МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32044.1— 2012 (ISO 5983-1:2005)

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Определение массовой доли азота и вычисление массовой доли сырого протеина

Часть 1

Метод Къельдаля

(ISO 5983-1:2005, Animal feeding stuffs — Determination of nitrogen content and calculation of crude protein content — Part 1: Kjeldahl method, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности» (ОАО «ВНИИКП») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (ТК 004)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 3 декабря 2012 г. № 54-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 июня 2013 г. № 305-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32044.1—2012 (ISO 5983-1:2005) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2014 г.

5 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту ISO 5983-1:2005 «Корма для животных. Определение содержания и расчет содержания сырого белка. Часть 1. Метод Къельдаля» («Animal feeding stuffs — Determination of nitrogen content and calculation of crude protein content — Part 1: Kjeldahl method», MOD) путем изменения отдельных фраз (слов, значений показателей, ссылок), которые выделены в тексте курсивом.

Техническая поправка ISO 5983-1:2005/Cor.1:2008, принятая после официального издания, внесена в текст стандарта и выделена двойной вертикальной линией на полях слева и справа от соответствующего текста. Обозначение и год принятия технической поправки приведены в скобках после соответствующего текста.

Дополнительные примечания, раздел и приложения выделены полужирным курсивом.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов международным стандартам приведены в приложении ДА.

Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта приведено в дополнительном приложении ДБ

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июнь 2020 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© ISO, 2005 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2014, 2020

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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 2
4 Сущность метода . . . 2
5 Реактивы и материалы . . . 2
6 Оборудование . . . 3
7 Отбор проб . . . 3
8 Подготовка проб . . . 3
9 Проведение испытаний . . . 3
10 Обработка результатов . . . 5
11 Прецизионность . . . 6
12 Протокол испытания . . . 6
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний . . . 8
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов международным стандартам . . . 10
Приложение ДБ (справочное) Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта . . . 11

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Определение массовой доли азота и вычисление массовой доли сырого протеина

Часть 1

Метод Къельдаля

Feeds, mixed feeds and raw material. Determination of mass fraction of nitrogen and calculation of mass fraction of crude protein. Part 1. Kjeldahl method

Дата введения — 2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на корма, комбикорма и комбикормовое сырье и устанавливает определение *массовой доли* азота и *вычисление массовой доли* сырого *протеина* методом Къельдаля.

Примечания

1 Данным методом не определяют окисленные формы азота или гетероциклические соединения азота.

2 Данный метод *не позволяет* различить белковый и небелковый азот.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения).

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

ГОСТ 4145 Реактивы. Калий сернокислый. Технические условия

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

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-1 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ ИСО 5725-2 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ 5833 Реактивы. Сахароза. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ ISO 6498 Корма, комбикорма. Подготовка проб для испытаний

ГОСТ 13496.0 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 16539 Реактивы. Меди (II) оксид. Технические условия

ГОСТ 18300[1)] *Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия*

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

Издание официальное

ГОСТ 18704 Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 21669[1] Комбикорма. Термины и определения

ГОСТ 24104[2] Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25794.1 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru казателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 *Термины и определения*

В настоящем стандарте применены термины *с соответствующими* определениями по ГОСТ *21669* со следующим дополнением:

3.1 ***сырой протеин:*** *Суммарное содержание всех азотистых веществ исследуемой пробы, определяемое по количеству общего азота, умноженному на коэффициент 6,25.*

4 *Сущность метода*

Сущность метода заключается в озолении органического вещества *анализируемой пробы* серной кислотой в присутствии катализатора, *подщелачивании* продукта реакции, отгонке и титровании выделяющегося аммиака, вычислении *массовой доли* азота и *расчете массовой доли* сырого *протеина путем* умножения *полученного* результата на коэффициент *пересчета массовой доли азота на массовую долю сырого протеина, равный 6,25.*

5 Реактивы и материалы

5.1 Калий *сернокислый по ГОСТ 4145.*

5.2 Катализатор по 4.2.1 или 4.2.2.

5.2.1 Оксид меди (II) (CuO) *по ГОСТ 16539.*

5.2.2 *5-водная сернокислая медь* (II) ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) *по ГОСТ 4165.*

5.3 Кислота серная *по ГОСТ 4204 молярной концентрации* $c(H_2SO_4)$ = 18 моль/*дм*^{3}, *плотностью* $\rho_{20}(H_2SO_4)$ = 1,84 г/*см*^{3}.

5.4 Парафин.

5.5 Сахароза *по ГОСТ 5833.*

5.6 Стандартные вещества по 5.6.1 или 5.6.2.

5.6.1 Ацетанилид с точкой плавления 114 °С *и* с массовой долей азота (N) 103,6 г/кг.

5.6.2 Триптофан с точкой плавления 282 °С *и* с массовой долей азота (N) 137,2 г/кг. Перед использованием триптофан *необходимо* высушить.

5.7 *Гидроокись натрия по ГОСТ 4328,* раствор с массовой долей *w*(NaOH) = 33 %.

5.8 *Растворы для поглощения аммиака* по 5.8.1 или 5.8.2.

5.8.1 Кислота серная *стандарт-титр молярной концентрации* $c(H_2SO_4)$ = 0,05 моль/*дм*^{3} или $c(H_2SO_4)$ = 0,125 моль/*дм*^{3}.

5.8.2 Кислота борная *по ГОСТ 18704, раствор* массовой концентрации $c(H_3BO_3)$ = 40 г/*дм*^{3}.

---

[1] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 51848—2001 «Продукция комбикормовая. Термины и определения».

[2] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

5.9 Растворы для титрования:

5.9.1 *Гидроокись* натрия *стандарт-титр молярной концентрации* $c(NaOH) = 0,1$ моль/*дм*^{3} или $c(NaOH) = 0,25$ моль/*дм*^{3}.

5.9.2 Кислота серная *стандарт-титр молярной концентрации* $c(1/2H_2SO_4) = 0,05$ моль/*дм*^{3} *(0,1н)* или $c(H_2SO_4) = 0,125$ моль/*дм*^{3}.

5.10 Индикатор смешанный, *интервал перехода* при 4,4—5,8 ед. pH.

Растворяют 2 г метилового красного и 1 г метиленовой сини в 1000 *см*^{3} *этилового спирта по ГОСТ 18300* объемной долей 95 %.

5.11 Бумага индикаторная.

5.12 Средства для обеспечения равномерного кипения, такие как гранулированная пемза, стеклянные шарики диаметром от 5 до 7 мм или карборундовая крошка, промытые в *концентрированной* соляной кислоте и дистиллированной воде и прокаленные.

Примечания

1 Используемые реактивы *должны быть квалификации х. ч. или ч. д. а.*

2 Реактивы, за исключением стандартных веществ (см. 5.6), практически не должны содержать азотистых соединений.

3 Все растворы готовят на дистиллированной или деионизированной воде *по ГОСТ 6709.*

4 Молярная концентрация растворов для титрования должна быть известна с точностью до четвертого десятичного знака.

5 *Допускается приготовление раствора серной кислоты* $c(1/2\ H_2SO_4) = 0,05$ *моль/дм*^{3} *из концентрированной серной кислоты в соответствии с требованиями ГОСТ 25794.1.*

6 *Оборудование*

Используют обычное лабораторное *оборудование* и, в частности, следующее:

6.1 Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г и допускаемой погрешностью ± 0,001 г.

6.2 Установки для озоления, *отгонки* и титрования *или системы приборов для определения массовой доли азота.*

6.3 pH-метр.

6.4 Цилиндры 1(2, 3, 4)—25(250, 500) по ГОСТ 1770.

7 Отбор проб

Отбор проб — *по ГОСТ 13496.0.*

Поступающая в лабораторию проба *должна быть действительно* представительной, *неповрежденной* и *не претерпевшей* изменений во время транспортирования и хранения.

Пробу хранят *в условиях,* предотвращающих ее порчу и изменение состава.

8 *Подготовка* проб

Подготовка проб — по ГОСТ ISO 6498.

9 *Проведение испытаний*

9.1 Взвешивание анализируемой пробы

Массу *анализируемой* пробы выбирают в соответствии с ожидаемым содержанием азота. Чтобы анализируемая проба содержала от 0,005 до 0,2 г азота, ее масса должна быть более 0,2 г.

Масса *однородных воздушно-сухих* проб должна составлять от 0,5 до 2,0 г, масса *влажных или неоднородных* проб должна составлять от 2,5 до 5,0 г.

9.2 Определение

9.2.1 Озоление органического вещества

Предупреждение. *Испытания* следует выполнять в хорошо вентилируемом вытяжном шкафу или *под хорошо вентилируемым колпаком*, которые устойчивы к воздействию серной кислоты.

Анализируемую пробу количественно переносят в колбу Къельдаля *соответствующего* размера (обычно 800 *см*^{3}).

Добавляют 15 г *сернокислого* калия (*см. 5.1*) *и* катализатор: 0,3 г оксида меди (*см. 5.2.1*) или от 0,9 до 1,2 г *5-водной сернокислой меди* (*см. 5.2.2*).

Добавляют 25 *см*^{3} серной кислоты *молярной концентрации* $c(H_2SO_4) = 18$ *моль/дм*^{3} (*см. 5.3*) на первый грамм сухого вещества *анализируемой пробы* и от 6 до 12 *см*^{3} на каждый дополнительный грамм сухого вещества. Раствор тщательно перемешивают, обеспечивая полное смачивание *анализируемой пробы*.

Устанавливают колбу *наклонно* под углом от 30° до 45° к вертикали. На протяжении всего процесса нагревания колба *должна находиться* в этом положении. *Горло колбы прикрывают поплавком или маленькой стеклянной воронкой для уменьшения улетучивания серной кислоты во время минерализации.*

Колбу нагревают умеренно для предотвращения подъема пены в горло колбы или ее выброса из колбы.

Примечание — Целесообразно добавить противовспенивающий агент, например парафин (*см. 5.4*).

При умеренном нагревании *содержимое колбы* время от времени перемешивают *вращательными движениями колбы* до тех пор, пока масса не обуглится, а пена не исчезнет. Затем нагревают более интенсивно до *равномерного кипения.*

Примечание — Нагрев должен проходить так, чтобы кипящая кислота конденсировалась в середине горла колбы Къельдаля.

Нельзя допускать перегрева стенок колбы, не контактирующих с жидкостью.

Примечание — Если используется открытое пламя, то такой перегрев можно предотвратить, помещая колбу на лист *жаростойкого* материала с отверстием, диаметр которого немного меньше диаметра колбы на уровне жидкости.

После того как жидкость станет прозрачной *бесцветной* (или зеленовато-голубого *оттенка*), *колбу* нагревают еще в течение 2 ч. Затем оставляют остывать. Если продукт озоления начинает затвердевать, добавляют немного воды и перемешивают *круговыми движениями.*

***9.2.2 Отгонка* аммиака**

9.2.2.1 Осторожно добавляют *в колбу Къельдаля* от 250 до 350 *см*^{3} *дистиллированной* воды до полного растворения *осадка.* При необходимости ускоряют растворение, нагревая колбу *на водяной бане.* Перемешивают *круговыми движениями* и оставляют *остывать.* Добавляют немного средства для обеспечения равномерного кипения (*см. 5.12*).

У некоторых специфических проб *осадок* может не полностью раствориться в добавленной воде. В этом случае рекомендуется повторить озоление с меньшей массой *сернокислого* калия (*см. 5.1*).

Далее отгонку аммиака проводят по 9.2.2.2 или 9.2.2.3.

9.2.2.2 В *приемную* колбу *установки* для *отгонки наливают* 25 *см*^{3} серной кислоты (*см. 5.8.1*) *молярной концентрации* $c(H_2SO_4) = 0{,}05$ *моль/дм*^{3} *или* $c(H_2SO_4) = 0{,}125$ *моль/дм*^{3}, выбирая молярную концентрацию в соответствии с ожидаемым содержанием азота в *анализируемой пробе.* Добавляют от 100 до 150 *см*^{3} *дистиллированной* воды *и* несколько капель смешанного индикатора (*см. 5.10*). Продолжают в соответствии с *9.2.2.4.*

9.2.2.3 В *приемную* колбу *установки* для *отгонки наливают* от 100 до 150 *см*^{3} борной кислоты (*см. 5.8.2*). Добавляют несколько капель смешанного индикатора (*см. 5.10*).

Рекомендуется *проводить непрерывное* титрование аммиака по *9.2.3.3* во время *отгонки, так как* это *позволяет определить* конец *дистилляции.*

9.2.2.4 Погружают конец холодильника в жидкость, находящуюся в *приемной* колбе, на глубину около 1 см. Медленно по стенкам приливают в колбу *Къельдаля* 100 *см*^{3} раствора *гидроокиси* натрия *(см. 5.7).* Сразу же подсоединяют эту колбу к *установке* для *отгонки и* нагревают *с такой интенсивностью*, чтобы *за* 30 мин собрать около 150 *см*^{3} дистиллята. *По истечении* этого времени проверяют pH дистиллята на конце холодильника, *используя индикаторную* бумагу (*см. 5.11*). Если реакция щелочная, продолжают *отгонку.*

Примечание — Вынимают холодильник из жидкости непосредственно перед окончанием *отгонки*, чтобы предотвратить противоток.

Если во время *отгонки* с использованием серной кислоты в качестве *поглощающего раствора* содержимое *приемной* колбы становится щелочным, определение *повторяют*, делая соответствующие корректировки.

9.2.3 Титрование

9.2.3.1 Рекомендуется *проводить* титрование с автоматическим указанием конечной точки с помощью pH-метра. В противном случае конечную точку *титрования* определяют по изменению окраски смешанного индикатора, добавленного в *9.2.2.2 или 9.2.2.3*.

9.2.3.2 Если в качестве *поглощающего раствора* используется серная кислота, избыток серной кислоты в *приемной* колбе титруют раствором *гидроокиси* натрия (*см. 5.9.1*) до достижения конечной точки *титрования*, определяемой по pH-метру или изменению окраски раствора с фиолетовой на зеленую.

9.2.3.3 Если в качестве *поглощающего раствора* используется борная кислота, титруют аммиак серной кислотой (*см. 5.9.2*) до достижения конечной точки *титрования*, определяемой по pH-метру или изменению окраски раствора с зеленой на фиолетовую.

Если автоматическое титрование невозможно *(см. 9.2.2.3)*, титрование следует выполнять как можно скорее после завершения *отгонки*, *при этом* температура дистиллята не *должна* превышать 25 °С *с целью* избежания потерь аммиака.

9.3 Контрольный опыт

Контрольный опыт выполняют, используя вместо *анализируемой* пробы приблизительно 1 г сахарозы (*см. 5.5*).

9.4 Проверочный опыт

Проверочный опыт выполняют, определяя содержание азота в ацетанилиде (*см. 5.6.1*) или триптофане (*см. 5.6.2*) после добавления 1 г сахарозы.

Если анализируемые пробы *озоляются* легко, *то используют* ацетанилид, *в противном случае* — триптофан.

Извлечение азота *при озолении* ацетанилида должно составлять *не менее* 99,5 %, *при озолении* триптофана — *не менее* 99,0 %.

10 *Обработка результатов*

10.1 Вычисление массовой доли азота

10.1.1 Вычисление массовой доли азота при отгонке аммиака в серную кислоту

Массовую долю азота в *анализируемой пробе*, W_{N_1}, *г/кг*, *вычисляют по формуле*

$$W_{N_1} = \frac{(V_0 - V_1)\ c_1 \cdot M}{m}, \qquad (1)$$

где V_0, V_1 — объемы растворов *гидроокиси* натрия, *использованные для титрования в* контрольном опыте и при испытании пробы соответственно, *см*^{3};

c_1 — *молярная* концентрация раствора *гидроокиси* натрия, используемого для титрования, моль/*дм*^{3};

M — молярная масса азота (M = 14 г/моль), г/моль;

m — масса *анализируемой* пробы, г.

Результат записывают с точностью до 1 г/кг или 0,1 % (массовая доля).

(ISO 5983-1:2005/Cor.1:2008)

10.1.2 Вычисление массовой доли азота при отгонке аммиака в борную кислоту

Массовую долю азота в *анализируемой* пробе, W_{N_2}, *г/кг*, *вычисляют по формуле*

$$W_{N_2} = \frac{2(V_3 - V_2) \cdot c_2 \cdot M}{m}, \qquad (2)$$

где 2 — *коэффициент*;

V_3, V_2 — объемы серной кислоты, *использованные для титрования при* испытании пробы и *в* контрольном опыте соответственно, *см*^{3};

c_2 — *молярная* концентрация серной кислоты, используемой для титрования, моль/*дм*^{3};

M — молярная масса азота (M = 14 г/моль), г/моль;

m — масса *анализируемой* пробы, г.

Результат записывают с точностью до 1 г/кг или 0,1 % (массовая доля).

(ISO 5983-1:2005/Cor.1:2008)

10.2* Расчет *массовой доли* сырого *протеина

Массовую долю сырого *протеина в анализируемой пробе*, $W_{пр}$, *г/кг*, рассчитывают по формуле

$$W_{пр} = 6{,}25 \cdot W_N, \qquad (3)$$

где *6,25* — *коэффициент пересчета массовой доли азота на массовую долю сырого протеина;*
W_N — массовая доля азота в анализируемой пробе (W_{N_1} *или* W_{N_2}), г/кг.

Массовую долю сырого *протеина в анализируемой пробе*, $W_{пр}$, %, рассчитывают по формуле

$$W_{пр} = 6{,}25 \cdot W_N \cdot 0{,}1, \qquad (4)$$

где *6,25* — *коэффициент пересчета массовой доли азота на массовую долю сырого протеина;*
W_N — массовая доля азота в анализируемой пробе (W_{N_1} *или* W_{N_2}), г/кг;
0,1 — *коэффициент пересчета единиц массовой доли, грамм на килограмм на процент.*

Результат записывают с точностью до 1 г/кг или 0,1 % (массовая доля).

(ISO 5983-1:2005/Cor.1:2008)

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторные испытания

Результаты межлабораторных испытаний *в отношении* прецизионности метода *определения массовой доли сырого протеина приведены* в приложении А. Значения, полученные в этих испытаниях, не могут быть *применены к образцам*, отличающимся от *описанных в настоящем стандарте и содержащим другую массовую долю сырого протеина.*

11.2 Повторяемость *(сходимость)*

Абсолютное расхождение между результатами двух *отдельных* независимых испытаний, полученными одним и тем же методом на *одной лабораторной* пробе в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором на одном и том же *экземпляре* оборудования в *течение* короткого промежутка времени, не должно превышать более чем в 5 % случаев предел повторяемости, r, %, рассчитанный по формуле

$$r = 0{,}3 + 0{,}008 \cdot W_{пр}, \qquad (5)$$

где 0,3 — постоянная величина, %;
0,008 — коэффициент;
$W_{пр}$ — *среднеарифметическое значение* результатов двух *параллельных* определений *массовой доли* сырого *протеина*, %.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух *отдельных* испытаний, полученными одним и тем же методом на одной *лабораторной* пробе в разных лабораториях разными операторами на различных *экземплярах* оборудования, не *должно* превышать более чем в 5 % случаев предел воспроизводимости, R, %, рассчитанный по формуле

$$R = 1{,}3 + 0{,}027 \cdot W_{пр}, \qquad (6)$$

где 1,3 — постоянная величина, %;
0,027 — коэффициент;
$W_{пр}$ — *среднеарифметическое значение* результатов двух *параллельных* определений *массовой доли* сырого *протеина*, %.

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать следующее:
- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

- используемый метод отбора проб, если известен;
- используемый метод *испытания* со ссылкой на *настоящий* стандарт;
- все *обстоятельства*, *не указанные в настоящем* стандарте или *рассматриваемые* как необязательные, которые могли повлиять на результат(ы) испытания;
- полученный результат испытания или *среднеарифметическое значение* двух испытаний, если проверена повторяемость.

Приложение А
(*справочное*)

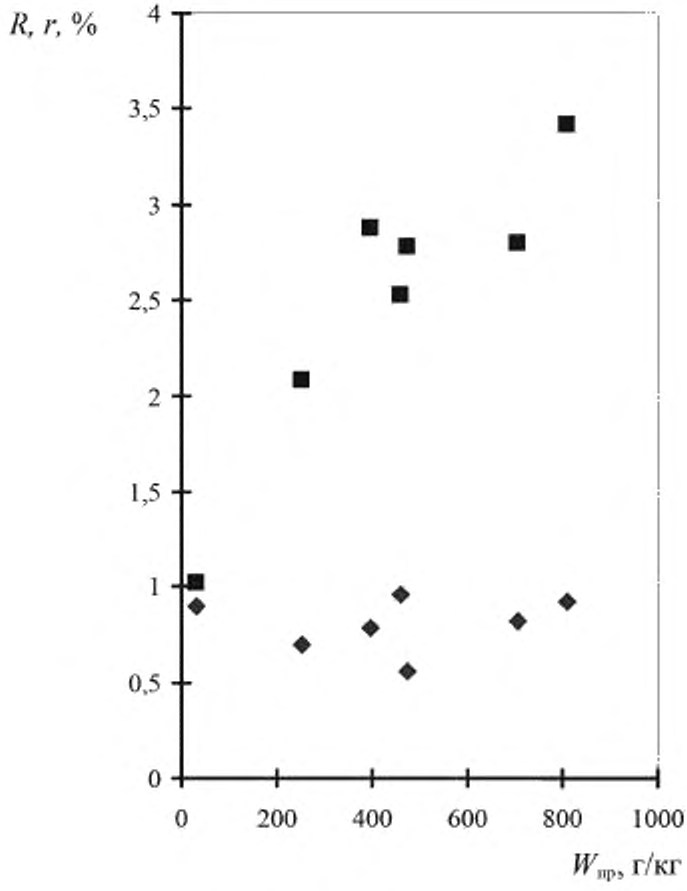
Результаты межлабораторных испытаний

Прецизионность метода была *установлена в ходе межлабораторных испытаний*, *выполненных* в соответствии с *ГОСТ ИСО 5725-1*. Окончательный статистический анализ был выполнен в соответствии с *ГОСТ ИСО 5725-2*. В испытаниях приняло участие 25 лабораторий. Были исследованы *следующие* пробы: рыбная мука — 1, кукурузный глютеновый корм — 2, дрожжи — 3, премикс — 4, *комбикорм*-концентрат — 5, *комбикорм*-концентрат — 6, комбикорм для завершающего откорма — 7.

Таблица А.1 — Статистические результаты межлабораторных испытаний

Наименование показателя	*Значение показателя для* проб						
	1	2	3	4	5	6	7
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	23	23	22	17	23	23	23
Среднее *значение массовой доли* сырого *протеина* (на *абсолютно* сухое вещество), %	70,5	81,1	5,9	3,0	39,6	47,5	25,3
Среднее квадратическое отклонение повторяемости, s_r, %	0,29	0,33	0,34	0,06	0,28	0,20	0,24
Относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости, %	0,41	0,41	0,75	1,85	0,7	0,42	0,93
Предел повторяемости, r ($r = 2{,}8 \cdot s_r$), %	0,82	0,92	0,96	0,16	0,78	0,56	0,66
Значение Хоррата*	0,3	0,3	0,5	0,9	0,5	0,3	0,7
Среднее квадратическое отклонение воспроизводимости, S_R, %	1,00	1,22	0,90	0,37	1,03	0,97	0,74
Относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости, %	1,42	1,5	1,96	12,1	2,59	2,03	0,94
Предел воспроизводимости, R ($R = 2{,}8 \cdot S_R$), %	2,80	3,42	2,53	1,02	2,88	2,78	2,08
Значение Хоррата*	0,7	0,7	1,2	3,8	1,2	0,9	1,3

* Значение Хоррата, равное 1, обычно указывает на удовлетворительную прецизионность, в то время как значение более 2 указывает на неудовлетворительную прецизионность; т. е. на прецизионность, *нестабильную* для большинства аналитических результатов, или если полученное отклонение больше ожидаемого для определенного типа используемого метода *[3]*, *[4]*.



$W_{ср}$ — *среднеарифметическое значение* результатов двух *параллельных* определений *массовой доли* сырого *протеина*, г/кг;
r R -- параметры прецизионности, %; ♦ -- предел повторяемости, *r*, ■ — предел воспроизводимости, *R*

Рисунок А.1 — Соотношение между параметрами прецизионности (*r, R*) и *среднеарифметическим значением массовой доли* сырого *протеина* ($W_{пр}$) двух *параллельных* определений

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов международным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование международного стандарта
ГОСТ ISO 5725-1	IDT	ISO 5725-1:1994[1)] «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерения. Часть 1. Общие принципы и определения»
ГОСТ ISO 5725-2	IDT	ISO 5725-2:1994[2)] «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерения. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения»
ГОСТ ISO 6498	MOD	ISO 6498 «Корма для животных. Приготовление проб для испытания»

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:
- IDT — идентичные стандарты;
- MOD — модифицированный стандарт.

[1)] Заменен на ISO 5725-1:2019.

[2)] Заменен на ISO 5725-2:2019.

Приложение ДБ
(справочное)

Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта

Таблица ДБ.1

Структура международного стандарта			Структура межгосударственного стандарта		
подраздел	пункт	подпункт	подраздел	пункт	подпункт
Раздел 1			Раздел 1		
Раздел 2			Раздел 2		
—			Раздел 3		
Раздел 3			Раздел 4		
Раздел 4			Раздел 5		
4.1			—		
4.2	4.2.1		—	—	
	4.2.2			—	
4.3			—		
4.4			—		
4.5			—		
4.6	4.6.1		—	—	
	4.6.2			—	
4.7			—		
4.8	4.8.1		—	—	
	4.8.2				
4.9	4.9.1		—	—	
	4.9.2			—	
4.10			—		
4.11			—		
4.12			—		
Раздел 5			Раздел 6		
5.1			—		
5.2			—		
Раздел 6			Раздел 7		
Раздел 7			Раздел 8		
Раздел 8			Раздел 9		
8.1			—		
8.2			9.1		
8.3	8.3.1		9.2	9.2.1	
	8.3.2	8.3.2.1		9.2.2	9.2.2.1
		8.3.2.2			9.2.2.2
		8.3.2.3			9.2.2.3
		8.3.2.4			9.2.2.4
	8.3.3	8.3.3.1		9.2.3	9.2.3.1
		8.3.3.2			9.2.3.2
		8.3.3.3			9.2.3.3
8.4			9.3		
8.5			9.4		
Раздел 9			Раздел 10		

Окончание таблицы ДБ.1

Структура международного стандарта			Структура межгосударственного стандарта		
подраздел	пункт	подпункт	подраздел	пункт	подпункт
9.1	9.1.1		10.1	10.1.1	
	9.1.2			10.1.2	
	9.1.3			10.1.3	
Раздел 10			Раздел 11		
10.1			11.1		
10.2			11.2		
10.3			11.3		
Раздел 11			Раздел 12		
Приложение А			Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний		
—			Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов международным стандартам		
—			Приложение ДБ (справочное) Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта		
Библиография			—		

Примечания

1 В настоящий стандарт введен раздел 3 «Термины и определения» в соответствии с требованиями ГОСТ 1.5—2001.

2 В разделах 5, 6 настоящего стандарта не проводится деление на подразделы для упрощения структуры межгосударственного стандарта.

3 В настоящий стандарт не включен подраздел 8.1 ИСО 5983-1:2005, т. к. он включает общие требования для всех пищевых и сельскохозяйственных продуктов.

4 Настоящий стандарт дополнен справочными приложениями ДА и ДБ в соответствии с требованиями к межгосударственному стандарту, модифицированному с международным стандартом ИСО.

УДК 636.085.3:006.354 МКС 65.120

Ключевые слова: корма, комбикорма, комбикормовое сырье, массовая доля азота, массовая доля сырого протеина, метод Къельдаля, озоление, отгонка, титрование

Редактор переиздания *Д.А. Кожемяк*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.П. Комарова*
Компьютерная верстка *Д.В. Кардановской*

Сдано в набор 08.06.2020. Подписано в печать 16.06.2020. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,60.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов.
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru