МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 13906— 2013

КОРМА ДЛЯ ЖИВОТНЫХ

Определение содержания кислотно-детергентной клетчатки (КДК) и кислотно-детергентного лигнина (КДЛ)

(ISO 13906:2008, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт кормов имени В.Р. Вильямса» Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВИК Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 июня 2013 г. № 57-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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 13906:2008 Animal feeding stuffs — Determination of acid detergent fibre (ADF) and acid detergent lignin (ADL) contents [Корма для животных. Определение содержания кислотно-детергентной клетчатки (КДК) и кислотно-детергентного лигнина (КДЛ)].

Международный стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 34 «Food products», подкомитетом SC 10 «Animal feeding stuffs» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в национальных (государственных) органах по стандартизации указанных выше государств.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31 октября 2013 г. № 1321-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 13906—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2015 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2014

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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 1
4 Сущность метода . . . 2
5 Реактивы . . . 2
6 Оборудование . . . 2
7 Отбор проб . . . 3
8 Подготовка испытуемой пробы . . . 3
9 Проведение испытания . . . 4
10 Обработка результатов анализа . . . 5
11 Прецизионность . . . 6
12 Отчет об испытании . . . 8
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний . . . 9
Приложение В (справочное) Результаты межлабораторных испытаний . . . 12
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам . . . 15
Библиография . . . 16

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОРМА ДЛЯ ЖИВОТНЫХ

Определение содержания кислотно-детергентной клетчатки (КДК) и кислотно-детергентного лигнина (КДЛ)

Animal feeding stuffs. Determination of acid detergent fibre (ADF) and acid detergent lignin (ADL) contents

Дата введения — 2015—07—01

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Применение настоящего стандарта может включать в себя опасные материалы, операции и оборудование. Настоящий стандарт не ставит целью решить все проблемы, угрожающие безопасности, связанные с его применением. При использовании настоящего стандарта пользователь самостоятельно несет ответственность за установление соответствующих правил безопасности и охраны здоровья, а также определения применимости ограничений, налагаемых местными регламентами.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения нерастворимого остатка кислотно-детергентной клетчатки (КДК) и кислотно-детергентного лигнина (КДЛ) во всех видах кормов для животных.

Предел определения составляет 1 % (массовая доля) для КДК и 1,5 % (масссовая доля) для КДЛ.

Используются гравиметрический рабочий и контрольный методы.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы следующие нормативные ссылки. Для датированных ссылок действительно только указанное издание. В случае недатированных ссылок используется последняя редакция документа, на который дается ссылка (включая все изменения).

ISO 6498:2012[1)] Animal feeding stuffs — Guidelines for sample preparation (Корма для животных. Руководящие указания по приготовлению проб для испытания)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте используются следующие термины с соответствующими определениями.

3.1 **содержание кислотно-детергентной клетчатки** (содержание КДК): Массовая доля остатка, содержащего клетчатку, полученного после обработки раствором детергента катионного типа в серной кислоте молярной концентрации 0,5 моль/дм^3 и состоящего из целлюлозы, лигнина и нерастворимых протеиновых комплексов.

Примечание — Массовая доля КДК выражается в процентах.

3.2 **содержание кислотно-детергентного лигнина** (содержание КДЛ): Массовая доля остатка, полученного после растворения целлюлозы и другого органического вещества раствором серной кислоты массовой долей 72 % (12 моль/дм^3).

Примечание — Массовая доля КДЛ выражается в процентах.

[1)] Действует взамен ISO 6498:1998 Animal feeding stuffs. Preparation of test samples.

Издание официальное

4 Сущность метода

На первом этапе анализа определяют содержание КДК, после чего, используя остаток КДК, определяют КДЛ.

Раствор катионного детергента используют для удаления углеводов, гидролизующихся в растворе кислоты, протеина, не связанного в виде продуктов реакции Майяра (не поврежденных теплом) и жиров. Волокнистый остаток после этого представляет собой целлюлозу и лигнин (продукты растительного происхождения) и нерастворимые протеиновые комплексы (содержащиеся в кормах животного происхождения и в поврежденных теплом кормах). Остаток взвешивают для определения КДК.

На втором этапе анализа остаток обрабатывают раствором серной кислоты массовой долей 72 % (12 моль/дм^3), оставляя КДЛ, который определяют гравиметрическим методом.

5 Реактивы

Используют только реактивы признанного аналитического качества, если не указано иное, и только дистиллированную или деионизированную воду, или воду равноценной степени чистоты.

5.1 Раствор кислотного детергента

Вносят 20 г цетил триметил аммония бромида (технической чистоты) в 1 дм^3 предварительно калиброванного раствора серной кислоты молярной концентрации 0,5 моль/дм^3 и перемешивают до растворения.

5.2 Раствор серной кислоты массовой долей 72 % (12 моль/дм^3)

Раствор серной кислоты (H_2SO_4) с относительной плотностью 1,634 при 20 °С или молярной концентрацей 12 моль/дм^3 готовят следующим образом.

Вычисляют массу в граммах кислоты $m(H_2SO_4)$ и массу в граммах воды $m(H_2O)$, необходимых для приготовления 1000 см^3 раствора, по формулам (1) и (2):

$$m(H_2SO_4) = \frac{100 \cdot 98{,}08 \cdot 12}{w(H_2SO_4)}, \quad (1)$$

где $w(H_2SO_4)$ — определенная массовая доля серной кислоты, выраженная в процентах;

$$m(H_2O) = 1000 \cdot 1{,}634 - m(H_2SO_4), \quad (2)$$

где 1,634 — относительная плотность 72 %-ного (по массе) раствора серной кислоты.

