесь измельченных биологически активных веществ, аминокислот, лечебных и других препаратов и наполнителя, предназначенные для обогащения комбикормов, белково-витаминно-минеральных добавок и кормовых смесей, а также реализации населению.

Требования безопасности премиксов изложены в таблице 1 (показатели 4 – 7) и 3.7, 3.8, 4.1.

Раздел 1 (Измененная редакция, Изм. № 1)

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие нормативные документы (НД):

СТБ 1134-98 Рожь фуражная. Требования при заготовках и поставках

СТБ 1135-98 Пшеница фуражная. Требования при заготовках и поставках

СТБ 1136-98 Ячмень фуражный. Требования при заготовках и поставках

СТБ 1193-99 Тритикале фуражный. Требования при заготовках и поставках

СТБ 1254-2001 Корма, комбикорма и комбикормовые добавки. Определение элементного состава атомно-эмиссионным методом

ГОСТ 61-75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 246-76 Гидросульфит натрия технический. Технические условия

ГОСТ 435-77 Реактивы. Марганец (II) сернокислый 5-водный. Технические условия

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

ГОСТ 2226-88 (ИСО 6590-1-83, ИСО 7023-83) Мешки бумажные. Технические условия

ГОСТ 2603-79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3282-74 Проволока стальная низкоуглеродистая общего назначения. Технические условия

ГОСТ 3760-79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4107-78 Реактивы. Бария гидроокись 8-водная. Технические условия

ГОСТ 4109-79 Реактивы. Бром. Технические условия

ГОСТ 4139-75 Реактивы. Калий роданистый. Технические условия

ГОСТ 4147-74 Реактивы. Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия

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

ГОСТ 4166-76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

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

ГОСТ 4201-79 Реактивы. Натрий углекислый кислый. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4206-75 Реактивы. Калий железосинеродистый. Технические условия

ГОСТ 4233-77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4236-77 Реактивы. Свинец (II) азотнокислый. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 4462-78 Реактивы. Кобальт (II) сернокислый 7-водный. Технические условия
ГОСТ 4530-76 Реактивы. Кальций углекислый. Технические условия
ГОСТ 5457-75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия
ГОСТ 6016-77 Реактивы. Спирт изобутиловый. Технические условия
ГОСТ 6034-74 Декстрины. Технические условия
ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 7169-66 Отруби пшеничные. Технические условия
ГОСТ 7170-66 Отруби ржаные. Технические условия
ГОСТ 8864-71 Реактивы. Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат 3-водный. Технические условия
ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 9337-79 Реактивы. Натрий фосфорнокислый 12-водный. Технические условия
ГОСТ 9353-90 Пшеница. Требования при заготовках и поставках
ГОСТ 10459-87 Бумага-основа для клеевой ленты. Технические условия
ГОСТ 10929-76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия
ГОСТ 11246-96 Шрот подсолнечный. Технические условия
ГОСТ 11683-76 (ИСО 3627-76) Пиросульфит натрия технический. Технические условия
ГОСТ 12220-96 Шрот соевый кормовой тостированный. Технические условия
ГОСТ 12302-83 Пакеты из полимерных и комбинированных материалов. Общие технические условия
ГОСТ 13496.0-80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб
ГОСТ 13496.3-92 (ИСО 6496-83) Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения влаги
ГОСТ 13496.9-96 Комбикорма. Методы определения металломагнитной примеси
ГОСТ 13496.13-75 Комбикорма. Методы определения запаха, зараженности вредителями хлебных запасов
ГОСТ 13502-86 Пакеты из бумаги для сыпучей продукции. Технические условия
ГОСТ 13511-91 Ящики из гофрированного картона для пищевых продуктов, спичек, табачных изделий и моющих средств. Технические условия
ГОСТ 13647-78 Реактивы. Пиридин. Технические условия
ГОСТ 14192-96 Маркировка грузов
ГОСТ 16990-88 Рожь. Требования при заготовках и поставках
ГОСТ 17299-78 Спирт этиловый технический. Технические условия
ГОСТ 17811-78 Мешки полиэтиленовые для химической продукции. Технические условия
ГОСТ 18251-87 Лента клеевая на бумажной основе. Технические условия
ГОСТ 18300-87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
ГОСТ 18510-87 Бумага писчая. Технические условия
ГОСТ 18992-80 Дисперсия поливинилацетатная гомополимерная грубодисперсная. Технические условия
ГОСТ 19908-90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия
ГОСТ 20083-74 Дрожжи кормовые. Технические условия
ГОСТ 20288-74 Реактивы. Углерод четыреххлористый. Технические условия
ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования
ГОСТ 24363-80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия.
ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 25664-83 Метол (4-метиламинофенол сульфат). Технические условия
ГОСТ 26573.1-93 Премиксы. Методы определения витамина А
ГОСТ 26573.2-85 Премиксы. Методы определения марганца
ГОСТ 26573.3-85 Премиксы. Метод определения крупности
ГОСТ 26826-86 Мука известняковая для производства комбикормов для сельскохозяйственных животных и птицы и подкормки птицы
ГОСТ 26927-86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения ртути
ГОСТ 26929-94 Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов
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 27067-86 Реактивы. Аммоний роданистый. Технические условия
ГОСТ 28672-90 Ячмень. Требования при заготовках и поставках
ГОСТ 29227-91 (ИСО 835-2-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
ГОСТ 29251-91 (ИСО 385-1-84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования
ГОСТ 30178-96 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения токсичных элементов

Раздел 2 (Измененная редакция, Изм. № 1)

3 Общие технические требования

3.1 Премиксы должны соответствовать требованиям настоящего стандарта и нормам ввода биологически активных веществ и изготавливаться по технологическому регламенту и рецептам, утвержденным в установленном порядке, а также рецептам, разработанным заказчиком и утвержденным в установленном порядке.

3.2 Для изготовления премиксов используют биологически активные вещества и антиоксиданты, разрешенные к вводу в корма Министерством сельского хозяйства и продовольствия Республики Беларусь, а в качестве наполнителя используют отруби пшеничные по ГОСТ 7169, отруби ржаные по ГОСТ 7170, отруби пшенично-ржаные и ржано-пшеничные по [1], отруби из тритикале по [2]; измельченное зерно пшеницы по ГОСТ 9353 или СТБ 1135, ржи по ГОСТ 16990 или СТБ 1134, ячменя по ГОСТ 28672 или СТБ 1136, тритикале по СТБ 1193 или [3]; дрожжи кормовые по ГОСТ 20083; шрот подсолнечный по ГОСТ 11246, шрот соевый кормовой тостированный по ГОСТ 12220; муку известняковую по ГОСТ 26826, мел по [4] или их смеси. Допускается в качестве связующего материала использование в премиксах растительных жиров, допущенных к применению в корма Министерством сельского хозяйства и продовольствия Республики Беларусь.

3.3 Допускается при изготовлении премиксов использовать концентраты витаминов и микроэлементов, допущенные к применению Министерством сельского хозяйства и продовольствия Республики Беларусь.

3.1 – 3.3 (Измененная редакция, Изм. № 1)

3.3а Содержание токсичных элементов (свинца, кадмия, ртути, мышьяка) в сырье не должно превышать требования нормативных документов или действующие «Временные максимально допустимые уровни содержания некоторых химических элементов и госсипола в кормах для сельскохозяйственных животных и кормовых добавках», утвержденные Главным управлением ветеринарии Министерства сельского хозяйства и продовольствия Республики Беларусь.

3.3б Содержание радионуклидов в сырье не должно превышать действующие «Республиканские допустимые уровни содержания цезия-137 и стронция-90 в сельскохозяйственном сырье и кормах», утвержденные Министерством сельского хозяйства и продовольствия Республики Беларусь.

3.3в Содержание микотоксинов в наполнителе (отрубях, измельченном зерне, шротах) не должно превышать действующие допустимые уровни, утвержденные Главным управлением ветеринарии Министерства сельского хозяйства и продовольствия Республики Беларусь.

3.3а – 3.3в (Введены дополнительно, Изм. № 1)

3.4 По органолептическим, физико-химическим и микробиологическим показателям премиксы должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Характеристика и норма премиксов на основе наполнителя	
	измельченного зерна и отрубей	шрота, дрожжей, мела, известняковой муки или смеси
1 Внешний вид, цвет, запах	Однородная смесь, соответствующая используемому сырью, без затхлого, плесневого и других посторонних запахов	
2 Массовая доля влаги, %, не более	12,0	10,0
3 Крупность: остаток на сите с сеткой № 1, 2, %, не более	5,0	

Окончание таблицы

Наименование показателя	Характеристика и норма премиксов на основе наполнителя	
	измельченного зерна и отрубей	шрота, дрожжей, мела, известняковой муки или смеси
4 Массовая концентрация металломагнитной примеси – частиц с острыми краями и размером свыше 2 мм	Не допускается	
5 Наличие бактерий рода сальмонелла в 25 г продукта*	Не допускается	
6 Наличие энтеропатогенных типов кишечной палочки в 1 г продукта*	Не допускается	
7 Содержание биологически активных веществ в 1 т премикса	В соответствии с нормами по рецептам	
* Нормируется в премиксах, изготовленных на основе измельченного зерна, отрубей, шрота, дрожжей.		

(Измененная редакция, Изм. № 1)

3.5 (Исключен, Изм. № 1)

3.6 Сырье, используемое для изготовления премиксов, должно соответствовать требованиям нормативных документов.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

3.7 Содержание токсичных элементов (свинца, кадмия, ртути, мышьяка) в премиксах не должно превышать действующие «Временные максимально допустимые уровни содержания некоторых химических элементов и госсипола в кормах для сельскохозяйственных животных и кормовых добавках» (установленные для минеральных добавок), утвержденные Главным управлением ветеринарии Министерства сельского хозяйства и продовольствия Республики Беларусь.

3.8 Содержание радионуклидов в премиксах не должно превышать действующие «Республиканские допустимые уровни содержания цезия-137 и стронция-90 в сельскохозяйственном сырье и кормах» (установленные для минеральных добавок), утвержденные Министерством сельского хозяйства и продовольствия Республики Беларусь.

3.9 Упаковка

3.9.1 Премиксы упаковывают в мешки бумажные непропитанные марок НМ, ВМ, ПМ по ГОСТ 2226, в мешки из пропиленовых пленочных нитей по [5], в мешки полиэтиленовые по ГОСТ 17811, в пакеты из бумаги для сыпучей продукции по ГОСТ 13502, а также в пакеты из полимерных и комбинированных материалов по ГОСТ 12302 и другие виды тары, соответствующей требованиям НД и (или) разрешенной к применению Министерством сельского хозяйства и продовольствия Республики Беларусь и обеспечивающей качество, безопасность и сохранность продукции при транспортировании и хранении.

3.9.2 Премиксы упаковывают в пакеты массой нетто от 0,5 до 10 кг, в мешки – от 20 до 30 кг.

3.9.3 Пакеты с продукцией массой нетто от 0,5 до 5 кг упаковывают в мешки бумажные многослойные марок ВМ, ПМ, ВМП по ГОСТ 2226, мешки из пленочных нитей по [5], мешки полиэтиленовые по ГОСТ 17811, а также в мешки полипропиленовые по НД и (или) разрешенные к применению Министерством сельского хозяйства и продовольствия Республики Беларусь массой нетто до 50 кг, а также в ящики из картона гофрированного по ГОСТ 13511 массой нетто до 20 кг.

Допускается для внутригородских перевозок упаковывать пакеты в инвентарную тару (металлические или полимерные ящики, изготовленные по НД) массой нетто не более 30 кг.

3.9.4 Горловину мешков зашивают машинным способом, оставляя гребень по всей ширине мешка не менее 4 см, нитками из хлопчатобумажной или синтетической пряжи по НД или другими нитками, обеспечивающими механическую прочность зашивки.

Горловину полиэтиленовых мешков зашивают машинным способом нитками из хлопчатобумажной или синтетической пряжи по НД или другими нитками или термосваривают. Допускается зашивание мешков вручную по типу машинного способа.

Пакеты должны быть склеены, сшиты или термосварены. Бумажные пакеты заклеивают клеем из декстрина по ГОСТ 6034 или дисперсией поливинилацетатной по ГОСТ 18992. Пакеты из бумаги, полимерных и комбинированных материалов допускается зашивать проволокой стальной диаметром 0,7 – 1,0 мм по ГОСТ 3282 или скрепками по [6].

Ящики из гофрированного картона оклеивают лентой бумажной по ГОСТ 10459, лентой клеевой на бумажной основе по ГОСТ 18251, полимерной лентой (типа скотч) или прошивают металлическими скрепками по [6].

3.9.5 Мешки, пакеты и ящики должны быть целыми, крепкими, чистыми, сухими, не зараженными вредителями хлебных запасов, без постороннего запаха.

3.9.6 Допускаемые отклонения массы нетто потребительской тары не должны превышать ± 1,5 %, транспортной тары – ± 1,0 %.

3.10 Маркировка

3.10.1 Информация должна быть нанесена непосредственно на каждую упаковочную единицу или ярлык, прикрепленный в верхней части мешка у шва, и содержать следующие данные:

– наименование и местонахождение (юридический адрес, включая страну) изготовителя;
– товарный знак изготовителя (при наличии);
– наименование продукции;
– номер рецепта;
– дата изготовления продукции (число, месяц, год);
– срок хранения продукции;
– масса нетто;
– номер смены;
– рекомендации по применению;
– информация о содержании биологически активных веществ;
– обозначение настоящего стандарта;
– информация о сертификации (при наличии).

На транспортную тару наносят манипуляционный знак «Беречь от влаги» по ГОСТ 14192.

3.10.2 Информацию наносят несмываемой краской при помощи трафарета, штемпелеванием, маркировочными машинами, печатанием на машинке или типографским способом.

3.10.3 Ярлык должен быть площадью не менее 60 см с соотношением сторон 2:3 из бумаги по ГОСТ 18510 или мягких (тканых или синтетических) материалов по НД, обеспечивающих сохранность ярлыка и надписей при транспортировании и хранении.

3.7 – 3.10 (Введены дополнительно, Изм. № 1)

4 Требования безопасности

4.1 Премиксы нетоксичны, пожаро- и взрывобезопасны и в присутствии других веществ в воздушной среде не образуют токсичных соединений. При попадании в организм не аккумулируются.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

4.2 Пыль премиксов может вызывать раздражение слизистых оболочек дыхательных путей и органов пищеварения, а также кожных покровов.

4.3 При работе с премиксами следует применять индивидуальные средства защиты: спецодежду, спецобувь, респираторы, резиновые перчатки, а также соблюдать правила личной гигиены.

4.4 Помещения, в которых проводятся работы с премиксами, должны быть оборудованы системой приточно-вытяжной вентиляции, отдельно смонтированной от основного производства.

5 Правила приемки

5.1 Премиксы принимают партиями. Партией считают любое количество однородной по качеству продукции, полученное за один технологический цикл, изготовленное по одному рецепту и оформленное одним документом о качестве.

5.2 Документ о качестве должен содержать:

– наименование изготовителя и (или) его товарный знак;
– наименование продукции, ее назначение;
– номер и состав рецепта;
– массу нетто партии;
– количество упаковочных единиц в партии;

– дату изготовления продукции (год, месяц, число);
– номер смены;
– номер накладной;
– дату выдачи и номер документа о качестве;
– обозначение настоящего стандарта;
– результаты испытаний, по показателям качества, предусмотренным в настоящем стандарте.

5.3 При отправке премикса в адрес одного заказчика и загрузке в вагон более одной партии премиксов оформляют один документ о качестве с указанием результатов испытаний по каждой отгружаемой партии продукции.

5.4 Для проверки качества премиксов от партии упакованной продукции отбирают выборку в размере 3 % от общего количества упаковочных единиц партии, но не менее пяти. Отбор проб проводят по ГОСТ 13496.0.

5.1 – 5.4 (Измененная редакция, Изм. № 1)

5.5 При оценке результатов испытаний качества продукции и подготовке выводов о соответствии или несоответствии продукции требованиям стандарта должны учитываться нормы допускаемых расхождений между результатами испытаний продукции и требованиями рецепта, соответствующие допускаемым расхождениям между результатами испытаний, полученными в разных условиях.

При неудовлетворительных результатах испытаний хотя бы по одному из показателей по нему проводят повторные испытания на удвоенном количестве проб, взятых от той же партии. Результаты повторных испытаний являются окончательными и распространяются на всю партию.

Отгрузка продукции при получении неудовлетворительных результатов испытаний запрещается.

5.6 Контроль органолептических, физико-химических показателей и биологически активных веществ осуществляют в соответствии с действующей схемой технохимического контроля качества готовой продукции на комбикормовых предприятиях системы хлебопродуктов, утвержденной в установленном порядке.

5.7 Контроль за содержанием токсичных элементов, микотоксинов, радионуклидов, наличием бактерий группы сальмонелла, наличием энтеропатогенных типов кишечной палочки изготовитель осуществляет в соответствии с порядком, установленным изготовителем продукции по согласованию с органами Государственного ветеринарного надзора и гарантирующим безопасность продукции.

5.8 Контроль массы нетто, состояние упаковки и качество маркировки осуществляют в каждой партии.

5.6 – 5.8 (Введены дополнительно, Изм. № 1)

6 Методы контроля

6.1 Испытания проводят в лабораторных помещениях, обеспеченных вытяжной вентиляцией, при температуре окружающей среды (20 ± 5) °С, влажности 40 – 80 %, освещенности 300 – 400 лк, содержании углекислого газа до 10 мг/м^3.

6.2 Определение внешнего вида и цвета проводят визуально: 100 г испытуемого премикса помещают на лист белой бумаги и, перемешивая, рассматривают при естественном свете.

6.3 Определение запаха проводят по ГОСТ 13496.13.

6.4 Определение массовой доли влаги проводят по ГОСТ 13496.3.

6.5 Определение массовой концентрации металломагнитной примеси проводят по ГОСТ 13496.9.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

6.6 Определение витамина А проводят по ГОСТ 26573.1. Допускается проводить определение по ускоренной методике, изложенной в 6.9 настоящего стандарта.

6.7 Определение марганца проводят по ГОСТ 26573.2 со следующим дополнением.

Результаты испытания вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми должно быть не более 10 % относительно среднего арифметического значения.

Допускаемое расхождение между результатами, полученными в разных лабораториях, должно быть не более 20 % относительно среднего арифметического значения.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

6.8 Определение крупности проводят по ГОСТ 26573.3.

6.9 Определение массовой концентрации витамина А спектрометрическим методом (ускоренный метод)

Сущность метода заключается в омылении навески премикса, экстракции витамина А серным эфиром и измерении оптической плотности испытуемого раствора на спектрофотометре при длине волны 326 нм.

6.9.1 Для проведения испытания применяют оборудование, материалы и реактивы:

– спектрофотометр со спектральным диапазоном измерения 186 – 1100 нм;
– весы лабораторные по ГОСТ 24104;
– баню водяную;
– воронки делительные ВД-1-250-ХС, ВД-1-500-ХС по ГОСТ 25336;
– колбы конические КН-2-100, КН-2-250 по ГОСТ 25336;
– колбы мерные 1(2)-100-2 по ГОСТ 1770;
– цилиндр 1-50 по ГОСТ 1770;
– пипетки 1-1-2-1, 1-1-2-2, 1-1-2-5, 1-1-2-10 по ГОСТ 29227;
– холодильник стеклянный лабораторный по 25336;
– воронки стеклянные по ГОСТ 25336;
– фильтры бумажные по [7], красная лента;
– калия гидроокись по ГОСТ 24363, 40 %-ный раствор;
– кислоту соляную по ГОСТ 3118, 0,5 н раствор;
– натрий сернокислый по ГОСТ 4166, безводный;
– пирогаллол А по [8];
– спирт этиловый по ГОСТ 17299;
– фенолфталеин по [9], 1 %-ный спиртовой раствор;
– эфир серный по [10];
– воду дистиллированную по ГОСТ 6709.

Все реактивы должны быть квалификации х. ч. или ч. д. а.

Допускается использование других средств измерения по метрологическим характеристикам, а реактивов и посуды по квалификации и техническим характеристикам, не уступающим вышеуказанным.

6.9.2 Навеску премикса массой 0,5 – 5 г взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г и переносят в коническую колбу вместимостью 100 – 250 см^3. Приливают 50 см^3 этилового спирта, 5 см^3 40 %-ного раствора калия гидроокиси, добавляют пирогаллол (около 50 мг) и проводят омыление на водяной бане при температуре 80 °С с обратным холодильником в течение 30 мин. Затем колбу быстро охлаждают под струей холодной воды, приливают 50 см^3 дистиллированной воды и 50 см^3 серного эфира. Колбу с содержимым встряхивают и дают слоям разделиться. Верхний слой (экстракт) переносят в делительную воронку на 250 – 500 см^3. Экстракцию повторяют еще два раза по 30 см^3 серным эфиром. Объединенные экстракты в делительной воронке промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод по раствору фенолфталеина. Промытый экстракт обезвоживают путем фильтрования через бумажный фильтр «красная лента», на который помещают 30 – 40 г безводного сернокислого натрия, последний промывают три раза небольшими порциями серного эфира.

При определении массовой концентрации витамина А в премиксах, обогащенных антиоксидантом сантохином, после омыления, экстракции серным эфиром и нейтрализации экстракт промывают два раза по 50 см^3 0,5 н раствором соляной кислотой, а затем водой до нейтральной реакции по раствору фенолфталеина.

Обезвоженный экстракт собирают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора до метки серным эфиром и измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 326 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм относительно серного эфира.

6.9.3 Обработка результатов

Массовую концентрацию витамина А *(X)* в миллионах международных единиц на тонну премикса рассчитывают по формуле

$$X = \frac{E \cdot V \cdot 1830}{m \cdot 100}, \qquad (1)$$

где E – оптическая плотность эфирного экстракта витамина А (показание прибора);
V – объем эфирного экстракта, см^3;
1830 – коэффициент молярной экстинкции витамина А при длине волны 326 нм;
m – навеска премикса, г;
100 – коэффициент пересчета.

Результаты испытания вычисляют до первого десятичного знака и округляют до целого значения.

За окончательный результат испытания принимается среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми должно быть не более 15 % относительно среднего арифметического значения. Допускаемое расхождение между результатами, полученными в разных лабораториях, должно быть не более 20 % относительно среднего арифметического значения.

6.10 Определение массовой концентрации витамина B_1

Сущность метода заключается в извлечении витамина B_1 из навески премикса раствором серной кислоты, окислении его раствором окислительной смеси в тиохром, экстракции окисленной формы из водной фазы изобутиловым спиртом и измерении интенсивности флуоресценции раствора.

6.10.1 Для проведения испытания применяют оборудование, материалы, реактивы:

– флуорометр или анализатор «Флюорат»;
– весы лабораторные по ГОСТ 24104;
– баню водяную;
– пипетки 1-1-2-5, 1-1-2-10, 2-2-2-20 по ГОСТ 29227;
– воронки делительные ВД-1-50, ВД-1-100 ХС по ГОСТ 25336;
– колбы мерные 1(2)-100-2 по ГОСТ 1770;
– цилиндры 1-25, 1-100 по ГОСТ 1770;
– калий железосинеродистый по ГОСТ 4206, 1 %-ный раствор;
– кислоту серную по ГОСТ 4204, 0,1 н раствор;
– кислоту соляную по ГОСТ 3118, 0,01 н раствор;
– натрия гидроокись по ГОСТ 4328, 15 %-ный раствор;
– натрий сернокислый по ГОСТ 4166, безводный;
– натрий хлористый по ГОСТ 4233;
– спирт изобутиловый по ГОСТ 6016;
– тиаминхлорид по [11];
– тиаминбромид по [12];
– фильтры бумажные по [7], красная лента;
– воду дистиллированную по ГОСТ 6709.

Все реактивы должны быть квалификации х. ч. или ч. д. а.

Допускается использование других средств измерения, по метрологическим характеристикам, а реактивов и посуды по квалификации и техническим характеристикам не уступающим вышеуказанным.

6.10.2 Подготовка к испытанию

6.10.2.1 Приготовление основного стандартного раствора витамина B_1

10 мг тиаминхлорида или тиаминбромида (предварительно высушенного в течение 2 – 3 ч при температуре 100 – 105 °С) растворяют в 0,01 н растворе соляной кислоты в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$.

В 1 $см^3$ полученного основного стандартного раствора содержится 100 мкг витамина B_1.

Раствор устойчив в течение 1 мес при хранении в склянке из темного стекла в холодильнике при температуре 4 – 10 °С.

6.10.2.2 Приготовление рабочего стандартного раствора витамина B_1

1 $см^3$ основного стандартного раствора витамина B_1 вносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

В 1 $см^3$ рабочего стандартного раствора содержится 1 мкг витамина B_1.

Раствор годен к употреблению в течение 2 – 3 ч после приготовления.

6.10.2.3 Приготовление окислительной смеси

1 см 1 %-ного свежеприготовленного раствора калия железосинеродистого смешивают с 24 $см^3$ 15 %-ного раствора гидроокиси натрия.

Окислительная смесь готовится в день проведения испытания. Раствор годен к употреблению в течение 2 – 3 ч после приготовления.

6.10.3 Проведение испытания

Навеску премикса массой 1 – 5 г, взвешенную с погрешностью не более 0,0001 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 5 г хлористого натрия, тщательно перемешивают и приливают 70 $см^3$ 0,1 н раствора серной кислоты, смывая частицы премикса со стенок колбы. Колбу помещают в кипящую водяную баню на 40 мин, периодически помешивая содержимое. Затем колбу

охлаждают до температуры 20 ± 5 °С и доводят объем гидролизата до метки 0,1 н раствором серной кислоты (исходный объем гидролизата). Содержимое колбы тщательно перемешивают и фильтруют через бумажный складчатый фильтр. Первую порцию фильтрата отбрасывают. Отбирают 0,5 – 1 $см^3$ фильтрата в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой (объем гидролизата).

При необходимости (в зависимости от содержания витамина в премиксе) допускается проводить разбавление гидролизата дистиллированной водой. Кратность разбавления (K) учитывается при расчете массовой концентрации витамина в премиксе.

40 $см^3$ полученного раствора отбирают в делительную воронку, приливают 40 $см^3$ изобутилового спирта и содержимое воронки энергично перемешивают в течение 2 мин. После расслоения нижний водный слой сливают в колбу и используют для дальнейшего испытания, а верхний спиртовой слой отбрасывают.

Для окисления в две делительные воронки вносят по 8 $см^3$ полученного водного раствора. В одну из них приливают 6 $см^3$ окислительной смеси, в другую – 6 $см^3$ 15 %-ного раствора гидроокиси натрия (контроль к испытуемому) и хорошо перемешивают. В каждую делительную воронку приливают по 20 $см^3$ изобутилового спирта и встряхивают в течение 2 мин. После расслоения нижний слой удаляют, а верхний спиртовой фильтруют в пробирку через бумажный фильтр, на котором находится 4 – 5 г сернокислого безводного натрия. Измеряют интенсивность флуоресценции полученного раствора.

Для окисления рабочего стандартного раствора в две делительные воронки вносят по 2 $см^3$ рабочего стандартного раствора и по 6 $см^3$ дистиллированной воды. В одну делительную воронку добавляют 6 $см^3$ окислительной смеси, в другую 6 $см^3$ 15 %-ного раствора гидроокиси натрия (контроль к стандарту) и хорошо перемешивают. Дальнейшую обработку проводят так же, как и испытуемые растворы.

Измерение интенсивности флуоресценции проводят согласно инструкции к прибору.

6.10.4 Обработка результатов

Массовую концентрацию витамина B_1 (X) в граммах на тонну премикса рассчитывают по формуле (для измерений на флуорометре)

$$X = \frac{(A - A_1) \cdot V \cdot V_2 \cdot C \cdot K \cdot 10^6}{(B - B_1) \cdot V_1 \cdot V_5 \cdot m \cdot 10^6}, \qquad (2)$$

где A – показание прибора для испытуемого раствора;

A_1 – показание прибора для контроля к испытуемому раствору;

V – исходный объем гидролизата, $см^3$;

V_2 – объем гидролизата, $см^3$;

C – масса витамина B_1 в 2 $см^3$ рабочего стандартного раствора, мкг;

K – кратность разбавления, вычисляется по формуле

$$K = \frac{V_4}{V_3}, \qquad (3)$$

где V_4 – объем разбавления, $см^3$;

V_3 – объем гидролизата, взятого для разбавления, $см^3$;

B – показания прибора для рабочего стандартного раствора;

B_1 – показания прибора для контроля к стандартному раствору;

V_1 – объем фильтрата, $см^3$;

V_5 – объем водного раствора, взятого на окисление, $см^3$;

m – масса навески премикса, г;

10^6 – коэффициент пересчета.

Массовую концентрацию витамина B_1 (X) в граммах на тонну премикса рассчитывают по формуле (для измерений на приборе «Флюорат»):

$$X = \frac{(C - C_0) \cdot V \cdot V_2 \cdot V_{ст} \cdot K \cdot 10^6}{V_1 \cdot V_5 \cdot m \cdot 10^6}, \qquad (4)$$

где C – массовая концентрация витамина B_1 в испытуемом растворе (показания прибора), мкг/$см^3$;

C_0 – массовая концентрация витамина B_1 в контроле к испытуемому раствору (показания прибора), мкг/$см^3$;

V – исходный объем гидролизата, $см^3$;

V_2 – объем гидролизата, см^3;
$V_{ст}$ – объем рабочего стандартного раствора, взятого для окисления, см^3;
K – кратность разбавления по формуле (3);
V_1 – объем фильтрата, см^3;
V_6 – объем водного раствора, взятого для окисления, см^3;
m – масса навески, г;
10^6 – коэффициент пересчета.

Результаты испытания вычисляют до первого десятичного знака и округляют до целого значения.

За окончательный результат испытания принимается среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно быть более 10 % относительно среднего арифметического значения. Допускаемое расхождение между результатами, полученными в разных лабораториях, не должно быть более 20 % относительно среднего арифметического значения.

6.11 Определение массовой концентрации витамина B_2

Сущность метода заключается в извлечении витамина B_2 из навески пиридин-уксусной смесью и измерении интенсивности флуоресценции раствора.

6.11.1 Для проведения испытания применяют оборудование, материалы, реактивы:
– флуорометр или анализатор «Флюорат»;
– весы лабораторные по ГОСТ 24104;
– центрифугу, обеспечивающую скорость вращения 8000 об./мин;
– баню водяную;
– плитку электрическую;
– пипетки 1-1-2-1, 1-1-2-10 по ГОСТ 29227;
– колбы мерные 1(2)-100-2, 1(2)-1000-2 по ГОСТ 1770;
– кислоту уксусную по ГОСТ 61, ледяную;
– гидросульфит натрия по ГОСТ 246;
– натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201;
– натрия гидроокись ГОСТ 4328, 15 %-ный раствор;
– пиридин по ГОСТ 13647;
– витамин B_2 по [13];
– фильтры бумажные по [7], красная лента;
– воду дистиллированную по ГОСТ 6709.

Все реактивы должны быть квалификации х. ч. или ч. д. а.

Допускается использование других средств измерения, по метрологическим характеристикам, а реактивов и посуды по квалификации и техническим характеристикам не уступающим вышеуказанным.

6.11.2 Подготовка к испытанию

6.11.2.1 Приготовление пиридин-уксусной смеси

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 10 см^3 пиридина, 1 см^3 ледяной уксусной кислоты и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой. Смесь хранят в холодильнике не более двух недель.

6.11.2.2 Приготовление основного стандартного раствора витамина B_2

Навеску витамина B_2 массой 40 мг помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и растворяют в дистиллированной воде, подкисленной 10 см^3 ледяной уксусной кислоты, при нагревании до температуры 50 °С. Доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

В 1 см^3 основного стандартного раствора содержится 40 мкг витамина B_2. Раствор хранят в склянке из темного стекла в холодильнике при температуре 4 – 10 °С не более 2 мес.

6.11.2.3 Приготовление рабочего стандартного раствора витамина B_2

1 см^3 основного стандартного раствора вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 1 см^3 пиридин-уксусной смеси и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

В 1 см^3 рабочего стандартного раствора содержится 0,4 мкг витамина B_2.

Раствор годен к употреблению в течение 2 – 3 ч после приготовления.

6.11.3 Проведение испытания

Навеску премикса массой 1 – 5 г, взвешенную с погрешностью не более 0,0001 г, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и приливают 40 см^3 дистиллированной воды, 10 см^3 пиридина и 1 см^3 ледяной уксусной кислоты. Содержимое колбы тщательно перемешивают и помещают в кипя-

щую водяную баню на 10 мин, периодически перемешивая. Затем содержимое колбы охлаждают под струей водопроводной воды до комнатной температуры, объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Полученный гидролизат центрифугируют в течение 15 мин при 8000 об./мин. Проводят разведение центрифугата. Для этого 0,5 – 1 $см^3$ центрифугата вносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. При необходимости (в зависимости от содержания витамина в премиксе) допускается проводить дополнительное разбавление разведенного центрифугата дистиллированной водой. Кратность разбавления (*K*) учитывается при расчете массовой концентрации витамина в премиксе.

Полученный раствор помещают в пробирку флуорометра (или кювету «Флюората») и измеряют интенсивность флуоресценции раствора. Затем проводят гашение флуоресценции: для этого в эту же пробирку добавляют два-три раза по 0,1 г углекислого кислого натрия и гидросульфита натрия или четыре – шесть капель 15 %-ного раствора натрия гидроокиси. Содержимое пробирки осторожно перемешивают, фильтруют, если раствор мутный, и снова измеряют интенсивность флуоресценции растворов.

Аналогичным способом измеряют интенсивность флуоресценции рабочего стандартного раствора.

Измерение интенсивности флуоресценции проводят согласно инструкции к прибору.

6.11.4 Обработка результатов

Массовую концентрацию витамина B_2 (*X*) в граммах на тонну премикса рассчитывают по формуле (для измерения на флуорометре)

$$X = \frac{(A - A_1) \cdot C \cdot V \cdot V_2 \cdot K \cdot 10^6}{(B - B_1) \cdot m \cdot V_1 \cdot 10^6}, \quad (5)$$

где *A* – показания прибора для испытуемого раствора до гашения флуоресценции;

A_1 – показания прибора для испытуемого раствора после гашения флуоресценции;

C – масса витамина B_2 в 1 $см^3$ рабочего стандартного раствора, мкг;

V – объем гидролизата, $см^3$;

V_2 – объем центрифугата после разведения, $см^3$;

K – кратность разбавления по формуле (3);

B – показания прибора для рабочего стандартного раствора до гашения флуоресценции;

B_1 – показания прибора для рабочего стандартного раствора после гашения флуоресценции;

m – масса навески премикса, г;

V_1 – объем центрифугата, взятый для разведения, $см^3$;

10^6 – коэффициент пересчета.

Массовую концентрацию витамина B_2 в граммах на тонну премикса (*X*) рассчитывают по формуле (для измерений на приборе «Флюорат»)

$$X = \frac{(C - C_0) \cdot V \cdot V_2 \cdot K \cdot 10^6}{m \cdot V_1 \cdot 10^6}, \quad (6)$$

где C – массовая концентрация витамина в испытуемом растворе до гашения флуоресценции, $мкг/см^3$;

C_0 – массовая концентрация витамина в испытуемом растворе после гашения флуоресценции, $мкг/см^3$;

V – объем гидролизата, $см^3$,

V_2 – объем центрифугата после разведения, $см^3$;

K – кратность разбавления по формуле (3);

m – масса навески, г;

V_1 – объем центрифугата, взятый для разведения, $см^3$;

10^6 – коэффициент пересчета.

Результаты испытания вычисляют до первого десятичного знака и округляют до целого значения.

За окончательный результат испытания принимается среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно быть более 10 % относительно среднего арифметического значения. Допускаемое расхождение между результатами, полученными в разных лабораториях, не должно быть более 20 % относительно среднего арифметического значения.

6.12 Определение массовой концентрации витаминов B_1 и B_2 из одной навески

6.12.1 Для проведения испытания применяют оборудование, материалы, реактивы:

– весы лабораторные по ГОСТ 24104;

– флуорометр или анализатор «Флюорат»;
– баню водяную;
– центрифугу, обеспечивающую скорость вращения 8000 об./мин;
– плитку электрическую;
– цилиндр 1-50 по ГОСТ 1770;
– пипетки 1-1-2-5, 1-1-2-10, 2-2-2-20 по ГОСТ 29227;
– воронки делительные ВД-1-50, ВД-1-100 ХС по ГОСТ 25336;
– колбы мерные 1(2)-100-2, 1(2)-1000-2 по ГОСТ 1770;
– калий железосинеродистый по ГОСТ 4206, 1 %-ный раствор;
– кислоту соляную по ГОСТ 3118, 0,01 н раствор;
– натрия гидроокись по ГОСТ 4328, 15 %-ный раствор;
– натрий сернокислый по ГОСТ 4166, безводный;
– спирт изобутиловый по ГОСТ 6016;
– тиаминхлорид по [11];
– тиаминбромид по [12];
– витамин B_2 по [13];
– кислоту уксусную по ГОСТ 61, ледяную;
– гидросульфит натрия по ГОСТ 246;
– натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201;
– пиридин по ГОСТ 13647;
– фильтры бумажные по [7], красная лента;
– воду дистиллированную по ГОСТ 6709.

Все реактивы должны быть квалификации х. ч. или ч. д. а.

Допускается использование других средств измерения, по метрологическим характеристикам, а реактивов и посуды по квалификации и техническим характеристикам не уступающим вышеуказанным.

6.12.2 Подготовка к испытанию

6.12.2.1 Приготовление основного стандартного раствора витамина B_1 проводят по 6.10.2.1.

6.12.2.2 Приготовление основного стандартного раствора витамина B_2 проводят по 6.11.2.2.

6.12.2.3 Приготовление рабочего стандартного раствора витамина B_1

1 $см^3$ основного стандартного раствора витамина B_1 вносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 1 $см^3$ пиридин-уксусной смеси и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

В 1 $см^3$ рабочего стандартного раствора содержится 1 мкг витамина B_1.

Раствор годен к употреблению в течение 2 – 3 ч после приготовления.

6.12.2.4 Приготовление пиридин-уксусной смеси проводят по 6.11.2.1.

6.12.2.5 Приготовление рабочего стандартного раствора витамина B_2

1 $см^3$ основного стандартного раствора витамина B_2 вносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 1 $см^3$ пиридин-уксусной смеси и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой. В 1 $см^3$ рабочего стандартного раствора содержится 0,4 мкг витамина B_2.

Раствор годен к употреблению в течение 2 – 3 ч после приготовления.

6.12.3 Проведение испытания

Навеску премикса массой 1 – 5 г, взвешенную с погрешностью не более 0,0001 г, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 40 $см^3$ дистиллированной воды, 10 $см^3$ пиридина и 1 $см^3$ ледяной уксусной кислоты. Содержимое колбы тщательно перемешивают и помещают в кипящую водяную баню на 10 мин, периодически перемешивая. Затем колбу охлаждают под струей водопроводной воды до комнатной температуры, объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают содержимое колбы. Полученный гидролизат центрифугируют в течение 15 мин при 8000 об./мин. Проводят разведение центрифугата. Для этого 0,5 – 1 $см^3$ центрифугата вносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. При необходимости (в зависимости от содержания витаминов в премиксе) допускается проводить дополнительное разбавление разведенного центрифугата дистиллированной водой. Кратность разбавления (K) учитывается при расчете массовой концентрации витаминов в премиксе.

Полученный раствор является исходным для определения витаминов B_1 и B_2.

6.12.3.1 Определение массовой концентрации витамина B_1

Для определения массовой концентрации витамина B_1 отбирают 40 $см^3$ исходного раствора, полученного по 6.12.3, помещают в делительную воронку и ведут дальнейшее определение, аналогично описанному в 6.10.3.

6.12.3.2 Определение массовой концентрации витамина B_2

Раствор, полученный по 6.12.3, помещают в пробирку флуорометра (или кювету «Флюората») и измеряют интенсивность флуоресценции раствора. Затем проводят гашение флуоресценции: для этого в эту же пробирку добавляют два-три раза по 0,1 г углекислого кислого натрия и гидросульфита натрия или четыре – шесть капель 15 %-ного раствора натрия гидроокиси. Содержимое пробирки осторожно перемешивают, фильтруют, если раствор мутный, и снова измеряют интенсивность флуоресценции растворов.

Аналогичным способом измеряют интенсивность флуоресценции рабочего стандартного раствора.

Измерение интенсивности флуоресценции проводят согласно инструкции к прибору помещают в пробирку флуорометра (или кювету «Флюората») и измеряют интенсивность флуоресценции раствора. Затем проводят гашение флуоресценции: для этого в эту же пробирку добавляют два-три раза по 0,1 г углекислого кислого натрия и гидросульфита натрия или четыре – шесть капель 15 %-ного раствора натрия гидроокиси. Содержимое пробирки осторожно перемешивают, фильтруют, если раствор мутный, и снова измеряют интенсивность флуоресценции растворов.

Аналогичным способом измеряют интенсивность флуоресценции рабочего стандартного раствора.

Измерение интенсивности флуоресценции проводят согласно инструкции к прибору.

6.12.4 Обработка результатов

6.12.4.1 Массовую концентрацию витамина B_1 рассчитывают по 6.10.4.

6.12.4.2 Массовую концентрацию витамина B_2 рассчитывают по 6.11.4.

6.13 Определение массовой концентрации витамина B_4 (холинхлорида)

Сущность метода заключается в извлечении холинсодержащих соединений раствором гидроокиси бария, образовании комплекса рейнеката холинхлорида и измерении интенсивности окраски его ацетоновых растворов фотометрически.

6.13.1 Для проведения испытания применяют оборудование, материалы и реактивы:

– весы лабораторные по ГОСТ 24104;
– холодильник стеклянный лабораторный по ГОСТ 25336;
– фотоэлектроколориметр или спектрофотометр с диапазоном измерения 315 – 980 нм;
– центрифугу, обеспечивающую скорость вращения 8000 об./мин;
– плитку электрическую;
– вакуумный насос по ГОСТ 25336;
– баню водяную;
– колбу Бунзена по ГОСТ 25336;
– фильтры стеклянные ПОР-16 по ГОСТ 25336;
– колбы мерные 1(2)-25-2, 1(2)-100-2, 1(2)-200-2 по ГОСТ 1770;
– колбы конические КН-2-100, КН-2-250 по ГОСТ 25336;
– пипетки 1-1-2-10 по ГОСТ 29227;
– цилиндр 1(2)-100 по ГОСТ 1770;
– ацетон по ГОСТ 2603;
– бария гидроокись по ГОСТ 4107;
– кислоту серную по ГОСТ 4204, 10 н раствор;
– кислоту соляную по ГОСТ 3118, раствор 1:1;
– спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;
– спирт пропиловый по [14];
– соль Рейнеке по [15];
– холинхлорид по [16];
– фенолфталеин по [9];
– асбест волокнистый по [17];
– фильтры бумажные по [7], красная лента;
– воду дистиллированную по ГОСТ 6709.

Все реактивы должны быть квалификации х. ч. или ч. д. а.

Допускается использование других средств измерения, по метрологическим характеристикам, а реактивов и посуды по квалификации и техническим характеристикам не уступающим вышеуказанным.

6.13.2 Подготовка к испытанию

6.13.2.1 Приготовление раствора соли Рейнека (осаждающий раствор)

Навеску соли Рейнека массой 2 г растворяют в 100 $см^3$ этилового спирта в конической колбе при нагревании на водяной бане при температуре 40 °С в течение 2 мин. После охлаждения раствор фильтруют через бумажный складчатый фильтр «красная лента».

Раствор годен к употреблению в течение 2 – 3 ч после приготовления.

6.13.2.2 Приготовление стандартного раствора витамина B_4

100 мг холинхлорида переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и растворяют в дистиллированной воде, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

В 1 $см^3$ стандартного раствора содержится 1 мг витамина B_4. Срок хранения раствора – не более 1 мес.

Допускается приготовление стандартного раствора витамина B_4 из 50 %-ного холинхлорида.

50 %-ный холинхлорид сушат до постоянной массы при температуре 105 °С. Навеску 50 %-ного препарата массой 400 мг переносят в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, добавляют 120 $см^3$ насыщенного раствора гидроокиси бария и нагревают в течение 40 мин на кипящей водяной бане, периодически помешивая содержимое колбы. Затем содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры и нейтрализуют 10 н раствором серной кислоты до pH = 7,0 по фенолфталеину. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки, фильтруют через бумажный фильтр. Полученный фильтрат представляет стандартный раствор с массовой концентрацией витамина B_4 1 мг/$см^3$.

6.13.2.3 Приготовление насыщенного раствора гидроокиси бария

6,00 г гидроокиси бария растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды, подогретой до температуры 30 °С. Раствор охлаждают до комнатной температуры и фильтруют через бумажный фильтр.

6.13.2.4 Подготовка асбеста волокнистого

Асбест промывают горячим раствором соляной кислоты (1:1), затем горячей дистиллированной водой до прозрачных промывных вод и сушат при температуре 30 °С.

6.13.2.5 Построение градуировочного графика

В конические колбы вместимостью 100 $см^3$ помещают 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18, 20 $см^3$ стандартного раствора витамина B_4, добавляют по 10 $см^3$ раствора соли Рейнека. Колбы с содержимым встряхивают и оставляют на 2 ч при температуре 4 – 10 °С в холодильнике.

После выпадения кристаллов раствор фильтруют через стеклянный фильтр со слоем асбеста 1 – 1,5 см с помощью вакуумного насоса в колбу Бунзена. Кристаллы, оставшиеся на фильтре, промывают четырьмя-пятью порциями (по 5 $см^3$) охлажденного в холодильнике пропилового спирта. Отключают вакуумный насос, удаляют фильтрат. Меняют колбу на чистую и промытые кристаллы растворяют ацетоном, приливая его в три приема по 7 $см^3$, каждый раз осторожно размешивая стеклянной палочкой верхний асбестовый слой с кристаллами. Содержимое колбы Бунзена переносят в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$. Объем раствора доводят ацетоном до метки и измеряют оптическую плотность окрашенных растворов на фотоэлектроколориметре при длине волны (540 ± 25) нм или спектрофотометре при длине волны 526 нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 10 мм относительно ацетона.

На основании полученных данных строят градуировочный график: по оси ординат откладывают значения оптической плотности испытуемых растворов, а по оси абсцисс – соответствующее им значение массы витамина B_4 в 25 $см^3$ раствора (2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18, 20 мг).

6.13.3 Проведение испытания

Навеску премикса массой 1 – 5 г, взвешенную с погрешностью не более 0,0001 г, вносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 60 $см^3$ насыщенного раствора гидроокиси бария и нагревают в течение 40 мин на кипящей водяной бане. Затем содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры и нейтрализуют 10 н раствором серной кислоты до pH = 7,0 по фенолфталеину. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки. Полученный раствор центрифугируют при 8000 об./мин в течение 15 мин и используют для дальнейшего испытания. При необходимости (в зависимости от содержания витаминов в премиксе) допускается проводить разбавление раствора дистиллированной водой. Кратность разбавления (K) учитывается при расчете массовой концентрации витамина в премиксе.

В коническую колбу на 100 $см^3$ вносят 5 – 20 $см^3$ центрифугата, добавляют 10 $см^3$ раствора соли Рейнека, колбу с содержимым встряхивают и оставляют на 2 ч при температуре 4 – 10 °С. После выпадения кристаллов раствор фильтруют через стеклянный фильтр со слоем асбеста 1 – 1,5 см с помощью вакуумного насоса в колбу Бунзена. Кристаллы, оставшиеся на фильтре, промывают четырьмя-пятью порциями (по 5 $см^3$) охлажденного в холодильнике пропилового спирта. Отключают вакуумный насос, удаляют колбу с фильтратом. Меняют колбу на чистую и промытые кристаллы растворяют

ацетоном, приливая его в три приема по 7 см^3, каждый раз осторожно размешивая стеклянной палочкой верхний асбестовый слой с кристаллами. Содержимое колбы Бунзена переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3. Объем раствора доводят ацетоном до метки и измеряют оптическую плотность окрашенных растворов на фотоэлектроколориметре при длине волны (540 ± 25) нм или спектрофотометре при длине волны 526 нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 10 мм относительно ацетона.

6.13.4 Обработка результатов

Массовую концентрацию витамина B_4 в килограммах на тонну премикса рассчитывают по формуле

$$X = \frac{A \cdot V \cdot K \cdot 10^6}{V \cdot m \cdot 10^6}, \qquad (7)$$

где A – количество витамина B_4, найденное по градуировочному графику, мг;
V – объем экстракта, см^3;
K – кратность разбавления по формуле (3);
V_1 – объем центрифугата, взятый для анализа, см^3;
m – масса навески премикса, г;
10^6 – коэффициент пересчета.

Результаты испытания вычисляют до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

За окончательный результат испытания принимается среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно быть более 10 % относительно среднего арифметического значения. Допускаемое расхождение между результатами, полученными в разных лабораториях, не должно быть более 20 % относительно среднего арифметического значения.

6.14 Определение массовой концентрации витамина B_4 (холинхлорида) ускоренным методом

Сущность метода заключается в экстракции холинхлорида дистиллированной водой, образовании в присутствии фосфорнокислого натрия окрашенного комплекса рейнеката холинхлорида и измерении интенсивности окраски его ацетоновых растворов фотометрически.

6.14.1 Для проведения испытания применяют оборудование и реактивы по 6.13.1 настоящего стандарта (взамен гидроокиси бария используют натрий фосфорнокислый по ГОСТ 9337, 0,1 %-ный раствор).

6.14.2 Подготовку к испытанию проводят по 6.13.2.

6.14.3 Проведение испытания

Навеску премикса массой 1 – 5 г, взвешенную с погрешностью не более 0,0001 г, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 50 см^3 дистиллированной воды, нагретой до 80 °С, и встряхивают в течение 15 мин. Содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры, объем раствора доводят дистиллированной водой до метки. Полученный раствор центрифугируют при 8000 об./мин в течение 15 мин и используют для дальнейшего испытания. При необходимости (в зависимости от содержания витамина в премиксе) допускается проводить разбавление раствора дистиллированной водой. Кратность разбавления (K) учитывается при расчете массовой концентрации витамина в премиксе.

В коническую колбу на 100 см^3 вносят 5 – 20 см^3 фильтрата, добавляют 2 см^3 0,1 %-ного раствора фосфорнокислого натрия и 10 см^3 раствора соли Рейнека, колбу с содержимым встряхивают и оставляют на 15 мин при температуре 4 – 10 °С. После выпадения кристаллов раствор фильтруют через стеклянный фильтр со слоем асбеста 1 – 1,5 см с помощью вакуумного насоса в колбу Бунзена. Кристаллы, оставшиеся на фильтре, промывают четырьмя-пятью порциями (по 5 см^3) охлажденного в холодильнике пропилового спирта. Отключают вакуумный насос, удаляют колбу с фильтратом. Меняют колбу на чистую и промытые кристаллы растворяют ацетоном, приливая его в три приема по 7 см^3, каждый раз осторожно размешивая стеклянной палочкой верхний асбестовый слой с кристаллами. Содержимое колбы Бунзена переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3. Объем раствора доводят ацетоном до метки и измеряют оптическую плотность окрашенных растворов на фотоэлектроколориметре при длине волны (540 ± 25) нм или спектрофотометре при длине волны 526 нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 10 мм относительно ацетона.

6.14.4 Обработку результатов проводят по 6.13.4.

6.15 Определение массовой концентрации витамина РР (витамина B_5, никотиновой кислоты)

Сущность метода заключается в кислотном гидролизе витамина РР, очистке гидролизата, получении окрашенного раствора и измерении интенсивности окрашивания этого раствора фотометрически.

6.15.1 Для проведения испытания применяют оборудование, материалы и реактивы:

– весы лабораторные по ГОСТ 24104;
– фотоэлектроколориметр или спектрофотометр с диапазоном измерения 315 – 980 нм;
– баню водяную;
– плитку электрическую;
– воронку Бюхнера по ГОСТ 25336;
– колбу Бунзена по ГОСТ 25336;
– колбы мерные 1(2)-50-2, 1(2)-100-2, 1(2)-200-2, 1(2)-500-2 по ГОСТ 1770;
– воронки стеклянные по ГОСТ 25336;
– пипетки 1-1-2-1, 1-1-2-2, 1-1-2-5, 1-1-2-10, 2-2-2-20 по ГОСТ 29227;
– пробирки стеклянные П-2-15-14/23 ХС по ГОСТ 1770;
– цилиндры 1-50, 1-100, 1-500 по ГОСТ 1770;
– стаканы 1(2)-2-1000 по ГОСТ 25336;
– аммоний роданистый по ГОСТ 27067;
– бром по ГОСТ 4109;
– калий роданистый по ГОСТ 4139, 1 %-ный и 10 %-ный растворы;
– кальций углекислый по ГОСТ 4530;
– кислоту соляную по ГОСТ 3118, 0,5 н раствор;
– кислоту серную по ГОСТ 4204, 0,1 н, 2 н, 5 н и 10 н растворы;
– никотиновую кислоту по [18];
– метанол по ГОСТ 25664, 8 %-ный раствор;
– натрия пиросульфит по ГОСТ 11683;
– натрия гидроокись по ГОСТ 4328, 4 н и 10 н растворы;
– спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;
– фенолфталеин по [9];
– цинк сернокислый по ГОСТ 4174;
– фильтры бумажные по [7], красная лента;
– воду дистиллированную по ГОСТ 6709;

Все реактивы должны быть квалификации х. ч. или ч. д. а.

Допускается использование других средств измерения, по метрологическим характеристикам, а реактивов и посуды по квалификации и техническим характеристикам не уступающим вышеуказанным.

6.15.2 Подготовка к испытанию

6.15.2.1 Перекристаллизация метола

500 $см^3$ 0,1 н раствора серной кислоты нагревают до кипения. Затем 100 г метола помещают в стакан вместимостью 1000 $см^3$, добавляют 0,7 г пиросульфита натрия и кипящий 0,1 н раствор серной кислоты, содержимое стакана перемешивают. Кипящий раствор быстро фильтруют через предварительно нагретую (кипящей водой) воронку Бюхнера с бумажным фильтром «красная лента» в колбу Бунзена. Фильтрат переносят в стакан вместимостью 1000 $см^3$, добавляют 0,3 г пиросульфита натрия, приливают 700 $см^3$ 96 %-ного этилового спирта, перемешивают, помещают в ледяную баню и оставляют на несколько часов в темном месте. Выпавшие в осадок кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера, промывают на фильтре два-три раза этиловым спиртом порциями по 30 – 40 $см^3$ и сушат на воздухе в темном месте. Приготовленный метол хранят в склянке из темного стекла в холодильнике.

6.15.2.2 Приготовление 8 %-ного раствора метола

8 г перекристаллизованного метола вносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем до метки 0,5 н раствором соляной кислоты. Раствор хранят в склянке из темного стекла не более 30 мин.

6.15.2.3 Раствор сернокислого цинка готовят растворением 30 г сернокислого цинка в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем раствора до метки водой.

6.15.2.4 Приготовление бромной воды

В склянку из темного стекла с пробкой наливают 100 $см^3$ дистиллированной воды, добавляют в вытяжном шкафу 4 – 5 $см^3$ брома, хорошо встряхивают и оставляют на 1 – 3 сут для лучшего насыщения воды бромом. Отстоявшийся раствор декантируют в склянку из темного стекла с плотно закрывающейся крышкой и используют для приготовления роданобромидного раствора.

6.15.2.5 Приготовление роданобромидного раствора

К охлажденному на льду раствору бромной воды (взятом в количестве, необходимом для анализа) в вытяжном шкафу прибавляют по каплям 10 %-ный раствор роданистого калия или роданистого аммония до светло-желтого окрашивания. Затем по каплям прибавляют 1 %-ный раствор роданистого калия или роданистого аммония до полного обесцвечивания бромной воды. К обесцвеченному раствору постепенно, небольшими порциями (по 20 – 50 мг) добавляют углекислый кальций до прекращения выделения пузырьков газа и образования осадка.

Раствор фильтруют через бумажный фильтр в склянку из темного стекла с пробкой и хранят в холодильнике при температуре 4 – 10 °С. Раствор годен в течение 30 мин.

6.15.2.6 Приготовление основного стандартного раствора витамина РР

500 мг никотиновой кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 100 – 200 см^3 дистиллированной воды, 5 см^3 10 н раствора серной кислоты и после растворения кристаллов доводят объем дистиллированной водой до метки.

В 1 см^3 раствора содержится 1000 мкг витамина РР.

Раствор годен к употреблению в течение года при хранении в холодильнике при температуре 4 – 10 °С.

6.15.2.7 Приготовление рабочего стандартного раствора витамина РР

1 см^3 основного стандартного раствора витамина РР разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 200 см^3, тщательно перемешивают и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

В 1 см^3 рабочего стандартного раствора содержится 5 мкг витамина РР.

Раствор годен к употреблению в течение 1 сут.

6.15.3 Проведение испытания

Навеску премикса массой 1 – 5 г, взвешенную с погрешностью не более 0,0001 г, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 60 – 65 см^3 2 н раствора серной кислоты, содержимое колбы перемешивают, помешают в кипящую водяную баню на 40 мин для проведения гидролиза Периодически содержимое колбы перемешивают. По окончании гидролиза колбы охлаждают до комнатной температуры под струей водопроводной воды, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют через бумажный складчатый фильтр «красная лента». Первые 5 – 10 см^3 фильтрата отбрасывают.

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 1 – 20 см^3 полученного фильтрата и доводят дистиллированной водой до метки. Затем 25 см^3 полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют одну-две капли 1 %-ного раствора фенолфталеина и нейтрализуют, внося по каплям 10 н раствор гидроокиси натрия до получения слабо-розового окрашивания. Избыток гидроокиси натрия нейтрализуют 5 н раствором серной кислоты, добавляя по каплям до исчезновения розового окрашивания. Раствор охлаждают, добавляют 2 см^3 раствора сернокислого цинка и одну-две капли этилового спирта для устранения пены.

Из пипетки по каплям добавляют 4 н раствор гидроокиси натрия, одновременно встряхивая до образования осадка и появления бледно-розового окрашивания. Избыток гидроокиси натрия нейтрализуют 5 н раствором серной кислоты до исчезновения розового окрашивания и оставляют стоять в течение 10 мин, периодически перемешивая. Доводят объем раствора до 50 см^3, перемешивают и фильтруют через бумажный складчатый фильтр «красная лента».

Цветную реакцию проводят в пяти пробирках с притертыми пробирками. В две пробирки вносят по 5 см^3 рабочего стандартного раствора витамина РР (*В*). В две пробирки вносят по 5 см^3 полученного фильтрата, из них одна пробирка – испытание (*А*) и вторая пробирка – поправка на аминореагирующие вещества ($А_1$). В последнюю пробирку вносят 5 см^3 дистиллированной воды – поправка на реактивы ($В_1$).

Все пробирки, кроме ($А_1$), помещают в водяную баню при температуре (50 ± 2) °С на 5 мин. После этого в пробирку ($А_1$) вносят по 2 см^3 дистиллированной воды, а во все остальные пробирки – по 2 см^3 роданобромидного раствора. Роданобромидный раствор добавляют быстро, в вытяжном шкафу. Пробирки закрывают пробками, перемешивают и помещают в водяную баню при температуре (50 ± 2) °С на 10 мин. По истечении этого времени пробирки вынимают, охлаждают водой до комнатной температуры и ставят на 10 мин в темное место. Затем в каждую пробирку добавляют по 3 см^3 раствора метола, пробирки закрывают пробками, перемешивают и оставляют на 1 ч в темном месте при комнатной температуре. По истечении этого времени растворы, если они мутные, фильтруют через бумажный складчатый фильтр «красная лента» и измеряют оптическую плотность окрашенных растворов на фотоэлектроколориметре при длине волны (440 ± 25) нм или спектрофотометре при длине

волны 440 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм относительно дистиллированной воды.

6.15.4 Обработка результатов

Массовую концентрацию витамина РР (X) в граммах на тонну премикса рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(A - A_1) \cdot V \cdot V_2 \cdot V_4 \cdot C \cdot 10^6}{(B - B_1) \cdot V_1 \cdot V_3 \cdot V_5 \cdot m \cdot 10^6}, \quad (8)$$

где A – величина оптической плотности испытуемого раствора;

A_1 – величина оптической плотности раствора для поправки на аминореагирующие вещества;

V – объем гидролизата, см^3;

V_2 – объем дополнительного разведения фильтрата, см^3;

V_4 – объем раствора после обработки раствором сернокислого цинка, см^3;

C – масса витамина РР в 5 см^3 рабочего стандартного раствора, мкг;

B – величина оптической плотности рабочего стандартного раствора (среднее арифметическое двух определений);

B_1 – величина оптической плотности раствора, взятого для поправки на реактивы;

V_1 – объем фильтрата, взятый на дополнительное разведение, см^3;

V_3 – объем раствора, взятый после дополнительного разведения для обработки раствором сернокислого цинка, см^3;

V_5 – объем раствора, взятый для проведения цветной реакции, см^3;

m – масса навески премикса, г;

10^6 – коэффициент пересчета.

Результаты испытания вычисляют до первого десятичного знака и округляют до целого значения.

За окончательный результат испытания принимается среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми должно быть не более 10 % относительно среднего арифметического значения. Допускаемое расхождение между результатами, полученными в разных лабораториях, должно быть не более 20 % относительно среднего арифметического значения.

6.16 Определение витамина Е (альфа-токоферола) методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ)

Сущность метода заключается в омылении навески премикса раствором гидроокиси калия, экстракции витамина Е серным эфиром с последующим определением витамина на жидкостном хроматографе.

6.16.1 Для проведения испытания применяют оборудование, материалы и реактивы:

– хроматограф жидкостный с ультрафиолетовым детектором;
– баню водяную;
– весы лабораторные по ГОСТ 24104;
– испаритель роторно-вакуумный;
– колбы конические КН-2-100, КН-2-250 по ГОСТ 25336;
– пипетки 1-1-2-0,5, 1-1-2-1, 1-1-2-5, 1-1-2-10 по ГОСТ 29227;
– воронки делительные ВД-1-500 ХС по ГОСТ 25336;
– колбы мерные 1(2)-50-2, 1(2)-100-2 по ГОСТ 1770;
– цилиндры 1-50, 1-100 по ГОСТ 1770;
– холодильник стеклянный лабораторный по ГОСТ 25336;
– микрошприц МШ-50 М по [19];
– калия гидроокись по ГОСТ 24363, 50 %-ный раствор;
– натрий сернокислый по ГОСТ 4166, безводный;
– спирт этиловый по ГОСТ 17299;
– метанол по [20];
– гексан по [21];
– спирт изопропиловый [22];
– (±) альфа-токоферол ацетат по [23];
– эфир серный по [10];
– фенолфталеин по [9], 1 %-ный раствор;

– пирагололл по [8];
– фильтры бумажные по [7], красная лента;
– вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Все реактивы должны быть квалификации х. ч. или ч. д. а.

Допускается использование других средств измерения, по метрологическим характеристикам, а реактивов и посуды по квалификации и техническим характеристикам не уступающим вышеуказанным.

6.16.2 Подготовка к испытанию

6.16.2.1 Приготовление основного стандартного раствора витамина Е (альфа-токоферола)

Навеску (±) альфа-токоферол ацетата массой 110 мг, взвешенную с погрешностью 0,0001 г, подвергают омылению, экстракции, обезвоживанию и выпариванию, как при проведении испытаний пробы, согласно 6.16.3. Сухой остаток растворяют в 100 $см^3$ метанола (для обращено-фазной хроматографии) или в 100 $см^3$ гексана (для нормально-фазной хроматографии).

В 1 $см^3$ основного стандартного раствора содержится 1000 мкг витамина Е.

Раствор годен к употреблению в течение 6 мес при хранении в холодильнике при температуре 4 – 10 °С.

6.16.2.2 Приготовление рабочего стандартного раствора витамина Е

Рабочий стандартный раствор готовят из основного стандартного раствора. Берут 2,5 $см^3$ основного стандартного раствора и разбавляют метанолом (или гексаном) в мерной колбе на 50 $см^3$. В 1 $см^3$ рабочего стандартного раствора содержится 50 мкг витамина Е.

6.16.2.3 Приготовление элюентов

Элюент для обращенно-фазной высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) готовят смешиванием метанола и дистиллированной воды в объемном соотношении 98:2.

Элюент для нормально-фазной ВЭЖХ готовят смешиванием гексана и изопропилового спирта в объемном соотношении 98:2.

6.16.3 Проведение испытания

Навеску премикса массой 1 – 10 г взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г, помещают в коническую колбу вместимостью 100 – 250 $см^3$, снабженную обратным холодильником, добавляют 50 $см^3$ 96 %-ного этилового спирта, 5 $см^3$ 50 %-ного раствора гидроокиси калия, 100 – 150 мг пирогаллола, перемешивают. Колбу помещают на водяную баню и проводят омыление при температуре 80 – 85 °С в течение 30 мин, периодически перемешивают содержимое колбы. По окончании омыления содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры под струей холодной воды.

Для экстракции витамина Е в колбу добавляют 50 $см^3$ серного эфира, смесь тщательно перемешивают и оставляют для расслоения. После расслоения смеси эфирный слой осторожно сливают в делительную воронку вместимостью 500 $см^3$, в которую предварительно добавляют 50 $см^3$ дистиллированной воды. Экстракцию витамина повторяют два-три раза порциями эфира по 50 $см^3$.

Объединенные эфирные экстракты промывают дистиллированной водой до исчезновения щелочной реакции промывных вод (проба с фенолфталеином). Промытый эфирный экстракт обезвоживают путем фильтрования через бумажный фильтр «красная лента», на который помещают безводный сернокислый натрий 30 – 40 г. Делительную воронку и фильтрующий материал промывают 40 $см^3$ эфира. Эфир отгоняют досуха на ротационном испарителе при температуре водяной бани не более 50 °С (допускается использовать водоструйный насос).

Сухой остаток растворяют в 10 – 20 $см^3$ метанола при обращенно-фазной ВЭЖХ или гексана при использовании нормально-фазной ВЭЖХ. При необходимости (в зависимости от содержания витамина в премиксе) допускается проводить разбавление раствора. Кратность разбавления ($К$) учитывается при расчете массовой концентрации витамина в премиксе.

Полученный экстракт фильтруют через стеклянный фильтр и используют для хроматографического анализа.

Объем пробы для введения в хроматографическую колонку 5 – 50 мкл (в зависимости от характеристик прибора, содержания витамина в премиксе). Содержание витамина в пробе должно быть сопоставимо с массовой концентрацией рабочего стандартного раствора, равной 50 – 100 мкг/$см^3$.

6.16.3.1 Проведение хроматографирования

Подготовку жидкостного хроматографа к работе осуществляют в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

Условия хроматографирования для обращенно-фазной хроматографии:

– колонка хроматографическая 250 × 4,6 мм, или 150 × 4,6 мм, или 64 × 2 мм (сорбент Силасорб C_{18}, размер частиц 5 мкм);

– элюент – метанол:вода (98:2);

– длина волны – 293 нм.

Условия хроматографирования для нормально-фазной хроматографии:

– колонка хроматографическая 125 × 4 мм, или 120 × 2 мм, или 64 × 2 мм (сорбент Силасорб 600, размер частиц 5 мкм);

– элюент – гексан:изопропанол (98:2);

– длина волны – 293 нм.

С целью повышения чувствительности и точности измерений для конкретного хроматографа подбирают оптимальные условия хроматографирования (скорость потока элюента, давление).

Растворы экстрактов исследуемой пробы и рабочего стандартного раствора хроматографируют в одинаковых условиях. Для хроматографических измерений используют метод сравнения со стандартом (внешний стандарт). Идентифицируют пики по времени удерживания и сравнивают их высоты (площади) для анализируемой пробы и пробы рабочего стандартного раствора.

6.16.4 Обработка результатов

Массовую концентрацию витамина Е (альфа-токоферол) (X) в граммах на тонну рассчитывают по формуле

$$X = \frac{H \cdot V \cdot C \cdot K \cdot 10^6}{H_{ст} \cdot m \cdot 10^6}, \qquad (9)$$

где H – высота (площадь) пика витамина Е (альфа-токоферола) в экстракте, мм (см^2);

V – объем испытуемого экстракта, см^3;

C – массовая концентрация рабочего стандартного раствора, мкг/см^3;

K – кратность разбавления по формуле (3);

$H_{ст}$ – высота (площадь) пика витамина Е (альфа-токоферола) в рабочем стандартном растворе, мм (см^2);

m – масса навески пробы, г;

10^6 – коэффициент пересчета.

Результаты вычисляют до первого десятичного знака и округляют до целого значения.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно быть более 10 % относительно среднего арифметического значения. Допускаемое расхождение между результатами, полученными в разных лабораториях, не должно быть более 15 % относительно среднего арифметического значения.

6.17 Определение массовой концентрации микроэлементов (железа, меди, цинка, кобальта, марганца) атомно-абсорбционным методом

Сущность метода заключается в озолении навески премикса, растворении полученной золы в неорганических кислотах (соляной или азотной кислоте) и определении массовой концентрации микроэлементов методом атомно-абсорбционной спектроскопии.

6.17.1 Для проведения испытания применяют оборудование, материалы, реактивы:

– спектрофотометр атомно-абсорбционный со спектральным диапазоном 190 – 800 нм с электротермической или пламенной атомизацией;

– лампы спектральные для определения железа, меди, цинка, кобальта, марганца;

– весы лабораторные по ГОСТ 24104;

– плитку электрическую;

– печь муфельную электрическую, обеспечивающую температуру (500 ± 10) °С;

– тигли фарфоровые по ГОСТ 9147 или кварцевые по ГОСТ 19908;

– цилиндры 1-25, 1-100, 1-500 по ГОСТ 1770;

– колбы мерные 2-25-1, 2-50-1, 2-100-1, 2-1000-1 по ГОСТ 1770;

– пипетки 1-1-1-0,5, 1-1-2-2, 2-1-2-5, 2-1-2-10 по ГОСТ 29227;

– стакан В-1-100 ТС или Н-1-100 ТС по ГОСТ 25336;
– кислоту азотную по ГОСТ 4461, 1 %-ный раствор (1:1), (1:5);
– кислоту соляную по ГОСТ 3118, 1 %-ный раствор (1:1), (1:5);
– медь сернокислую 5-водную по ГОСТ 4165;
– железо (III) хлорид 6-водный по ГОСТ 4147;
– цинк гранулированный по [24];
– кобальт сернокислый 7-водный по ГОСТ 4462;
– ацетилен растворимый и газообразный технический по ГОСТ 5457 или пропан-бутан бытовой в баллоне;
– государственные стандартные образцы (ГСО) состава растворов ионов железа, меди, цинка, кобальта, марганца;
– воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
– фильтры бумажные по [7], красная лента;
– спирт этиловый технический по ГОСТ 17299;
– марганец сернокислый по ГОСТ 435.

Все реактивы должны быть квалификации х. ч. или ч. д. а.

Допускается использование других средств измерения, по метрологическим характеристикам, а реактивов и посуды по квалификации и техническим характеристикам не уступающим вышеуказанным.

6.17.2 Подготовка к испытанию

6.17.2.1 Приготовление основного стандартного раствора меди с массовой концентрацией 1 мг/см^3

3,929 г меди сернокислой 5-водной растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, добавляют 10 см^3 соляной кислоты (1:5) и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

6.17.2.2 Приготовление основного стандартного раствора цинка с массовой концентрацией 1 мг/см^3

1,000 г цинка гранулированного растворяют в 10 см^3 раствора соляной кислоты (1:5) в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

6.17.2.3 Приготовление основного стандартного раствора кобальта с массовой концентрацией 1 мг/см^3

4,7627 г кобальта сернокислого 7-водного растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, добавляют 10 см^3 раствора соляной кислоты (1:5) и доводят до метки дистиллированной водой.

6.17.2.4 Приготовление основного стандартного раствора железа с массовой концентрацией 1 мг/см^3

4,3400 железа (III) хлорид 6-водного растворяют в 200 см^3 дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

6.17.2.5 Приготовление основного стандартного раствора марганца с массовой концентрацией 1 мг/см^3

4,388 г марганца сернокислого 5-водного растворяют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

6.17.2.6 Основные стандартные растворы хранят не более одного года. Для приготовления основных стандартных растворов допускается использовать государственные образцы ионов железа, меди, цинка, кобальта, марганца.

6.17.2.7 Приготовление промежуточных стандартных растворов

Из основных стандартных растворов меди, железа, цинка, кобальта, марганца отбирают пипеткой 10 см^3 раствора, переносят в мерные колбы вместимостью 100 см^3, добавляют 1 см^3 соляной кислоты (1:5) при пламенной атомизации или азотной кислоты (1:5) при электротермической атомизации, растворы в колбах доводят до метки дистиллированной водой.

Полученные растворы содержат соответственно 100 мкг/см^3 меди, железа, цинка, кобальта, марганца. Растворы хранят не более одного года.

6.17.2.8 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочных графиков используют рабочие стандартные растворы, которые готовят из промежуточных стандартных растворов путем их разбавления дистиллированной водой.

Массовая концентрация рабочих стандартных растворов для конкретного элемента должна соответствовать требованиям инструкции к прибору и обеспечивать линейность графика. Растворы с массовой концентрацией металлов от 1 до 10 мкг/см^3 хранят не более месяца, с массовой концентрацией менее 1 мкг/см^3 готовят ежедневно. В рабочих диапазонах достаточно иметь по три-четыре раствора сравнения.

По результатам фотометрирования рабочих стандартных растворов строят градуировочный график, откладывая по оси ординат значения показания прибора, а по оси абсцисс – массовую концентрацию микроэлемента в соответствующем рабочем стандартном растворе.

Спектрофотометрирование микроэлементов проводят по следующим аналитическим линиям, нм:

– железо – 248,4;
– медь – 324,7;
– цинк – 213,9;
– кобальт – 240,7;
– марганец – 279,5.

6.17.3 Проведение испытания

6.17.3.1 Озоление пробы и растворение золы

Навеску премикса массой 1 – 5 г, взвешенную с погрешностью не более 0,0001 г, помещают в тигель, осторожно обугливают на электроплитке до прекращения выделения дыма, не допуская воспламенения пробы. Тигли помещают в электропечь, постепенно повышают температуру до 500 °С и проводят озоление при этой температуре до получения серой золы. Тигли с золой вынимают из электропечи, охлаждают до комнатной температуры и серую золу смачивают 0,5 – 1,0 $см^3$ раствора азотной кислоты (1:1). Затем кислоту досуха выпаривают на электроплитке со слабым нагревом и снова помещают в электропечь. Обработку кислотой, сушку, озоление проводят несколько раз. Отсутствие неозолившихся частиц черного цвета и равномерный серый цвет золы указывает на полное озоление. Допускается окрашивание золы в розовый, зеленоватый, голубой и другие цвета.

Для ускорения процесса обугливания рекомендуется в тигель с навеской добавить этиловый спирт из расчета 1 – 2 $см^3$ на 1 г сухого вещества, закрыть часовым стеклом и выдержать 12 – 24 ч, затем проводить обугливание.

В тигель с золой добавляют 1 – 5 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:1), в зависимости от зольности продукта, и нагревают на водяной бане или электроплитке с асбестом до растворения золы. Раствор выпаривают до влажных солей, растворяют в 15 – 20 $см^3$ 1 %-ного раствора соляной кислоты (для пламенной атомизации) или 1 %-ного раствора азотной кислоты (для электротермической атомизации), фильтруют через бумажный фильтр «красная лента» в мерную колбу вместимостью 25 – 100 $см^3$ (в зависимости от массовой концентрации определяемого микроэлемента) и доводят объем раствора до метки той же кислотой. Если зола растворилась не полностью, раствор с осадком упаривают до влажных солей, перерастворяют в минимальном объеме соляной кислоты (1:1), еще раз упаривают до влажных солей и растворяют в 15 – 20 $см^3$ 1 %-ного раствора соляной кислоты (для пламенной атомизации) или 1 %-ного раствора азотной кислоты (для электротермической атомизации). Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 – 100 $см^3$.

Одновременно проводят контрольный опыт, включая все стадии анализа, кроме взятия навески премикса.

6.17.3.2 Подготовка пробы премикса на основе мела, известняка

Навеску премикса массой 0,5 – 1,0 г, взвешенную с погрешностью не более 0,0001 г, помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, добавляют 15 $см^3$ 5 %-ного раствора азотной кислоты, затем упаривают досуха на электроплитке с закрытой спиралью. После охлаждения содержимое стакана увлажняют несколькими каплями дистиллированной воды и упаривают досуха. Остаток растворяют в 5 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:5). Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 25 – 50 $см^3$, доводят объем до метки дистиллированной водой.

Одновременно проводят контрольный опыт, включая все стадии анализа, кроме взятия навески премикса.

6.17.3.3 Полученные растворы по 6.17.3.1 или 6.17.3.2 используют для определения содержания микроэлементов. При необходимости (в зависимости от содержания микроэлементов в премиксе) допускается проводить разбавление раствора дистиллированной водой. Кратность разбавления (K) учитывается при расчете массовой концентрации микроэлементов в премиксе.

При анализе каждой пробы проводят два параллельных определения, начиная с взятия навески испытуемой пробы.

Фотометрическое определение элементов проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

6.17.4 Обработка результатов

Массовую долю микроэлемента (X) в граммах на тонну премикса вычисляют по формуле

$$X = \frac{(A - B) \cdot V \cdot K \cdot 10^6}{m \cdot 10^6}, \quad (10)$$

где A – массовая концентрация микроэлемента в 1 см^3 испытуемого раствора, найденная по градуировочному графику, мкг/см^3;

B – массовая концентрация микроэлемента в 1 см^3 контрольной пробы, найденная по градуировочному графику, мкг/см^3;

V – объем испытуемого раствора, см^3;

K – кратность разбавления по формуле (3);

m – масса навески продукта, г;

10^6 – коэффициент пересчета.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно быть более 20 % относительно среднего арифметического значения. Допускаемое расхождение между результатами, полученными в разных лабораториях, не должно быть более 30 % относительно среднего арифметического значения.

6.18 Определение массовой концентрации микроэлементов (железа и меди) фотометрическими методами

6.18.1 Получение раствора золы

6.18.1.1 Приготовление раствора золы после сухого озоления

Для проведения испытания применяют оборудование, материалы и реактивы:

– фотоэлектроколориметр или спектрофотометр с диапазоном измерения 315 – 980 нм;

– весы лабораторные ГОСТ 24104;

– печь муфельную, обеспечивающую температуру (500 ± 10) °С;

– тигли фарфоровые по ГОСТ 9147 диаметром 5 – 6 см, высотой 4 – 5 см;

– плитку электрическую;

– колбы мерные 1(2)-50-2, 1(2)-100-2 по ГОСТ 1770;

– пипетки 1-1-1-1, 1-1-2-2, 2-1-2-5, 2-1-2-10 по ГОСТ 29227;

– кислоту азотную по ГОСТ 4461;

– кислоту соляную по ГОСТ 3118, раствор (1:5);

– водорода пероксид по ГОСТ 10929;

– фильтры бумажные по [7], красная лента;

– воду дистиллированную по ГОСТ 6709.

Все реактивы должны быть квалификации х. ч. или ч. д. а.

Допускается использование других средств измерения, по метрологическим характеристикам, а реактивов и посуды по квалификации и техническим характеристикам не уступающим вышеуказанным.

6.18.1.2 Проведение озоления и растворение золы

Навеску премикса массой 1 – 5 г, взвешенную с погрешностью не более 0,0001 г, помещают в тигель, осторожно обугливают на электроплитке до прекращения выделения дыма, не допуская воспламенения пробы. Затем тигель помещают в муфельную печь, постепенно повышают температуру в печи до 500 °С и проводят озоление при этой температуре не менее 3 ч до получения золы серого цвета. Тигель вынимают из муфельной печи, охлаждают на воздухе.

Содержимое тигля увлажняют дистиллированной водой и 10 – 15 каплями азотной кислоты или пероксида водорода и помещают на электроплитку с асбестовой сеткой для выпаривания. После удаления азотной кислоты или пероксида водорода тигли с электроплитки переносят в муфель и продолжают озоление при температуре 500 °С в течение 30 – 60 мин.

При наличии неозолившихся частиц черного цвета содержимое тигля обрабатывают азотной кислотой или пероксидом водорода, подсушивают на электроплитке и озоляют в муфельной печи еще один-два раза. Отсутствие неозолившихся частиц черного цвета и равномерный серый цвет золы указывает на полное озоление. Допускается окрашивание золы в розовый, зеленоватый, голубой и другие цвета.

В тигель с золой приливают 10 – 20 см^3 раствора соляной кислоты (1:5) и нагревают на водяной бане или электроплитке с асбестом до растворения золы.

Раствор золы переносят в мерную колбу вместимостью 50 – 100 $см^3$, тигель несколько раз промывают дистиллированной водой и переносят в ту же колбу, объем раствора доводят до метки дистиллированной водой. При наличии осадка раствор золы фильтруют. Подготовленный раствор золы используют для определения микроэлементов.

При необходимости (в зависимости от содержания микроэлементов в премиксе) допускается проводить разбавление раствора дистиллированной водой. Кратность разбавления (*К*) учитывается при расчете массовой концентрации микроэлементов в премиксе.

6.18.1.3 Приготовление раствора золы после мокрого озоления

Для проведения испытания применяют оборудование, материалы и реактивы:

– весы лабораторные по ГОСТ 24104;

– фотоэлектроколориметр или спектрофотометр со спектральным диапазоном измерения 315 – 980 нм;

– колбонагреватели;

– плитку электрическую;

– колбы Къельдаля 250-29/32 ТС по ГОСТ 25336;

– колбы мерные 1(2)-50-2, 1(2)-100-2, 1(2)-500-2 по ГОСТ 1770;

– кислоту азотную по ГОСТ 4461;

– кислоту серную по ГОСТ 4204;

– кислоту хлорную по [25];

– водорода пероксид по ГОСТ 10929;

– фильтры бумажные по [7], красная лента;

– воду дистиллированную по ГОСТ 6709.

Все реактивы должны быть квалификации х. ч. или ч. д. а.

Допускается использование других средств измерения, по метрологическим характеристикам, а реактивов и посуды по квалификации и техническим характеристикам не уступающим вышеуказанным.

6.18.1.4 Проведение озоления и растворение золы

Навеску премикса массой 1 – 5 г, взвешенную с погрешностью не более 0,0001 г, помещают в колбу Къельдаля и поочередно приливают азотную, серную и хлорную кислоты в объемном соотношении 10:5:1, так чтобы озоляемая навеска была полностью смочена кислотами. Колбу Къельдаля помещают на электроплитку или колбонагреватель и нагревают до полного обесцвечивания, периодически добавляя азотную кислоту или водорода пероксид. Затем содержимое колбы охлаждают при комнатной температуре, добавляют 20 $см^3$ дистиллированной воды и, фильтруя, переносят в мерную колбу вместимостью 50 – 100 $см^3$. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой и используют для определения микроэлементов.

При необходимости (в зависимости от содержания микроэлементов в премиксе) допускается проводить разбавление раствора дистиллированной водой. Кратность разбавления (*К*) учитывается при расчете массовой концентрации микроэлементов в премиксе.

6.18.2 Определение массовой концентрации железа

Сущность метода заключается в образовании окрашенного комплексного соединения железа с натрием салициловокислым и измерении интенсивности окраски раствора этого соединения.

6.18.2.1 Для проведения испытания применяют оборудование, материалы и реактивы:

– весы лабораторные по ГОСТ 24104;

– фотоэлектроколориметр или спектрофотометр со спектральным диапазоном измерения 315 – 980 нм;

– колбы мерные 1(2)-50-2, 1(2)-100-2, 1(2)-500-2 по ГОСТ 1770;

– пипетки 1-1-2-1, 1-1-2-2, 1-1-2-5, 1-1-2-10 по ГОСТ 29227;

– аммиак водный по ГОСТ 3760;

– аммоний-железо (III) сульфат 12-водный (квасцы железоаммонийные) по [26];

– кислоту соляную по ГОСТ 3118;

– кислоту азотную по ГОСТ 4461;

– кислоту уксусную по ГОСТ 61;

– натрий салициловокислый по [27];

– воду дистиллированную по ГОСТ 6709.

Все реактивы должны быть квалификации х. ч. или ч. д. а.

Допускается использование других средств измерения, по метрологическим характеристикам, а реактивов и посуды по квалификации и техническим характеристикам не уступающим вышеуказанным.

6.18.2.2 Подготовка к испытанию

Приготовление стандартного раствора железа массовой концентрации 100 мкг/см^3.

0,4317 г железоаммонийных квасцов растворяют в растворе соляной кислоты (1:1) в мерной колбе вместимостью 500 см^3, добавляют две-три капли азотной кислоты, перемешивают и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Раствор хранят при комнатной температуре не более одного года.

6.18.2.3 Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см^3 приливают стандартный раствор железа в объемах 0,1; 0,2; 0,4; 0,5; 0,8; 1,0 см^3, что соответствует 10, 20, 40, 50, 80, 100 мкг железа.

Затем добавляют 20 см^3 дистиллированной воды, 10 см^3 5 %-ного раствора натрия салицилово-кислого и перемешивают. Образуется осадок светло-розового цвета. В колбы по каплям добавляют раствор аммиака (1:1) до полного растворения осадка и перехода окраски раствора в желтоватую. Добавляют еще две-три капли раствора аммиака и перемешивают. Затем добавляют по каплям раствор уксусной кислоты (1:1) до перехода окраски в красный цвет, после чего добавляют 5 см^3 этой же кислоты. Объем раствора в колбах доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и оставляют при комнатной температуре на 1 ч. Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре при длине волны (540 ± 25) нм или спектрофотометре при длине волны 540 нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 10 мм относительно дистиллированной воды.

На основании показаний прибора строят градуировочный график: по оси ординат откладывают значение оптической плотности, а по оси абсцис – соответствующее значение массы железа в объеме раствора, подготовленного к фотометрированию (50 см^3).

6.18.2.4 Проведение испытания

1 – 10 см^3 раствора золы, приготовленного по 6.18.1.2 или 6.18.1.4, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см. Затем добавляют 20 см^3 дистиллированной воды, 10 см^3 5 %-ного раствора натрия салицилово-кислого и перемешивают. Образуется осадок светло-розового цвета. В колбу по каплям добавляют раствор аммиака (1:1) до полного растворения осадка и перехода окраски раствора в желтоватую. Добавляют еще две-три капли раствора аммиака и перемешивают. Затем добавляют по каплям раствор уксусной кислоты (1:1) до перехода окраски в красный цвет, после чего добавляют 5 см^3 этой же кислоты. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и оставляют при комнатной температуре на 1 ч. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре при длине волны (540 ± 25) нм или спектрофотометре при длине волны 540 нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 10 мм относительно дистиллированной воды.

6.18.2.5 Обработка результатов

Массовую концентрацию микроэлемента (X) в граммах на тонну премикса рассчитывают по формуле

$$X = \frac{A \cdot V \cdot K \cdot 10^6}{V_1 \cdot m \cdot 10^6}, \qquad (11)$$

где A – масса микроэлемента, найденная по градуировочному графику, мкг;

V – объем раствора золы, см^3;

K – кратность разбавления по формуле (3);

V_1 – объем раствора золы, взятый для анализа, см^3;

m – масса навески премикса, г;

10^6 – коэффициент пересчета.

Результаты вычисляют до первого десятичного знака и округляют до целого значения.

За окончательный результат испытания принимается среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми должно быть не более 10 % относительно среднего арифметического значения. Допускаемое расхождение между результатами, полученными в разных лабораториях, должно быть не более 15 % относительно среднего арифметического значения.

6.18.3 Определение массовой концентрации меди

Сущность метода заключается в образовании окрашенного комплексного соединения меди с диэтилдитиокарбаматом натрия, экстрагировании его четыреххлористым углеродом и измерения оптической плотности полученного экстракта.

6.18.3.1 Для проведения испытания применяют оборудование, материалы и реактивы:

– весы лабораторные по ГОСТ 24104;

– фотоэлектроколориметр или спектрофотометр со спектральным диапазоном измерения 315 – 980 нм;

– колбы мерные 1(2)-50-2, 1(2)-100-2, 1(2)-500-2, 1(2)-1000-2 по ГОСТ 1770;

– пипетки 1-1-2-1, 1-1-2-2, 1-1-2-5, 1-1-2-10 по ГОСТ 29227;

– бюретки 1-1(2)-2-50-0,1 по ГОСТ 29251;

– воронки делительные ВД-1(2)-50 или ВД-3-2000 по ГОСТ 25336;

– пробирки П-2-15-14/23 ХС по 1770;

– цилиндры 1(2)-100, 1(2)-1000 по ГОСТ 1770;

– аммоний цитрат по [28];

– кислоту соляную по ГОСТ 3118, 0,3 н раствор;

– натрия N, N-диэтилдитиокарбамат 3-водный по ГОСТ 8864;

– медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165;

– свинец (II) азотнокислый по ГОСТ 4236;

– углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288;

– фильтры бумажные по [7], белая лента;

– воду дистиллированную по ГОСТ 6709.

Все реактивы должны быть квалификации х. ч. или ч. д. а.

Допускается использование других средств измерения, по метрологическим характеристикам, а реактивов и посуды по квалификации и техническим характеристикам не уступающим вышеуказанным.

6.18.3.2 Подготовка к испытанию

6.18.3.2.1 Приготовление 0,3 н раствора соляной кислоты

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ добавляют 24 $см^3$ соляной кислоты и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

6.18.3.2.2 Приготовление раствора диэтилдитиокарбамата свинца в четыреххлористом углероде

644 мг натрия N, N-диэтилдитиокарбамата помещают в делительную воронку, приливают 1000 $см^3$ четыреххлористого углерода, прибавляют 486 мг азотнокислого свинца, растворенного в 100 $см^3$ дистиллированной воды, и встряхивают в течение 5 мин. После разделения фаз нижний слой четыреххлористого углерода с растворенным в нем диэтилдитиокарбаматом свинца фильтруют через фильтр «белая лента» в сухую склянку из темного стекла.

Раствор хранят в холодильнике не более 1 мес.

6.18.3.2.3 Приготовление основного стандартного раствора меди массовой концентрации 1 $мг/см^3$

1,965 г меди сернокислой 5-водной помещают в мерную колбу и растворяют в дистиллированной воде, содержащей 10 $см^3$ 0,3 н раствора соляной кислоты. Доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Раствор хранят при комнатной температуре не более одного года.

6.18.3.2.4 Приготовление рабочего стандартного раствора меди

В мерную колбу вместимостью 250 $см^3$ вносят 2,5 $см^3$ основного стандартного раствора и доводят объем раствора до метки 0,3 н раствором соляной кислоты. Приготовленный раствор содержит 10 $мкг/см^3$ меди.

Раствор хранят в холодильнике не более 1 мес.

6.18.3.2.5 Построение градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью 50 $см^3$ приливают рабочий стандартный раствор в объемах 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 $см^3$. Объем раствора в каждой воронке доводят до 15 $см^3$ 0,3 н раствором соляной кислоты. Масса меди в полученных растворах соответствует 2, 5, 10, 20, 40, 60 мкг. Затем приливают 5 $см^3$ 10 %-ного раствора цитрата аммония, перемешивают. Прибавляют 15 $см^3$ раствора диэтилдитиокарбамата свинца в четыреххлористом углероде, воронку встряхивают в течение 2 мин. После разделения фаз нижний слой четыреххлористого углерода сливают в пробирки с притертыми пробками. В полученных растворах измеряют оптическую плотность.

Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (440 ± 40) нм или спектрофотометре при длине волны 436 нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 10 мм относительно дистиллированной воды.

На основании показаний прибора строят градуировочный график: по оси ординат откладывают значение оптической плотности, а по оси абсцис – соответствующее значение массы меди в объеме раствора, подготовленного к фотометрированию (15 $см^3$).

6.18.3.3 Проведение испытания

В делительную воронку вместимостью 50 $см^3$ приливают объем раствора золы, приготовленного по 6.18.1.2 или 6.18.1.4, содержащий 2 – 60 мкг меди (объем зависит от рецептуры премикса и массы навески для озоления). Объем раствора доводят до 15 $см^3$ 0,3 н раствором соляной кислоты. Затем приливают 5 $см^3$ 10 %-ного раствора аммония цитрата, перемешивают. Прибавляют 15 $см^3$ раствора диэтилдитиокарбамата свинца в четыреххлористом углероде, воронку встряхивают в течение 2 мин. После разделения фаз нижний слой четыреххлористого углерода сливают в пробирки с притертыми пробками. В полученных растворах измеряют оптическую плотность.

Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре при длине волны (440 ± 40) нм или спектрофотометре при длине волны 436 нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 10 мм относительно дистиллированной воды.

6.18.3.4 Обработка результатов – по 6.18.2.5.

6.9 – 6.18 (Измененная редакция, Изм. № 1)

6.19 Определение наличия бактерий рода сальмонелла проводят по [29].

6.20 Определение наличия энтеропатогенных типов кишечной палочки проводят по [30].

6.21 Определение токсичных элементов – по ГОСТ 26927, ГОСТ 26930, ГОСТ 26932, ГОСТ 26933, ГОСТ 30178, СТБ 1254, [31].

Подготовку проб для их определения проводят по ГОСТ 26929.

6.22 Определение радионуклидов – по методикам выполнения измерений, утвержденным в установленном порядке.

6.23 Контроль состояния упаковки и качества маркировки проводят визуально.

6.24 Контроль массы нетто осуществляют согласно инструкции, утвержденной в установленном порядке.

6.25 Допускаемые отклонения содержания витаминов должны быть не более 15 % от нормируемой величины по рецепту.

Допускаемые отклонения содержания марганца, меди, железа, цинка должны быть не более 20 %, кобальта – не более 25 % от нормируемой величины по рецепту.

6.19 – 6.25 (Введены дополнительно, Изм. № 1)

7 Транспортирование и хранение

7.1, 7.2 (Исключены, Изм. № 1)

7.3 Транспортирование

7.3.1 Премиксы транспортируют в мешках транспортом всех видов в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на транспорте каждого вида.

7.3.2 Транспортные средства должны быть сухими, чистыми, без постороннего запаха, не зараженные вредителями хлебных запасов.

7.4 Хранение

7.4.1 Премиксы хранят упакованными на поддонах в складах напольного типа, раздельно рассортированными строго по номерам рецептов.

7.4.2 Премиксы, упакованные в мешки, укладывают в штабеля высотой не более 14 рядов. Не допускается укладывать в штабеля продукцию в поврежденных и загрязненных мешках.

7.4.3 Срок хранения премиксов, изготовленных на основе наполнителя:

– измельченного зерна и отрубей – не более 5 мес с даты изготовления;

– шрота, дрожжей, мела и известняковой муки и смеси – не более 4 мес с даты изготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

7.4.4 По истечении срока хранения премиксов их вновь проверяют на соответствие требованиям настоящего стандарта и рецепта в аккредитованной испытательной лаборатории. В случае соответствия премиксов установленным требованиям их срок хранения продлевается на 1 мес.

(Введен дополнительно, Изм. № 1)

Наименование раздела (Измененная редакция, Изм. № 1)

8 Гарантии изготовителя

Изготовитель гарантирует соответствие премиксов требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

Приложения А, Б (Исключены, Изм. № 1)

Приложение В
(информационное)

Библиография

[1] ТУ РБ 600024008.082-2002 Отруби пшенично-ржаные и ржано-пшеничные. Технические условия
[2] ТУ РБ 06093149.037-98 Отруби из тритикале. Технические условия
[3] ТУ РБ 00959441.155-94 Тритикале. Требования при заготовках и поставках
[4] ТУ 21 БССР 296-89 Мел мелкогранулированный
[5] ТУ РБ 00204056.118-95 Мешки из пленочных нитей
[6] ТУ РБ 03327523.008-99 Скрепка
[7] ТУ 6-09-1678-95 Фильтры обеззоленные
[8] ТУ 6-09-5319-86 Пирогаллол А
[9] ТУ 6-09-5360-88 Фенолфталеин
[10] ФС 42-3643-98 Эфир серный
[11] Тиаминхлорид (содержание основного вещества не менее 98,0 %)
[12] Тиаминбромид (содержание основного вещества не менее 98,0 %)
[13] Рибофлавин (содержание основного вещества не менее 98,0 %)
[14] МРТУ 6-09-6628-75 Спирт пропиловый (пропанол-1)
[15] ТУ 6-09-08-944-83 Соль Рейнеке, «ч»
[16] Холинхлорид (содержание основного вещества не менее 99,0 %)
[17] ТУ 6-093293-66 Асбест волокнистый
[18] Никотиновая кислота (содержание основного вещества не менее 98,0 %)
[19] ТУ 2.833.104-85 Микрошприцы
[20] Метанол для ВЭЖХ (содержание основного вещества не менее 99,9 %)
[21] Гексан для ВЭЖХ (содержание основного вещества не менее 95,0 %)
[22] Изопропиловый спирт для ВЭЖХ (содержание основного вещества не менее 99,5 %)
[23] (±) альфа-токоферол ацетат (витамин Е ацетат) (содержание основного вещества не менее 95,0 %)
[24] ТУ 6-09-5294-86 Цинк гранулированный чистый для анализа и чистый
[25] ТУ 6-09-2878-73 Кислота хлорная. Технические условия
[26] ТУ 6-09-5359-88 Аммоний-железо (III) сульфат 12-водный (квасцы железоаммонийные) чистый для анализа и чистый
[27] МРТУ 6-09-4836-67 Натрий салициловокислый. Технические условия
[28] ТУ 6-09-01-768-89 Аммоний цитрат (аммоний лимоннокислый) чистый для анализа и чистый
[29] Методические указания. «Лабораторная диагностика сальмонеллезов человека и животных, обнаружение сальмонелл в кормах, продуктах питания и объектах внешней среды», утвержденные Министерством здравоохранения СССР 26.02.1990 г.
[30] Правила бактериологического исследования кормов, утвержденные Главным управлением ветеринарии Министерства сельского хозяйства СССР 10.06.1975 г.
[31] Методические указания по обнаружению и определению содержания общей ртути в пищевых продуктах методом беспламенной атомной абсорбции № 5178-99, утв. Минздравом СССР 21.06.99 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

Ответственный за выпуск И.А.Воробей

Сдано в набор 15.12.2003. Подписано в печать 31.12.2003. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 3,37. Уч.- изд. л. 2,45 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение
НП РУП «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации (БелГИСС)»
Лицензия ЛВ № 231 от 04.03.2003. Лицензия ЛП № 408 от 25.07.2000
220113, г. Минск, ул. Мележа, 3.

gost.e-ecolog.ru