ГОСТ 13496.15—97

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Методы определения содержания сырого жира

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Центральным научно-исследовательским институтом агрохимического обслуживания сельского хозяйства (ЦИНАО), Всероссийским научно-исследовательским институтом кормов им. В.Р. Вильямса (ВНИИкормов), Всероссийским научно-исследовательским институтом комбикормовой промышленности (АООТ «ВНИИКП»), МТК 4 «Комбикорма, БВД, премиксы»

ВНЕСЕН Госстандартом России (протокол № 12 от 21 ноября 1997 г.)

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

Изменение № 1 принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 24 от 5 декабря 2003 г.)

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AZ, AM, BY, KZ, KG, MD, RU, TJ, TM, UZ, UA [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 27 марта 1998 г. № 88 Межгосударственный стандарт ГОСТ 13496.15—97 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1999 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 13496.15—85

5 ИЗДАНИЕ (март 2011 г.) с Изменением № 1, принятым в марте 2004 г. (ИУС 6—2004)

© ИПК Издательство стандартов, 1998
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2011

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Методы определения содержания сырого жира

Forages, compound feeds, raw material for compound feeds.
Methods for determining the raw fat content

Дата введения 1999—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на все виды растительных кормов, комбикормов, комбикормовое сырье (за исключением минерального сырья, дрожжей кормовых и паприна), муку животного происхождения и устанавливает методы определения сырого жира, представляющего смесь триглицеридов жирных кислот и сопутствующих веществ (свободные жирные кислоты, спирты, альдегиды, провитамины, пигменты, стерины, эфирные масла и др.), извлекаемых органическими растворителями.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 245—76 Натрий фосфорнокислый однозамещенный 2-водный. Технические условия

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 2768—84 Ацетон технический. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Соляная кислота. Технические условия

ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7631—2008 Рыба, нерыбные объекты и продукция из них. Методы определения органолептических и физических показателей

ГОСТ 8505—80 Нефрас-С 50/170. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. 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 13586.3—83 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 13979.0—86 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 17299—78 Спирт этиловый технический. Технические условия

ГОСТ 17681—82 Мука животного происхождения. Методы испытаний

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 21769—84 Зелень древесная. Технические условия

ГОСТ 22551—77 Песок кварцевый, молотые песчаник, кварцит и жильный кварц для стекольной промышленности. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования*

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

ГОСТ 27262—87 Корма растительного происхождения. Методы отбора проб

ГОСТ 27548—97 Корма растительные. Методы определения содержания влаги**

ГОСТ 27668—88 Мука и отруби. Приемка и методы отбора проб

ГОСТ 28736—90 Корнеплоды кормовые. Технические условия

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

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

ГОСТ 29228—91 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установления времени ожидания

ГОСТ 29229—91 (ИСО 835-3—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 3. Пипетки градуированные с временем ожидания 15 с

ГОСТ 29230—91 (ИСО 835-4—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 4. Пипетки выдувные

ГОСТ 31339—2006 Рыба, нерыбные объекты и продукция из них. Правила приемки и методы отбора проб

Раздел 2 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3 ОТБОР ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 7631, ГОСТ 31339, ГОСТ 13496.0, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 13979.0, ГОСТ 17681, ГОСТ 21769, ГОСТ 27262, ГОСТ 27668, ГОСТ 28736.

4 ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЫРОГО ЖИРА ПО МАССЕ ИЗВЛЕЧЕННОГО СЫРОГО ЖИРА

(Основной метод)

Сущность метода заключается в экстракции сырого жира из продукта растворителем, последующем удалении растворителя, высушивании и взвешивании извлеченного жира.

Для испытания всех видов кормов в качестве растворителя используют диэтиловый эфир; для испытания кормовой костной муки, мясокостной, рыбной и из морских млекопитающих и ракообразных наряду с диэтиловым эфиром допускается использование петролейного эфира. Для испытания хлопковых жмыхов и шротов используют петролейный эфир.

4.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Измельчитель проб растений ИПР-2.

Мельница лабораторная МРП-2 или другие измельчающие устройства кулачкового или ножевого типа, обеспечивающие не более чем за 3 цикла продолжительностью 15 с (с отсеиванием после каждого измельчения) проход не менее 70 % измельченной массы шрота или жмыха с ожидаемой масличностью до 10 % включительно через сито с отверстиями диаметром 0,25 мм или не менее 90 % — для жмыхов с ожидаемой масличностью более 10 % через сито с отверстиями диаметром 0,5 мм.

Сушилка проб кормов СК-1 или шкаф сушильный лабораторный с погрешностью не более ±2 °С.

Сита с отверстиями диаметром 0,25; 0,5 и 1 мм.

Ножницы.

Мезгообразователь МЛ-1.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,001 г.

Аппарат Сокслета вместимостью экстрактора 150 и 250 $см^3$ и колбы к нему вместимостью 250 и 500 $см^3$.

Баня водяная с терморегулятором.

Испаритель ротационный или перегонный аппарат с дефлегматором.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ 53228—2008.

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 52838—2007.

Стеклянные или пластмассовые банки вместимостью 250—300 см^3 с плотно закрывающимися пробками или крышками.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Бюксы стеклянные по ГОСТ 25336.

Пипетки градуированные 1(2,4,5)-2-2 по ГОСТ 29169, ГОСТ 29227, ГОСТ 29228, ГОСТ 29229, ГОСТ 29230.

Цилиндр мерный 1(2,3,4)-2-1000 по ГОСТ 1770.

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.

Бумага фильтровальная лабораторная марки ФНБ по ГОСТ 12026.

Эфир медицинский (диэтиловый).

Эфир петролейный (фракция 40 °С—70 °С) по ГОСТ 11992.

Ацетон по ГОСТ 2603 или ацетон технический по ГОСТ 2768.

Соляная кислота по ГОСТ 3118, х.ч., ч.д.а, концентрированная и разбавленная дистиллированной водой 1:1.

Кальций хлористый технический по ГОСТ 450, предварительно прокаленный при температуре 250 °С—300 °С в течение 2 ч.

Песок кварцевый по ГОСТ 22551.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166, х.ч., ч.д.а. или натрий фосфорнокислый однозамещенный 2-водный по ГОСТ 245, х.ч., ч.д.а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечание — Допускается использовать другую аппаратуру, мерную посуду, имеющую такие же или лучшие метрологические характеристики, а также реактивы по квалификации не ниже отечественных.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2 Подготовка к испытанию

4.2.1 Подготовка проб

Из точечных проб анализируемых кормов, отобранных пробоотборником или вручную, составляют объединенную пробу, которую помещают на полиэтиленовую пленку, перемешивают, затем разравнивают тонким слоем и делят по диагонали на четыре треугольника (метод квартования), из которых два противоположных удаляют, а из двух оставшихся образуют среднюю пробу.

Среднюю пробу сена, соломы, сенной резки, силоса, сенажа или зеленых кормов измельчают на отрезки длиной 1—3 см, корнеплоды и клубнеплоды нарезают ломтиками толщиной до 0,8 см или измельчают на мезгообразователе. Измельченную пробу тщательно перемешивают и методом квартования выделяют часть средней пробы, масса которой после высушивания должна быть не менее 150 г.

Высушивают пробы в сушильном шкафу при температуре 60 °С—65 °С до воздушно-сухого состояния. Воздушно-сухую пробу размалывают на лабораторной мельнице и просеивают через сито. Остаток на сите измельчают ножницами или в ступке, добавляют к просеянной части, перемешивают.

Комбикорма, жмыхи, шроты, брикеты, гранулы размельчают на измельчающем устройстве кулачкового или ножевого типа, позволяющем не более чем за 3 цикла продолжительностью 15 с (с отсеиванием после каждого измельчения) обеспечить проход не менее 70 % через сито с отверстиями диаметром 0,25 мм для шротов и жмыхов с ожидаемой масличностью не более 10 %, а для жмыхов с ожидаемой масличностью выше 10 % обеспечить проход не менее 90 % частиц через сито с отверстиями диаметром 0,5 мм. Остальное комбикормовое сырье и комбикорма измельчают до прохода через сито с отверстиями диаметром 1 мм. Трудно измельчаемый остаток на сите (лузгу, шелуху и т.д.) доизмельчают ножницами или растирают в ступке и присоединяют к проходу и тщательно перемешивают.

Примечание — С целью обмасливания (при измельчении жмыхов и шротов) измельчителя или ступки предварительно измельчают небольшое количество анализируемого продукта, который затем отбрасывают.

Объединенную пробу муки животного происхождения массой не менее 1,5 кг тщательно перемешивают. Для химического анализа муки из объединенной пробы отбирают 0,5 кг, тщательно перемешивают, высыпают на бумагу и разравнивают тонким слоем. Затем методом квартования выделяют пробу массой около 150 г, размалывают без предварительного подсушивания и просеивают через сито диаметром отверстий 1 мм. Остаток на сите измельчают и добавляют к пробе, перемешивают.

Подготовленные пробы хранят в стеклянной или пластмассовой банке с крышкой в сухом месте. Для пересчета результатов испытания на абсолютно сухое вещество в подготовленной для испытания пробе определяют содержание влаги по ГОСТ 13496.3, ГОСТ 17681, ГОСТ 27548. Для испытания муки животного происхождения допускается использовать сухую пробу.

4.2.2 Приготовление растворов

Очистка кварцевого песка

Кварцевый песок сначала промывают водопроводной водой, затем заливают разбавленной (1:1) соляной кислотой и оставляют на сутки. После этого песок промывают водопроводной водой до исчезновения кислой реакции на лакмус, а затем дистиллированной водой и высушивают. Прокаливают, затем просеивают через сито с диаметром отверстий 1 мм.

Приготовление разбавленного раствора соляной кислоты

К одному объему концентрированной соляной кислоты добавляют один объем дистиллированной воды и тщательно перемешивают.

Приготовление патрона из фильтровальной бумаги

Для приготовления патрона фильтровальную бумагу и вату предварительно обезжиривают или в аппарате Сокслета, или в цилиндре с пришлифованной крышкой тем же растворителем, который используют при определении жира.

Перед обезжириванием в аппарате Сокслета фильтровальную бумагу нарезают размером 500 × 110 мм, свертывают в трубку и перевязывают ниткой. Вату тоже сворачивают в рулон такой же формы и тоже перевязывают ниткой. Затем помещают в разные экстракторы. В колбу аппарата заливают растворитель не более 2/3 объема и присоединяют к холодильнику. Экстракцию проводят 25—30 мин (5—7 сливов экстрагента из экстрактора).

Для обезжиривания бумаги и ваты в цилиндре лист фильтровальной бумаги свертывают в трубку и помещают в стеклянный (мерный) цилиндр с пришлифованной пробкой так, чтобы вся бумага поместилась в цилиндре, а цилиндр мог быть закрыт пробкой. В цилиндр перед помещением бумаги наливают 100—200 $см^3$ диэтилового эфира. После того как эфир поднимется по бумаге до ее верхнего края цилиндр открывают, бумагу вынимают и дают эфиру испариться. Ножницами от верхнего края отрезают полоску шириной 4—5 см, остальную часть бумаги используют для приготовления патронов. Вату обезжиривают также в цилиндре. Обезжиренную вату и бумагу хранят в закрытой посуде.

Обезжиренный прямоугольный лист бумаги навертывают на деревянную болванку. По мере навертывания свободный край бумаги подворачивают складками для образования донышка патрона. Размер патрона и объем аппарата Сокслета выбирают в зависимости от объема пробы. Бумагу и болванку берут таким образом, чтобы стенки патрона получились двойными, а его диаметр был на 0,5 см меньше диаметра экстрактора. На дно патрона кладут кусочек обезжиренной ваты.

4.3 Проведение испытания

В патрон из фильтрованной бумаги отвешивают 5,0—10,0 г (жмыхов и шротов 8,0—10,0 г) испытуемой пробы в зависимости от ожидаемого содержания жира, с погрешностью не более 0,001 г. Сверху кладут кусочек обезжиренной ваты. Навеску кормовой рыбной муки и из морских млекопитающих и ракообразных предварительно помещают в фарфоровую ступку, туда же добавляют двойное, тройное по массе количество безводного сернокислого (или фосфорнокислого) натрия и смесь хорошо растирают пестиком. Затем обезвоженный продукт переносят в патрон. Ступку протирают ватой, смоченной эфиром, которую присоединяют к сухой навеске. Навеску муки костяной кормовой также предварительно тщательно смешивают в бюксе с 3—4 г очищенного и прокаленного песка и затем смесь переносят в патрон. Бюкс 2—3 раза вытирают обезжиренной ватой, смоченной эфиром, которую кладут в патрон. Верхние края патрона подворачивают так, чтобы закрыть лежащую в верхней части вату.

Приготовленный таким образом патрон помещают в экстрактор аппарата Сокслета так, чтобы он не был выше верхнего изгиба сифонной трубки. Колбу аппарата Сокслета высушивают при температуре (105±2) °С в течение 30 мин и после охлаждения взвешивают. Колбу наполняют примерно на 2/3 объема эфиром и присоединяют к экстрактору. Пускают воду в холодильник, и колбу с эфиром нагревают на водяной бане. При этом эфир, находящийся в колбе, испаряется и в виде пара проходит через широкую трубку экстрактора в холодильник, где охлаждается и в виде капель поступает в экстрактор с патроном. При заполнении экстрактора эфиром до верхнего изгиба сифонной трубки последний переливается в колбу, унося с собой жир. В течение 1 ч должно быть 7—9 сливов эфира. Экстракция обычно длится 3—4 ч.

Для полноты извлечения сырого жира с высоким его содержанием (костная, мясокостная мука, мука кормовая рыбная и из морских млекопитающих и ракообразных), время экстракции увеличивается до 10—12 ч. Экстракцию жмыхов и шротов проводят 8 ч. По истечении указанного срока проверяют полноту экстракции. Для этого на часовое стекло или шлиф колбы помещают каплю стекающего из экстрактора растворителя. Если после испарения эфира на часовом стекле или шлифе колбы не останется жира, то значит экстракция проведена полностью.

По окончании экстракции эфир из колбы отгоняют либо с использованием ротационного испарителя, либо на обычном перегонном аппарате с дефлегматором.

Допускается отгонка эфира из колбы в экстрактор. В этом случае патрон удаляют из экстрактора, колбу присоединяют к аппарату Сокслета. После заполнения экстрактора до верхнего изгиба сифонной трубки чистый эфир сливают из экстрактора, который затем вновь присоединяют к аппарату Сокслета и отгоняют оставшийся в колбе эфир.

По окончании отгонки эфира отсоединяют экстрактор, колбу выдерживают на бане до испарения растворителя. Затем в колбу с жиром добавляют 2 $см^3$ ацетона и растворитель вновь упаривают. После испарения растворителя колбу помещают в сушильный шкаф и высушивают при температуре 105 °С в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Последующее взвешивание проводят после повторной сушки в течение 30 мин. Высушивание и взвешивание повторяют до тех пор, пока разность двух последовательных взвешиваний будет не более 0,001 г.

При определении сырого жира в жмыхах и шротах из копры и пальмовых ядер высушивание проводят при температуре 60 °С—70 °С. Первое взвешивание проводят через 1 ч, последующие — через 30 мин.

4.2.1—4.3 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.4 Обработка результатов

Массовую долю сырого жира X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где m_2 — масса колбы с сырым жиром, г;

m_1 — масса пустой колбы, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса пробы, г.

Массовую долю сырого жира X_1, %, на абсолютно сухое вещество вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{X \cdot 100}{100 - W}, \quad (2)$$

где X — массовая доля сырого жира в испытуемой пробе, %;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

W — массовая доля влаги в испытуемой пробе, %, определяют по ГОСТ 27548.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений. Результаты вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений ($d_{абс}$) и между двумя результатами, полученными в разных лабораториях ($D_{абс}$) при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать следующих значений:

$$d_{абс} = 0,05\ \overline{X} + 0,34; \quad (3)$$

$$D_{абс} = 0,09\ \overline{\overline{X}} + 0,62, \quad (4)$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, %;

$\overline{\overline{X}}$ — среднеарифметическое значение результатов двух испытаний, выполненных в разных лабораториях, %.

Допускаемую предельную погрешность результата анализа (Δ_Σ абс.) при односторонней доверительной вероятности $\overline{P} = 0,95$ вычисляют по формуле

$$\Delta_\Sigma \text{ абс.} = 0,05\ \overline{X} + 0,37. \quad (5)$$

Допускается проведение анализа без параллельных определений при наличии в партии испытуемых проб стандартных образцов (СО), если разница между воспроизведенной и аттестованной в СО массовыми долями сырого жира не превышает $\overline{D}$.

$$\overline{D} = 0{,}06X_{атт} + 0{,}34, \quad (6)$$

где $\overline{D}$ — допускаемое отклонение среднего результата анализа стандартного образца от его аттестованного значения, указанного в свидетельстве, %.

$X_{атт}$ — аттестованное значение анализируемого компонента, взятое из свидетельства.

В этом случае (при обязательном проведении выборочного статистического контроля сходимости параллельных) за результат испытания принимают результат единичного определения.

Контрольные анализы образцов испытуемой пробы и анализа СО проводят в 2 параллельных определениях.

5 ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЫРОГО ЖИРА ПО ОБЕЗЖИРЕННОМУ ОСТАТКУ

Метод основан на экстракции сырого жира из взвешенной анализируемой пробы растворителем и взвешивании обезжиренного остатка.

Метод предназначен для испытания всех видов растительных кормов, комбикормов, комбикормового сырья, кормов животного происхождения (метод не распространяется на кормовые дрожжи). Для испытания всех видов кормов в качестве растворителя используют диэтиловый эфир, для испытания кормовой костяной муки и кормовой рыбной муки и из морских млекопитающих и ракообразных наряду с диэтиловым эфиром допускается использовать петролейный эфир. Для испытания хлопковых жмыхов и шротов используют петролейный эфир.

5.1 Аппаратура, материалы и реактивы — по 4.1.

Из фильтровальной бумаги размером 100×90 мм делают пакетики.

5.2 Подготовка к испытанию

5.2.1 Подготовка проб — по 4.2.1.

5.3 Проведение испытания

Пакетик из фильтровальной бумаги обезжиривают в эфире экстракцией в аппарате Сокслета в течение 1 ч, затем помещают в стеклянный бюкс и сушат при температуре 105 °С в течение 1 ч в сушильном шкафу, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. В высушенный и взвешенный пакетик отвешивают 1,0—2,0 г испытуемой пробы с погрешностью не более 0.001 г. Пакетик закрывают, помещают в ту же бюксу и высушивают в сушильном шкафу при температуре 105 °С в течение 3 ч. Затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Приготовленные таким образом 8—12 пакетиков с испытуемой пробой помещают в экстрактор аппарата Сокслета вместимостью 250 см^3 вертикально по 4 пакетика в ряд. В эксикатор наливают эфир так, чтобы он покрывал пакетики. Эфир наливают также и в колбу аппарата Сокслета в таком количестве, чтобы после слива его из экстрактора общий объем растворителя не превышал 2/3 объема колбы. Затем собирают аппарат и оставляют его в таком виде на ночь. Экстракцию проводят на следующий день, предварительно пустив воду в холодильник для охлаждения паров эфира.

Нагревают аппарат Сокслета на водяной бане. При нормальном кипении эфира должно быть 6—7 сливаний в час. Экстракцию проводят 5—8 ч. В образцах с высоким содержанием жира (костная, мясокостная мука, кормовая рыбная мука и из морских млекопитающих и ракообразных), для более полного его извлечения время экстракции увеличивают до 10—12 ч. По окончании экстракции пакетики вынимают из аппарата и раскладывают их так, чтобы дать испариться эфиру, и сушат в тех же бюксах при температуре 105 °С в течение 1 ч. Затем их охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Последующее взвешивание проводят после повторной сушки в течение 30 мин. Сушку и взвешивание повторяют до тех пор, пока разность результатов двух последовательных взвешиваний составит не более 0,001 г.

5.4 Обработка результатов

Массовую долю сырого жира в сухом веществе X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \cdot 100, \quad (7)$$

где m_2 — масса бюксы с пакетиком и навеской до обезжиривания, г;

m_3 — масса бюксы с пакетиком и навеской после обезжиривания, г;

m_1 — масса высушенной бюксы с пакетиком, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений. Результаты вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений ($d_{абс}$), расхождения между двумя результатами, полученными в разных лабораториях ($D_{абс}$), допускаемую предельную погрешность результата анализа (Δ_{Σ} абс.), допускаемое отклонение среднего результата анализа стандартного образца от его аттестованного значения ($\overline{D}$) находят по 4.4.

6 ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЫРОГО ЖИРА ПО ОБЕЗЖИРЕННОМУ ОСТАТКУ В АППАРАТЕ ЭЖ-101

Метод основан на экстракции сырого жира из взвешенной пробы авиационным бензином или нефрасом 50/170 с последующим взвешиванием обезжиренного остатка.

Метод предназначен для испытания всех видов растительных кормов, комбикормов, комбикормового сырья (за исключением кормовых дрожжей) при проведении массовых анализов.

6.1 Аппаратура, материалы и реактивы по 4.1 и дополнительно:

Установка экстракционная ЭЖ-101.

Бензин авиационный или нефрас 50/170 по ГОСТ 8505.

6.2 Подготовка к испытанию

6.2.1 Подготовка проб — по 4.2.1.

6.3 Проведение испытания

Пакетики, сделанные из кусочков фильтровальной бумаги размером 100×90 мм, обезжиривают в бензине экстракцией в аппарате ЭЖ-101 в течение 1 ч, помещают в стеклянные бюксы и сушат при температуре 105 °С в течение 1 ч.

В высушенные и взвешенные пакетики отвешивают 1,0—2,0 г испытуемой пробы с погрешностью не более 0,001 г. Пакетики закрывают, помещают в те же бюксы и высушивают в сушильном шкафу при температуре 105 °С в течение 3 ч. Затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Приготовленные таким образом пакетики с пробой до 100 штук помещают в экстракционную камеру установки ЭЖ-101 и заливают 0,5—0,7 дм^3 бензина. 2,5 дм^3 бензина заливают в резервуар-испаритель, затем закрывают крышкой с встроенным холодильником, пускают воду для охлаждения паров бензина и включают установку в сеть. Пары нагретого бензина конденсируются на холодильнике, и бензин стекает в экстракционную камеру с пакетиками. После заполнения экстракционной камеры бензин поступает по сифонной трубке в резервуар-испаритель, унося с собой жир. Экстракция проводится не менее 6 ч. По окончании экстракции пакетики вынимают из экстракционной камеры и раскладывают так, чтобы дать испариться бензину, и сушат их в тех же бюксах при температуре 105 °С в течение 1 ч. Затем их охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Последующее взвешивание проводят после повторной сушки в течение 30 мин. Сушку и взвешивание повторяют до тех пор, пока разность результатов двух последовательных взвешиваний составит не более 0,001 г.

6.4 Обработка результатов — по 5.4.

Допускаемые расхождения между результатами анализа — по 4.4.

7 ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЫРОГО ЖИРА ПО МАССЕ ИЗВЛЕЧЕННОГО СЫРОГО ЖИРА ПОСЛЕ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО ГИДРОЛИЗА

Метод основан на обработке пробы разбавленной соляной кислотой, извлечении сырого жира из гидролизата растворителем, удалении растворителя и взвешивании извлеченного жира. Метод предназначен для испытания кормовых дрожжей.

7.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,001 г.

Весы лабораторные 3-го и 4-го классов точности* с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104.

Баня водяная.

* Классы точности — по ГОСТ 24104—88.

Сушилка кормов СК-1 или шкаф сушильный лабораторный с погрешностью не более ±2 °С.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Пипетки градуированные 1(2,4,5)—2(10) по ГОСТ 29169, ГОСТ 29227 — ГОСТ 29230.

Испаритель ротационный ИР-1М.

Дефлегматор сложный длиной 25 см.

Колбы ККШ-100-29/32 по ГОСТ 25336.

Холодильник шариковый по ГОСТ 25336.

Воронки делительные вместимостью 100 см³ 2-го класса точности по ГОСТ 25336.

Цилиндр мерный 1(3)-2-50(100) по ГОСТ 1770.

Эфир медицинский (диэтиловый).

Соляная кислота концентрированная по ГОСТ 3118, х.ч., ч.д.а. и разбавленная дистиллированной водой 2:1.

Эфир петролейный (фракция 40—70°).

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 или спирт этиловый технический по ГОСТ 17299.

Ацетон по ГОСТ 2603 или ацетон технический по ГОСТ 2768.

Кальций хлористый технический по ГОСТ 450, предварительно прокаленный при температуре 250 °С—300 °С в течение 2 ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечание — Допускается использовать другую аппаратуру, мерную посуду, имеющую такие же или лучшие метрологические характеристики, а также реактивы по квалификации не ниже отечественных.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

7.2 Подготовка к испытанию

7.2.1 Подготовка проб — по 4.2.1.

7.3 Проведение испытания

В круглодонную колбу вместимостью 100 см³ отвешивают 2 г продукта с погрешностью не более 0,01 г. В колбу добавляют пипеткой 2 см³ этилового спирта. Содержание колбы перемешивают встряхивателем. Добавляют 10 см³ соляной кислоты, разбавленной дистиллированной водой 2:1, и содержимое колбы тщательно перемешивают встряхивателем. Колбу соединяют с обратным холодильником и реакционную смесь нагревают на водяной бане при температуре (75±2) °С в течение 1 ч. Затем в колбу через холодильник добавляют 10 см³ этилового спирта, колбу снимают с бани и оставляют для охлаждения.

После охлаждения содержимое колбы переливают в делительную воронку, смывают остаток гидролизата в колбе диэтиловым эфиром, используя для этой цели 25 см³ растворителя. Смесь в воронке энергично встряхивают, добавляют 25 см³ петролейного эфира и смесь снова встряхивают. В случае образования устойчивой эмульсии в делительную воронку добавляют 10—15 см³ этилового спирта. Содержимое делительной воронки встряхивают и оставляют для расслоения. После расслаивания нижний кислотный слой сливают обратно в круглодонную колбу, а эфирный слой переливают во вторую делительную воронку. Экстракцию липидов из кислотного слоя повторяют еще два раза так, как описано выше, используя каждый раз смесь 15 см³ диэтилового эфира и 15 см³ петролейного эфира. При экстракции кислотный слой сливают каждый раз в круглодонную колбу, а эфирные слои сливают во вторую делительную воронку, в которую перенесли первую порцию растворителей. По окончании экстракции реакционную смесь отбрасывают, а объединенный экстракт подвергают дальнейшей обработке. Экстракт дважды промывают дистиллированной водой порциями по 20 см³. Промывные воды отбрасывают, а экстракт переносят в предварительно взвешенную с погрешностью не более 0,001 г круглодонную колбу вместимостью 100 см³.

Растворитель упаривают на ротационном испарителе при остаточном давлении не ниже 50 мм рт. ст. и температуре водяной бани не выше 35 °С или обычной перегонкой с дефлегматором. Когда весь растворитель испарится, в колбу добавляют 2 см³ ацетона и растворитель упаривают. После испарения растворителя остаток его удаляют при нагревании в сушильном шкафу. Для этого колбу помещают в сушильный шкаф, нагретый до температуры (105±2) °С, и выдерживают 30 мин. Затем колбу переносят в эксикатор и после охлаждения до комнатной температуры взвешивают. Колбу снова помещают в сушильный шкаф, прогревают 15 мин, охлаждают в эксикаторе и взвеши-

вают. Эту процедуру повторяют столько раз, сколько необходимо для доведения колбы с сырым жиром до постоянной массы. Массу считают постоянной, если разница между двумя последовательными взвешиваниями составляет не более 0,001 г. Если масса при последующих взвешиваниях возрастает, то за окончательный результат принимают минимальную массу.

7.4 Обработка результатов — по 4.4.

8 ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

Все работы, связанные с приготовлением растворов кислот, их хранением, следует проводить в вытяжном шкафу. Необходимо строго соблюдать требования техники безопасности при работе на электроприборах, а также правила работы с огнеопасными и легковоспламеняющимися веществами.

УДК 636.085.3:006.354 МКС 65.120 С19 ОКСТУ 9709
9209

Ключевые слова: сырой жир, корма, метод анализа, аппарат Сокслета, диэтиловый эфир, точность анализов

Изменение № 1 ГОСТ 13496.15—97 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания сырого жира

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 24 от 05.12.2003)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 4733

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AZ, AM, BY, KZ, KG, MD, RU, TJ, TM, UZ, UA [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации

Раздел 2. Ссылку на ГОСТ 11992—77 и наименование исключить; ссылку на ГОСТ 24104—88 изложить в новой редакции:

«ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования».

Пункт 4.1. Второй абзац изложить в новой редакции:

«Мельница лабораторная МРП-2 или другие измельчающие устройства кулачкового или ножевого типа, обеспечивающие не более чем за 3 цикла продолжительностью 15 с (с отсеиванием после каждого измельчения) проход не менее 70 % измельченной массы шрота или жмыха с ожидаемой масличностью до 10 % включительно через сито с отверстиями диаметром 0,25 мм или не менее 90 % — для жмыхов с ожидаемой масличностью более 10 % через сито с отверстиями диаметром 0,5 мм»;

четвертый абзац. Заменить значение: 1 мм на «0,25; 0,5 и 1 мм»;

восьмой абзац изложить в новой редакции:

«Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,001 г».

Пункт 4.2.1. Четвертый абзац изложить в новой редакции:

«Комбикорма, жмыхи, шроты, брикеты, гранулы размельчают на измельчающем устройстве кулачкового или ножевого типа, позволяющем не более чем за 3 цикла продолжительностью 15 с (с отсеиванием после каждого измельчения) обеспечить проход не менее 70 % частиц через сито с отверстиями диаметром 0,25 мм для шротов и жмыхов с ожидаемой масличностью не более 10 %, а для жмыхов с ожидаемой маслично-

(Продолжение см. с. 97)

стью выше 10 % обеспечить проход не менее 90 % частиц через сито с отверстиями диаметром 0,5 мм. Остальное комбикормовое сырье и комбикорма измельчают до прохода через сито с отверстиями диаметром 1 мм. Трудно измельчаемый остаток на сите (лузгу, шелуху и т. д.) доизмельчают ножницами или растирают в ступке и присоединяют к проходу и тщательно перемешивают.

Примечание — С целью обмасливания (при измельчении жмыхов и шротов) измельчителя или ступки предварительно измельчают небольшое количество анализируемого продукта, который затем отбрасывают».

Пункт 4.2.2 дополнить абзацами (после пятого):

«Для приготовления патрона фильтровальную бумагу и вату предварительно обезжиривают или в аппарате Сокслета, или в цилиндре с пришлифованной крышкой тем же растворителем, который используют при определении жира.

Перед обезжириванием в аппарате Сокслета фильтровальную бумагу нарезают размером 500 110 мм, свертывают в трубку и перевязывают ниткой. Вату тоже сворачивают в рулон такой же формы и тоже перевязывают ниткой. Затем помещают в разные экстракторы. В колбу аппарата заливают растворитель не более 2/3 объема и присоединяют к холодильнику. Экстракцию проводят 25—30 мин (5—7 сливов экстрагента из экстрактора)»;

шестой абзац до слов «и помещают в стеклянный (мерный) цилиндр» изложить в новой редакции:

«Для обезжиривания бумаги и ваты в цилиндре лист фильтровальной бумаги свертывают в трубку».

Пункт 4.3. Первый абзац после слов «отвешивают 5.0—10,0 г» дополнить словами: «(жмыхов и шротов 8,0—10,0 г)»;

третий абзац дополнить словами: «Экстракцию жмыхов и шротов проводят 8 ч. По истечении указанного срока проверяют полноту экстракции. Для этого на часовое стекло или шлиф колбы помещают каплю стекающего из экстрактора растворителя. Если после испарения эфира на часовом стекле или шлифе колбы не останется жира, то значит экстракция проведена полностью»;

дополнить абзацем (после последнего):

«При определении сырого жира в жмыхах и шротах из копры и пальмовых ядер высушивание проводят при температуре 60—70 °С. Первое взвешивание проводят через 1 ч, последующие — через 30 мин».

Пункт 7.1. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,001 г».

(ИУС № 6 2004 г.)

gost.e-ecolog.ru