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 добавляют установленную массу воды и в нее при периодическом помешивании круговыми движениями медленно добавляют рассчитанное количество серной кислоты. Охлаждают до температуры 20 °С и проверяют объем. Мениск должен располагаться в пределах 0,5 см от метки мерной колбы при температуре 20 °С. Если объем слишком большой, отбирают 5 см^3 воды и добавляют 4,55 см^3 серной кислоты. Если объем слишком мал, отбирают 1,5 см^3 и добавляют 2,5 см^3 воды. При необходимости повторяют процедуру.

5.3 Вспомогательное средство для фильтрования, диатомитовая земля[1)].

5.4 Ацетон технической чистоты.

5.5 н-октанол, противопенное средство.

6 Оборудование

Используют обычное лабораторное оборудование, в частности, следующее.

6.1 Аналитические весы

6.1.1 Весы аналитические с точностью взвешивания 1 мг.

6.1.2 Весы аналитические с пределом взвешивания до 2500 г для взвешивания серной кислоты (см. 5.2).

6.2 Мельница типа «циклон» или режущая мельница, или роторная мельница, или равноценная им, обеспечивающая средний размер частиц от 0,22 мм до 0,26 мм.

[1)] Целит, промытый кислотой, и целит 545 AW являются примерами подходящей продукции, имеющейся в продаже. Эта информация предоставляется для удобства пользователей настоящего стандарта и не указывает на предпочтение, оказываемое этим продуктам. Допускается использовать другие продукты, если они дают аналогичные результаты.

6.3 Сушильный шкаф

6.3.1 Шкаф сушильный с воздушной вентиляцией, обеспечивающий поддержание температуры (105 ± 2) °С или (130 ± 2) °С.

6.3.2 Шкаф сушильный с воздушной вентиляцией, обеспечивающий поддержание температуры (60 ± 2) °С.

Для ускорения сушки влажных проб и исключения образования искусственной клетчатки допускается использовать вакуумный сушильный шкаф, обеспечивающий поддержание температуры (60 ± 2) °С.

6.4 Установка для кипячения с обратным холодильником с индивидуальными нагревателями и холодильниками с водяным охлаждением. Допускается использовать любую подходящую установку для определений сырой клетчатки или обработанной амилазой нейтрально-детергентной клетчатки (аНДК). Устанавливают мощность нагревателей, обеспечивающую закипание 50 см^3 воды в течение 4—5 мин при использовании водяных холодильников. Допускается использовать прибор типа Fibertec[1)], на котором 50 см^3 воды закипает в течение 10 мин.

Примечание — Данные условия обеспечивают ускорение движения частиц при кипячении.

6.5 Тигли с дисками из фриттового стекла. Тигли вместимостью 40—50 см^3 крупной пористости (размер диаметра пор 40—60 мкм) или тигли типа Fibertec[1)] (размер диаметра пор 40—100 мкм, вместимостью 26—28 см^3). Новые тигли моют и прокаливают при температуре (525 ± 15) °С в течение 1 ч. Использованные тигли после применения вновь прокаливают при температуре (525 ± 15) °С в течение 3 ч, удаляя золу путем инвертирования в растворе детергента и обработке ультразвуком в течение 7—10 мин. Споласкивают тигли горячей водой и замачивают в воде не менее чем на 30 мин.

Периодически проверяют скорость фильтрования следующим образом. Наполняют каждый тигель дистиллированной водой объемом 50 см^3 (25 см^{3}для тиглей типа Fibertec P2[1)]) и записывают время, необходимое до полного просушивания без вакуума [необходимое время должно составлять (180 ± 60) с для тиглей Гуча (Gooch[1)]) или (75 ± 30) с для тигля P2]. Если время полной фильтрации менее 100 с (или менее 30 с для P2), тигель бракуют. Если время менее 120 с (или менее 45 с для тигля P2), проверяют диск из фриттового стекла на наличие трещин. Если фильтрование занимает более 240 с (или более 105 с для тигля P2), тигель моют кислотным или щелочным моющим средством [1]. Если промывание не улучшает скорость фильтрования, тигель бракуют.

6.6 Вакуумный воздушный фильтр или другое подходящее устройство (например, блок холодной экстракции типа Fibertec[1)]), позволяющее эффективно промыть остаток клетчатки.

6.7 Печь муфельная для озоления с температурой (525 ± 15) °С.

6.8 Колбы с обратными холодильниками для кипячения. Вместо установки для кипячения с обратным холодильником (см. 6.4) допускается использовать колбы Берцелиуса вместимостью 600 см^3 или круглодонные колбы вместимостью 500 см^3; с обратными холодильниками.

7 Отбор проб

В лабораторию должна быть представлена репрезентативная проба, которая не подвергалась повреждению или изменению в процессе транспортирования или хранения.

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб описан в [2].

8 Подготовка испытуемой пробы

Подготовка испытуемой пробы по ISO 6498.

Лабораторную пробу сокращают до 100 г (в расчете на сухое вещество), половину пробы помещают во влагонепроницаемую герметичную емкость для определения содержания общей влаги. Оставшуюся часть пробы (влажностью более 15 %) высушивают в сушильном шкафу (6.3.2) до снижения массовой доли влаги до 15 % при температуре не более 60 °С. Сушат при температуре не более 60 °С для предотвращения образования искусственной клетчатки и лигнина. Высушенные испытуемые пробы (массовая доля влаги не более 15 %) размалывают на мельнице (6.2). Крупные наиболее волокнистые частички размалывают в последнюю очередь. Материал, не прошедший через сито и оставшийся в измельчителе, присоединяют к размолотой испытуемой пробе.

[1)] Пример подходящей продукции, имеющейся в продаже. Эта информация предоставляется для удобства пользователей настоящего стандарта и не указывает на предпочтение, оказываемое этим продуктам.

Для проб, содержащих массовую долю жира не менее 10 %, требуется предварительная экстракция, для проб с массовой долей жира не менее 5 % предварительная экстракция рекомендуется.

Испытуемые пробы взвешивают в предварительно тарированных, высушенных в шкафу тиглях, которые помещают на фильтровальное устройство, и четыре раза экстрагируют пробы ацетоном объемом по 30—40 см^3, оставляя каждый раз пробу погруженной в ацетон на время 3—5 мин, вакуумируют для полного удаления следов ацетона, сушат на воздухе в течение 10—15 мин и остаток переносят в колбу с обратным холодильником для определения содержания клетчатки. Тот же тигель используют для отбора остатка клетчатки для каждой анализируемой пробы после экстракции кислотным детергентом.

При использовании установки типа Fibertec[1)] тигель помещают в блок холодной экстракции, добавляют в него 25 см^3 ацетона, оставляют на 3—5 мин, после чего фильтруют с помощью вакуума. Промывание ацетоном повторяют три раза.

Примечание — Для облегчения фильтрования в тигель, до помещения в него пробы, добавляют 1,00 г вспомогательного средства для фильтрования (5.3).

9 Проведение испытания

9.1 КДК

9.1.1 Общие положения

Пустые тигли сушат в сушильном шкафу (6.3.1) при температуре (103 ± 2) °С в течение не менее 4 ч (1 ч, если тигель взят из муфельной печи [6.7 (после прокаливания)] и записывают взвешенную массу m_1.

9.1.2 Установка

В колбу Берцелиуса (6.8) переносят высушенную испытуемую пробу или пробу с влажностью при поступлении массой (1000 ± 2) мг и записывают ее массу как m_2.

Массу пробы продуктов с влажностью более 15 % устанавливают исходя из расчета содержания в них влаги, для того чтобы масса их пробы была такой же, как и у проб с влажностью не более 15 %. Если требуется выразить результаты в расчете на сухое вещество, одновременно с взятием пробы для анализа в испытуемой пробе определяют содержание влаги.

Непосредственно перед нагреванием с обратным холодильником добавляют 100 см^3 раствора кислотного детергента (5.1). Нагревают до закипания в течение 5—10 мин и, если необходимо, слегка убавляют нагрев и добавляют 2—4 капли н-октанола (5.5), чтобы избежать вспенивания, обеспечивая при этом умеренное перемешивание частиц. Через 5—10 мин кипения споласкивают стенки колбы тонкой струйкой раствора кислотного детергента (добавляют не более 5 см^3). Кипятят в течение (60 ± 5) мин с момента закипания.

Снимают колбы с нагревателей, перемешивают круговыми движениями и фильтруют в тигель (6.5). Не переворачивая колбу, тонкой струйкой кипящей воды смывают все частицы в тигель. Удаляют кислотный детергент и воду из тигля с помощью минимального вакуума. Перекрывают вакуум и приливают в тигель примерно 40 см^3 воды с температурой от 90 °С—100 °С, разрушают перемешиванием уплотненный при фильтровании остаток и оставляют на 3—5 мин. Повторяют промывание водой дважды и сушат вакуумом. Споласкивают боковые стенки и дно тигля, чтобы убедиться, что все следы кислоты удалены (остатки кислоты концентрируются при сушке и вызывают обугливание остатка и при этом занижаются значения содержания клетчатки).

Добавляют 30—40 см^3 ацетона (5.4), перемешивают для размельчения всех кусочков и полного смачивания всех частиц ацетоном, оставляют на 3—5 мин и повторяют до полного обесцвечивания (обычно двух циклов промывания ацетоном бывает достаточно). Остатки ацетона удаляют с помощью вакуума, сушат в течение более 5 ч, желательно в течение ночи, при температуре (103 ± 2) °С в сушильном шкафу с воздушной вентиляцией (6.3.1), охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Записывают полученную массу как m_3.

9.1.3 Установка типа Fibertec[1)]

В предварительно высушенный тигель (6.5) с известной массой m_1 переносят высушенную испытуемую пробу или пробу с влажностью при поступлении массой (1000 ± 2) мг г и регистрируют массу как m_2. Для облегчения фильтрования в тигель до помещения в него испытуемой пробы добавляют 1 г средства для фильтрования (5.3). Тигель помещают в блок горячей экстракции установки Fibertec и добавляют 100 см^3 раствора кислотного детергента (5.1), вносят 2—4 капли н-октанола (5.5) для предотвраще-

[1)] Пример подходящей продукции, имеющейся в продаже. Эта информация предоставляется для удобства пользователей настоящего стандарта и не указывает на предпочтение, оказываемое этим продуктам.

ния образования пены и нагревают до закипания. Регулируют нагреватель и кипятят в течение (60 ± 5) мин. Время засекают с момента закипания. Удаляют раствор кислого детергента и трижды промывают водой при температуре 90 °С—100 °С. Используют порции воды по 30 см^3 и вакуумную сушку между промываниями.

Тигель помещают в блок холодной экстракции, наливают в тигель 25 см^3 ацетона (5.4) и фильтруют. Повторяют процедуру еще раз. Выпаривают растворитель и сушат тигли при температуре (130 ± 2) °С в течение 2 ч или при температуре (105 ± 2) °С в течение не менее 5 ч. Охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,0001 г. Записывают массу как m_3.

9.2 КДЛ

9.2.1 Установка

Тигель, содержащий КДЛ, ставят в стакан вместимостью 50 см^3 (для поддерживания тигля) или тигли ставят в неглубокий эмалированный лоток. В тигель приливают раствор серной кислоты (5.2), охлажденный до 15 °С, в количестве, достаточном, чтобы покрыть содержимое тигля, и перемешивают стеклянной палочкой до образования однородной пасты, разбивая все комочки. В тигель примерно до его половины добавляют раствор кислоты и перемешивают. Стеклянную палочку оставляют в тигле; снова наполняют раствором серной кислоты (5.2), охлажденной до 15 °С, и перемешивают по мере стекания кислоты каждый час, поддерживая температуру 20 °С—23 °С (при необходимости охлаждают). Спустя 3 ч фильтруют с помощью вакуума и промывают горячей водой до исчезновения кислоты по лакмусовой бумаге. Споласкивают стенки тигля и удаляют стеклянную палочку. Сушат тигель при температуре (130 ± 2) °С в течение 2 ч или при температуре (105 ± 2) °С в течение не менее 5 ч. Охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Записывают массу как m_4. Прокаливают тигель при температуре (525 ± 15) °С в течение не менее 3 ч или пока он не освободится от частичек угля. Охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Записывают массу как m_5.

9.2.2 Установка типа Fibertec[1)]

Помещают в тигель стеклянную палочку для перемешивания. Добавляют 25 см^3 раствора серной кислоты (5.2), охлажденной до 15 °С. Перемешивают каждый час стеклянной палочкой и спустя 3 ч фильтруют. Также используют противодавление для разбивания комочков. Промывают водой до освобождения от кислоты. Сушат тигли при температуре (130 ± 2) °С в течение 2 ч или при температуре (105 ± 2) °С в течение не менее 5 ч. Охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Записывают массу как m_4. Прокаливают тигель при температуре (525 ± 15) °С в течение не менее 3 ч или пока он не освободится от частичек угля. Охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Записывают массу как m_5.

9.3 Обеспечение качества измерений

9.3.1 В каждую серию анализов включают не менее одного образца внутреннего контроля или образца контроля качества (КК) и два холостых опыта для первых 20—30 образцов и добавляют один КК и один холостой опыт на каждые дополнительные 20—30 анализируемых проб.

9.3.2 Включают один набор, состоящий из двух повторностей, в каждую серию испытаний при проведении единичного определения. Повторности не должны анализироваться последовательно, одну анализируют вначале, другую в конце серии.

9.3.3 Изменение массы холостых тиглей после экстракции или прокаливания должно быть не более 0,0100 г. Если массы холостых тиглей изменяются более чем на 10 мг или массы тиглей после озоления получаются меньше, чем массы пустых тиглей, значит, тигли были очищены недостаточно или имелись нарушения правил взвешивания на аналитических весах.

10 Обработка результатов анализа

10.1 КДК

Массовую долю КДК, в процентах, в пробе с влажностью при поступлении w_1 вычисляют по формуле (3) или массовую долю КДК, в процентах, в сухом веществе w_2 вычисляют по формуле (4).

Для проб, которые не подвергались высушиванию (испытуемая проба имеет такую же влажность, как и лабораторная проба):

$$w_1 = 100\,\frac{m_3 - m_1 - \overline{m}_{b2} - \overline{m}_{b1}}{m_2} \qquad (3)$$

[1)] Пример подходящей продукции, имеющейся в продаже. Эта информация предоставляется для удобства пользователей настоящего стандарта и не указывает на предпочтение, оказываемое этим продуктам.

Для просушенных проб (лабораторную пробу сушат для получения пробы для анализа):

$$w_2 = 100\,\frac{m_3 - m_1 - \overline{m}_{b2} - \overline{m}_{b1}}{m_2 w_d}, \quad (4)$$

где m_1 — масса тигля, г;

m_2 — масса испытуемого образца, г;

m_3 — масса тигля и остатка, г;

$\overline{m}_{b2}$ — средняя масса всех холостых опытов после высушивания в сушильном шкафу перед экстракцией кислотным детергентом, г;

$\overline{m}_{b2}$ — средняя масса всех холостых опытов после высушивания в сушильном шкафу после экстракции кислотным детергентом, г;

w_d — массовая доля сухого вещества, деленная на 100, %.

10.2 КДЛ

Массовую долю КДЛ (H_2SO_4 лигнин), в процентах, в пробе с влажностью при поступлении w_3 вычисляют по формуле (5) и массовую долю КДЛ (H_2SO_4 лигнин), в процентах, в сухом веществе w_4 вычисляют по формуле (6).

Для проб, которые не подвергались высушиванию (испытуемая проба имеет такую же влажность, как и лабораторная проба)

$$w_3 = 100\,\frac{m_4 - m_5 - \overline{m}_{b3} - \overline{m}_{b4}}{m_2}, \quad (5)$$

Для просушенных проб (лабораторную пробу сушат для получения образца для анализа)

$$w_4 = 1000\,\frac{m_4 - m_5 - \overline{m}_{b3} - \overline{m}_{b4}}{m_2 w_d}, \quad (6)$$

где $\overline{m}_{b3}$ — средняя масса всех холостых опытов после сушки перед прокаливанием, г;

$\overline{m}_{b4}$ — средняя масса всех холостых опытов после сушки после прокаливанием, г;

m_4 — масса тигля и остатка после сушки, г;

m_5 — масса тигля после прокаливания, г.

10.3 Выражение результатов анализа

Массовую долю результатов выражают с точностью до 0,1 %, а результаты не более 1,0 % КДК или не более 1,5 % КДЛ выражают как «КДК< 1,0 %» или «КДЛ < 1,5 %».

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторные испытания

Подробности межлабораторных испытаний по определению прецизионности метода приведены в приложении А. Значения, полученные по результатам межлабораторных испытаний, нельзя применять к другим диапазонам концентрации, отличающимся от описанных.

11.2 Повторяемость

Абсолютная разница между двумя независимыми единичными результатами испытания, полученными одним и тем же методом на идентичном испытуемом материале в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором, используя одно и то же оборудование в течение короткого интервала времени, не должна более чем в 5 % случаев превышать пределы повторяемости, вычисляемые по формулам (7) и (8):

$$r_{КДК} = 0{,}029\,\overline{w}_{КДК} + 0{,}715, \quad (7)$$

$$r_{КДЛ} = 0{,}058\,\overline{w}_{КДЛ} + 0{,}450, \quad (8)$$

где $\overline{w}_{КДК}$ и $\overline{w}_{КДЛ}$ — среднеарифметические значения двух лабораторных результатов, полученных в условиях повторяемости для содержания КДК и КДЛ соответственно, выраженные в процентах массовой доли.

Формулы (7) и (8) рассчитаны для массовой доли КДК от 3,5 % до 73 % и массовой доли КДЛ от 1,5 % до 20 %.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между двумя единичными результатами испытания, полученными одним и тем же методом на идентичном испытуемом материале в разных лабораториях разными операторами, используя разное оборудование, не должна более чем в 5 % случаев превышать пределы воспроизводимости, вычисляемые по формулам (9) и (10):

$$R_{КДК} = 0{,}077\,\overline{w}_{КДК} + 1{,}365, \quad (9)$$

$$R_{КДЛ} = 0{,}041\,\overline{w}_{КДЛ} + 1{,}294, \quad (10)$$

где $\overline{w}_{КДК}$ и $\overline{w}_{КДЛ}$ — среднеарифметические значения двух лабораторных результатов, полученных в условиях воспроизводимости для содержания КДК и КДЛ соответственно и выраженные в процентах массовой доли.

Формулы (9) и (10) рассчитаны для массовой доли КДК от 3,5 % до 73 % и для содержания КДЛ от 1,5 % до 20 %.

11.4 Критическая разность

11.4.1 Общие положения

При оценке разности двух среднеарифметических значений, полученных по двум результатам испытаний в условиях повторяемости, нельзя использовать предел повторяемости; вместо этого должна использоваться критическая разность КР (CD).

11.4.2 Сравнение двух групп измерений в одной лаборатории

КР между двумя среднеарифметическими значениями, полученными по двум результатам испытаний в условиях повторяемости, будет равна:

$$КР(CD) = 2{,}77 s_r \sqrt{\frac{1}{2n_1} + \frac{1}{2n_2}} = 2{,}77 s_r \frac{1}{\sqrt{2}} = 1{,}96 s_r, \quad (11)$$

где s_r — стандартное (среднеквадратическое) отклонение повторяемости;

n_1, n_2 — количество результатов испытаний, соответствующее каждому из средних значений (здесь $n_1 = n_2 = 2$).

Абсолютная разница между двумя средними значениями, полученными из двух результатов испытаний в условиях повторяемости, не должна превышать более чем в 5 % случаев значение КР, вычисляемое по формулам (12) и (13):

$$КР_{КДК} = 0{,}02\ \overline{w}_{КДК} + 0{,}49, \quad (12)$$

$$КР_{КДЛ} = 0{,}04\ \overline{w}_{КДЛ} + 0{,}31, \quad (13)$$

где $\overline{w}_{КДК}$ и $\overline{w}_{КДЛ}$ — среднеарифметические значения двух внутрилабораторных результатов для содержания КДК и КДЛ, %.

Формулы (12) и (13) рассчитаны для массовой доли КДК от 3,5 % до 73 % и для массовой доли КДЛ от 1,5 % до 20 %.

11.4.3 Сравнение двух групп измерений в двух лабораториях

КР между двумя средними значениями, полученными из двух результатов испытания в двух разных лабораториях в условиях повторяемости, будет равна:

$$КР(CD) = 2{,}77 s_r \sqrt{s_R^2 - s_r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)} = 2{,}77 \sqrt{s_R^2 - 0{,}5 s_r^2}, \quad (14)$$

где s_R — стандартное (среднеквадратическое) отклонение воспроизводимости.

Абсолютная разница между двумя средними значениями, полученными в двух разных лабораториях из двух результатов испытания в условиях повторяемости, не должна превышать более чем в 5 % случаев значение КР, вычисляемое по формулам (15) и (16):

$$КР_{КДК} = 0{,}07\,\overline{w}_{КДК} + 1{,}25, \quad (15)$$

где $\overline{w}_{КДК}$ — среднеарифметическое значение двух результатов межлабораторных испытаний для содержания КДК, %.

$$КР_{КДЛ} = 1{,}44. \quad (16)$$

Формулы (15) и (16) рассчитаны для массовой доли КДК от 3,5 % до 73 % и для содержания КДЛ от 1,5 % до 20 %.

11.5 Неопределенность измерения

Неопределенность измерения u_e является параметром, представляющим распределение значений, которые могут считаться результатом измерения. Эта неопределенность выявляется статистическим распределением результатов межлабораторных испытаний и характеризуется экспериментальным стандартным отклонением.

Неопределенность измерения равна плюс или минус удвоенное стандартное отклонение воспроизводимости, приведенное в настоящем стандарте, т. е.:

$$u_e = \pm 0{,}055 w_{КДК} + 0{,}974 \quad (17)$$

для КДК для продуктов с массовой долей КДК $w_{КДК}$ от 3,5 % до 73 % и

$$u_e = \pm 1{,}15\ \% \quad (18)$$

для КДЛ для продуктов с массовой долей КДЛ между 1,5 % и 20 %.

12 Отчет об испытании

Отчет об испытании должен содержать:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

b) использованный метод отбора проб, если известен;

c) использованный метод со ссылкой на настоящий стандарт;

d) все детали работы, не установленные настоящим стандартом или считающиеся необязательными, наряду с любыми случайностями, которые могут оказать влияние на результат(ы);

e) полученный(е) результат(ы) испытания;

f) если проверялась повторяемость, то окончательный полученный результат.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Межлабораторное испытание было организовано в марте/апреле 2006 г. компанией Foss и выполнялось в соответствии с [3]. В этом испытании приняли участие 22 лаборатории, из которых две были исключены вследствие несоответствия предложенному методу. Были исследованы 6 материалов, включая опилки, пшеницу, корм для крупного рогатого скота, соевые корма, силос на основе клевера и силос на основе травы. Протокол лабораторных исследований можно получить у секретаря Технического комитета ISO TC 34/SC 10.

Таблица А.1 — Результаты межлабораторных испытаний по определению КДК

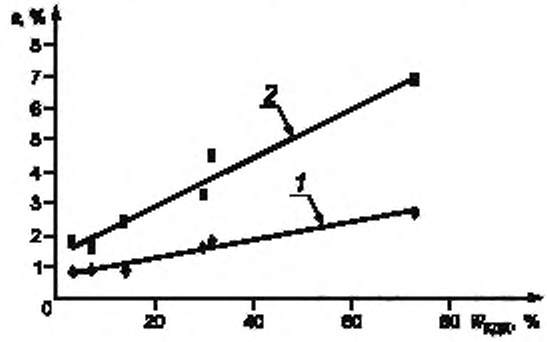
Параметр	Проба					
	A (опилки)	B (пшеница)	C (корм)	D (соя)	E (силос из клевера)	F (силос травяной)
Количество лабораторий после устранения выбросов	18	17	17	16	16	19
Среднее значение, г/100 г	72,56	3,53	14,07	7,24	29,95	31,41
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,972	0,302	0,302	0,334	0,576	0,654
Коэффициент вариации повторяемости, %	1,3	8,8	2,1	4,6	1,9	2,1
Предел повторяемости r (2,8 s_r), г/100 г	2,722	0,873	0,846	0,936	1,613	1,832
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	2,447	0,644	0,853	0,579	1,159	1,607
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	3,4	18,3	6,1	8,0	3,9	5,1
Предел воспроизводимости R (2,8s_R), г/100 г	6,852	1,802	2,387	1,631	3,244	4,501

Таблица А.2 — Результаты межлабораторных испытаний для КДЛ

Параметр	Проба					
	A (опилки)	B (пшеница)	C (корм)	D (соя)	E (силос из клевера)	F (силос травяной)
Количество лабораторий после устранения выбросов	19	13	19	15	17	17
Среднее значение, г/100 г	20,31	0,89	4,29	0,59	3,94	3,02
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,604	0,081	0,159	0,233	0,343	0,212
Коэффициент вариации повторяемости, %	3,0	9,1	3,7	39,4	8,5	7,0
Предел повторяемости r (2,8s_r), г/100 г	1,632	0,227	0,446	0,653	0,961	0,593
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,757	0,187	0,541	0,309	0,524	0,486
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	3,7	21,1	12,6	52,3	13,0	16,1

Окончание таблицы А.2

Параметр	Проба					
	A (опилки)	B (пшеница)	C (корм)	D (соя)	E (силос из клевера)	F (силос травяной)
Предел воспроизводимости R ($2{,}8s_R$), г/100 г	2,119	0,524	1,516	0,866	1,468	1,362
Примечание 1 — Меньшее число лабораторий после устранения выбросов для проб B и D вызвано тем фактом, что средние значения для этих проб были ниже пределов квантификации и поэтому сообщались как < 1,5 % некоторыми лабораториями. Значения для этих проб не учитывались при расчете показателей прецизионности в разделе 11. Примечание 2 — Коэффициенты вариации и воспроизводимости даны только для информации.						



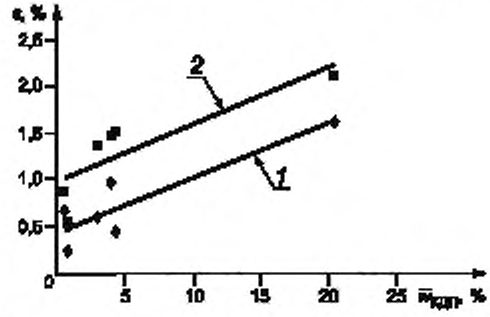
1 — предел повторяемости:
$r = 2{,}8s_r = 0{,}028\ \overline{w}_{КДК} + 0{,}7147$
($R^2 = 0{,}95226$),

2 — предел воспроизводимости:
$R = 2{,}8s_R = 0,\ \overline{w}_{КДК} + 1{,}3652$
($R^2 = 0{,}95907$);

s — стандартное отклонение;

$\overline{w}_{КДК}$ — средняя массовая доля КДК, %

Рисунок А.1 — Пределы повторяемости *r* и воспроизводимости *R* для определения КДК



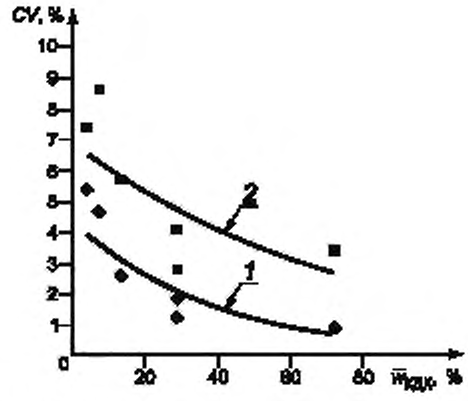
1 — предел повторяемости:
$r = 2{,}8s_r = 0{,}0596\ \overline{w}_{КДЛ} + 0{,}4237$
($R^2 = 0{,}82724$);

2 — предел воспроизводимости:
$R = 2{,}8s_R = 0{,}062\ \overline{w}_{КДЛ} + 0{,}9651$
($R^2 = 0{,}80038$);

s — стандартное отклонение;

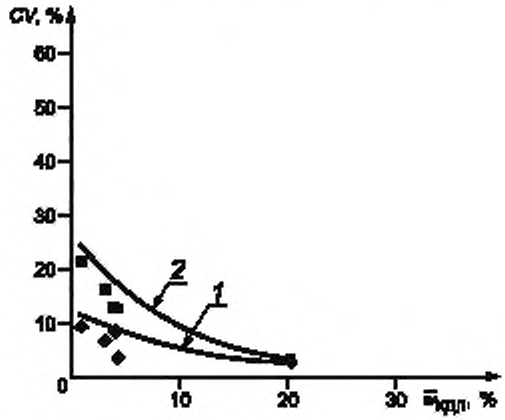
$\overline{w}_{КДЛ}$ — средняя массовая доля КДЛ, %

Рисунок А.2 — Пределы повторяемости *r* и воспроизводимости *R* для определения КДЛ



1 — коэффициент вариации повторяемости:
$CV(r) = 4{,}8388 \exp(-0{,}0213\, w_{КДК})$
($R^2 = 0{,}5936$),
2 — коэффициент вариации воспроизводимости:
$CV(R) = 10{,}145 \exp(-1{,}0186\, w_{КДК})$
($R^2 = 0{,}594$);
CV — коэффициент вариации;
$\overline{w}_{КДК}$ — средняя массовая доля КДК, %

Рисунок А.3 — Коэффициенты вариации повторяемости *CV*(*r*) и воспроизводимости *CV*(*R*) для определения КДК



1 — коэффициент вариации повторяемости:
$CV(r) = 12{,}215 \exp(-0{,}0798\, w_{КДЛ})$
($R^2 = 0{,}422$);
2 — коэффициент вариации воспроизводимости:
$CV(R) = 26{,}124 \exp(-0{,}1022\, w_{КДЛ})$
($R^2 = 0{,}7815$);
CV — коэффициент вариации;
$\overline{w}_{КДЛ}$ — средняя массовая доля КДЛ в процентах

Рисунок А.4 — Коэффициенты вариации повторяемости *CV*(*r*) и воспроизводимости *CV* (*R*) для определения КДЛ

Приложение В
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Помимо последовательного определения КДК и КДЛ, КДК допускается определять отдельно. В этом случае вносят поправку на содержание золы после определения КДК. Затем результаты относят к КДК, с поправкой на золу.

Межлабораторное испытание было организовано в марте/апреле 2006 г. компанией Foss и выполнялось в соответствии с [3]. В этом испытании приняли участие 22 лаборатории, из которых две были исключены вследствие несоответствия предложенному методу. Были исследованы 6 материалов, включая опилки, пшеницу, корм для крупного рогатого скота, соевые корма, силос на основе клевера и силос на основе травы. Межлабораторные испытания выполнялись одновременно на тех же пробах, что и испытания, описанные в приложении А. Протокол лабораторных исследований можно получить у секретаря Технического комитета ISO TC 34/SC 10.

Таблица В.1 — Результаты межлабораторных испытаний только для КДК(ADF)

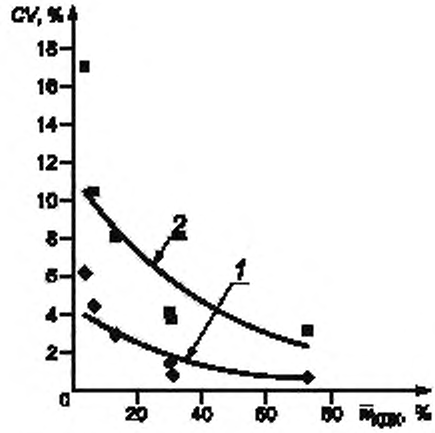
Параметр	Проба					
	A (опилки)	B (пшеница)	C (корм)	D (соя)	E (силос из клевера)	F (силос травяной)
Количество лабораторий после устранения выбросов	18	17	19	19	18	18
Среднее значение, г/100 г	72,96	3,71	13,80	7,20	29,90	31,29
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,55	0,23	0,4	0,32	0,42	0,26
Коэффициент вариации повторяемости, %	0,75	6,2	2,9	4,5	1,4	0,8
Предел повторяемости r (2,8 s_r), г/100 г	1,53	0,65	1,11	0,91	1,17	0,73
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	2,26	0,63	1,11	0,75	1,19	1,14
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	3,1	17	8	10,4	4	3,6
Предел воспроизводимости R (2,8 s_R), г/100 г	6,31	1,76	3,1	2,1	3,33	3,2

Таблица В.2 — Результаты межлабораторных испытаний для КДК, с поправкой на золу

Параметр	Проба					
	A (опилки)	B (пшеница)	C (корм)	D (соя)	E (силос из клевера)	F (силос травяной)
Количество лабораторий после устранения выбросов	19	17	18	17	18	17
Среднее значение, г/100 г	72,48	3,48	13,16	7,02	29,01	28,86
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,67	0,19	0,35	0,33	0,56	0,36
Коэффициент вариации повторяемости, %	0,9	5,4	2,6	4,7	1,9	1,3

Окончание таблицы В.2

Параметр	Проба					
	A (опилки)	B (пшеница)	C (корм)	D (соя)	E (силос из клевера)	F (силос травяной)
Предел повторяемости r (2,8 s_r), г/100 г	1,86	0,53	0,97	0,93	1,56	1,01
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	2,47	0,26	0,75	0,6	0,2	0,81
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	3,4	7,4	5,7	8,6	4,1	2,8
Предел воспроизводимости R (2,8 s_R), г/100 г	6,90	0,72	2,1	1,68	3,35	2,27



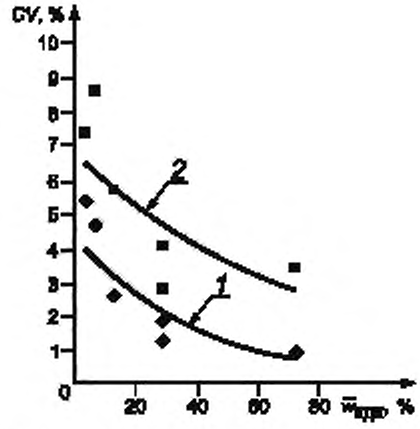
1 — коэффициент вариации повторяемости:
$CV(r) = 4{,}4681 \exp(-0{,}03\, w_{КДК})$,
$(R^2 = 0{,}7287)$,

2 — коэффициент вариации воспроизводимости:
$CV(R) = 11{,}399 \exp(-0{,}0223\, w_{КДК})$,
$(R^2 = 0{,}699)$;

CV — коэффициент вариации;

$w_{КДК}$ — средняя массовая доля КДК, %

Рисунок В.1 — Коэффициенты вариации для определения КДК как функции определенной концентрации



1 — коэффициент вариации повторяемости:
$CV(r) = 4{,}3608 \exp(-0{,}025\, w_{КДК})$,
($R^2 = 0{,}8024$);
2 — коэффициент вариации воспроизводимости:
$CV(R) = 6{,}8282 \exp(-0{,}0128\, w_{КДК})$,
$R^2 = 0{,}5308$;
CV — коэффициент вариации;
$w_{КДК}$ — средняя массовая доля КДК, %

Рисунок В.2 — Коэффициенты вариации для определения КДК, с поправкой на золу, как функции определенной концентрации

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 6498:2012 Animal feeding stuffs — Guidelines for sample preparation (Корма для животных. Руководящие указания по приготовлению проб для испытания)	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Библиография

[1] Goering, H., Van Soest, P.J. Forage fiber analyses: Apparatus, reagents, procedures, and some applications. USDA Agricultural Research Service, Washington, DC, 1970. 20 p (Agriculture Handbook, 379)

[2] ISO 6497 Animal feeding stuffs — Sampling (Корма для животных. Отбор проб)

[3] ISO 5725-2 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2. Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method (Точность (правильность и прецизионность) методов результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения)

[4] ISO 5725-1 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions (Точность (правильность и прецизионность) методов результатов измерений. Часть 1. Общие принципы определения)

[5] AOAC International. Method 973.18: Fiber (acid detergent) and lignin in animal feed. In: Official methods of analysis, 17th edition. Association of official Analytical Chemists, Arlington, VA, 2000. Available (2008-01-22) from:http://www.eoma.aoac.org

[6] Van Soest, P.J. Collaborative study of acid-detergent fiber and lignin. J. AOAC 1973,56, pp. 781—784

[7] Van Soest, P.J. Use of detergents in the analysis of fibrous feeds. ii. A rapid method for the determination of fiber and lignin. J. AOAC 1963, 46, pp. 829—835

УДК 633.1001.4:006.354 МКС 65.120 IDT

Ключевые слова: корма, метод, клетчатка, кислотный детергент, лигнин, установка с обратным холодильником для кипячения, вакуумный коллектор для фильтрования, обработка результатов, прецизионность

Редактор *М.Е. Никулина*
Технический редактор *Е.В. Беспрозванная*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 08.11.2014. Подписано в печать 24.11.2014. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,75. Тираж 50 экз. Зак. 4710.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru