МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 6865— 2015

КОРМА ДЛЯ ЖИВОТНЫХ

Метод определения содержания сырой клетчатки

(ISO 6865:2000, Animal feeding stuffs — Determination of crude fibre content — Method with itermediate filtration, IDT)

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 Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт кормов имени В.Р. Вильямса» (ФГБНУ «ВНИИ кормов им. В.Р. Вильямса») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 18 июня 2015 г. № 47)

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
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 июля 2015г. № 964-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 6865—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 6865:2000 «Корма для животных. Определение содержания сырой клетчатки. Метод с применением промежуточной фильтрации» («Animal feeding stuffs — Determination of crude fibre content — Method with intermediate filtration», IDT).

Международный стандарт разработан техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты», подкомитетом SC 10 «Корма для животных» Международной организации по стандартизации (ISO).

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

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Май 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, 2000 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2016, 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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОРМА ДЛЯ ЖИВОТНЫХ

Метод определения содержания сырой клетчатки

Animal feeding stuffs.
Method for determination of crude fibre content

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения сырой клетчатки с применением промежуточной фильтрации.

Метод распространяется на корма для животных с содержанием сырой клетчатки более 10 г/кг (‰).

Примечание — Для кормов с содержанием сырой клетчатки 10 г/кг (‰) или менее используют метод, установленный в [7].

Настоящий стандарт также распространяется на злаковые и бобовые.

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).

ISO 3696: 1987, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для лабораторного аналитического использования. Технические условия и методы испытаний)

ISO 6498:1998[1)], Animal feeding stuffs — Preparation of test samples (Корма для животных. Подготовка проб для испытания)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **содержание сырой клетчатки** (crude fibre content): Потеря массы при прокаливании сухого остатка пробы, полученного после обработки ее кислотой и щелочью, в соответствии с методом, приведенным в настоящем стандарте, деленная на массу анализируемой пробы.

Примечание — Содержание сырой клетчатки выражают в граммах на килограмм (‰). Оно также может быть выражено как массовая доля в процентах.

4 Сущность метода

Анализируемую пробу обрабатывают кипящей разбавленной серной кислотой. Остаток отделяют фильтрованием, промывают и затем обрабатывают кипящим раствором гидроксида калия. Остаток отделяют фильтрованием, промывают, высушивают, взвешивают и затем прокаливают.

Массой сырой клетчатки в анализируемой пробе является значение потери массы сухого остатка клетчатки при озолении.

[1)] Заменен на ISO 6498:2012.

Издание официальное

5 Реактивы и материалы

Используют реактивы только признанной аналитической степени чистоты.

5.1 Вода, отвечающая требованиям не менее 3-й степени чистоты по ISO 3696.

5.2 Соляная кислота, c (HCl) = 0,5 моль/дм^3.

5.3 Серная кислота, c (H_2SO_4) = (0,130 ± 0,005) моль/дм^3.

5.4 Гидроксид калия, c(KOH) = (0,230 ± 0,005) моль/дм^3.

5.5 Ацетон.

5.6 Средство, облегчающее фильтрование, песок морской, или Celite®[1)] 545, или материал такого же качества.

Перед использованием морской песок обрабатывают кипящей соляной кислотой [c(HCl) = 4 моль/дм^3], промывают водой до полного освобождения от кислоты и прокаливают при температуре (500 ± 25) °С в течение не менее 1 ч.

Другие средства, облегчающие фильтрование, перед использованием прогревают при температуре (500 ± 25) °С в течение не менее 4 ч.

5.7 Противопенное средство, например, *n*-октанол.

5.8 Легкий петролейный эфир, с температурой кипения от 40°С до 60 °С.

6 Аппаратура

6.1 Прибор для измельчения, обеспечивающий измельчение пробы до полного ее прохода через сито с отверстиями 1 мм.

6.2 Аналитические весы, обеспечивающие взвешивание с точностью не менее 0,0001 г.

6.3 Фильтрующие тигли, кварцевые, фарфоровые или из прочного стекла с вплавленной фильтрующей пластинкой с порами размером от 40 мкм до 100 мкм (степень пористости Р 100 по [1]).

Перед первым использованием новый тигель осторожно и постепенно нагревают до температуры, не превышающей 525 °С, и оставляют на несколько минут при (500 ± 25) °С.

6.4 Фарфоровые сетчатые пластинки.

6.5 Чашки для прокаливания.

6.6 Стаканы или **конические колбы,** вместимостью 500 см^3, снабженные устройством для охлаждения, например, холодильником или чашкой.

6.7 Сушильный шкаф, электрический и с вентиляцией, способный поддерживать температуру (130 ± 2) °С.

6.8 Эксикатор, содержащий голубой силикагель в качестве десиканта, снабженный перфорированной плитой, желательно алюминиевой или из нержавеющей стали толщиной от 2 до 3 мм.

6.9 Муфельная печь, электрическая с циркуляцией воздуха и контролем температуры с мощностью, достаточной для поддержания температуры вокруг тиглей с точностью ±25 °С при температуре 500 °С.

Контролируют температуру муфельной печи, поскольку показатели пирометра могут быть недостоверными.

В зависимости от размера и типа муфеля, температура внутри муфельной печи может различаться от одного местоположения к другому. Обеспечивают достаточную циркуляцию воздуха при закрытой двери. Скорость потока воздуха не должна выдувать материал из тиглей.

6.10 Установка для холодной экстракции, снабженная:

- штативом для фильтрующих тиглей (6.3);
- выпускной трубкой с ответвлением к вакууму и к сливу жидкости;
- соединительными кольцами для установки фильтрующих тиглей (6.3).

6.11 Установка для кипячения (для ручного метода), имеющая соответствующее устройство для охлаждения, обеспечивающее постоянный объем жидкости во время кипячения.

6.12 Установка для кипячения (для полуавтоматического метода) для кипячения с кислотой и щелочью, снабженная:

- штативом для фильтрующих тиглей (6.3);
- выпускной трубкой с ответвлением к вакууму и к сливу жидкости;

[1)] Celite® – торговое название имеющегося в продаже продукта. Данная информация приведена для удобства пользования настоящим стандартом. Допускается использования других материалов, обеспечивающих достоверные результаты.

- цилиндром для кипячения вместимостью не менее 270 см^3, с обратным холодильником;
- соединительными кольцами для присоединения фильтрующего тигля (6.3) к нагревательной установке и к цилиндру для кипячения;
- устройством для снабжения сжатым воздухом, по возможности.

Перед работой прогревают аппарат горячей водой в течение 5 мин.

7 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в [6].

Важно, чтобы в лабораторию поступила представительная проба, не поврежденная и измененная в процессе транспортирования и хранения.

8 Приготовление анализируемой пробы

Лабораторную пробу готовят в соответствии с ISO 6498.

Пользуясь прибором для измельчения (6.1), воздушно-сухую лабораторную пробу размалывают до полного прохода через сито с отверстиями диаметром 1 мм. Тщательно перемешивают.

Ручной метод выполняют в соответствии с разделом 9.

Полуавтоматический метод — в соответствии с разделом 10.

9 Ручной метод

9.1 Анализируемая проба

Взвешивают около 1 г подготовленной анализируемой пробы (см. раздел 8) с точностью 0,0001 г (m_1).

Если содержание жира в пробе превышает 100 г/кг (‰), или если в пробе содержатся жиры, которые не могут быть напрямую экстрагированы легким петролейным эфиром (5.8), пробу помещают в тигель (6.3) и поступают в соответствии с 9.2.

Если содержание жира в пробе не превышает 100 г/кг (‰), а содержание карбоната, выраженного как карбонат кальция, превышает 50 г/кг (‰), пробу помещают в колбу (6.6) и поступают в соответствии с 9.3. В противном случае поступают в соответствии с 9.4.

9.2 Предварительное обезжиривание

На установке для холодной экстракции (6.10) три раза промывают пробу легким петролейным эфиром (5.8) под вакуумом по 30 см^3 каждый раз. Остаток сушат вакуумом после каждого промывания. Затем его переносят в колбу (6.6).

Если содержание карбоната, выраженное как карбонат кальция, превышает 50 г/кг (‰) , поступают в соответствии с 9.3, если не превышает, то поступают в соответствии с 9.4.

9.3 Удаление карбоната

К пробе добавляют 100 см^3 соляной кислоты (5.2). Непрерывно перемешивают в течение 5 мин. Осторожно переливают смесь в фильтрующий тигель, дно которого покрыто тонким слоем средства, облегчающего фильтрование (5.6). Декантируют водой по 100 см^3 два раза. При этом надо, чтобы как можно меньше пробы попало на фильтр. Содержимое тигля переносят в первоначальную колбу и поступают в соответствии с 9.4.

9.4 Кипячение с кислотой

К пробе добавляют 150 см^3 серной кислоты (5.3). Как можно быстрее доводят до кипения и кипятят в течение (30 ± 1) мин. В начале закипания несколько раз перемешивают круговыми движениями. Если образуется пена, добавляют несколько капель противопенного средства (5.7). Во время кипячения поддерживают постоянный объем жидкости при помощи соответствующего устройства для охлаждения (6.6 и 6.11).

9.5 Первое фильтрование

В фильтрующий тигель (6.3) помещают слой фильтрующего средства (5.6) толщиной примерно в одну пятую высоты фильтрующего тигля. Для предотвращения появления брызг фильтрующее средство можно покрывать сетчатой плиткой (6.4).

По окончании кипячения жидкость сливают по палочке в фильтрующий тигель. Применяют слабый вакуум, чтобы за один проход пропустить 150 см^3 жидкости. Если фильтр забивается, палочкой осторожно приподнимают в сторону сырую клетчатку, покрывающую фильтрующее средство.

Остаток промывают пять раз горячей водой каждый раз в количестве 10 см^3. Следят за тем, чтобы фильтрующая плитка тигля оставалась покрытой фильтрующим средством, чтобы сырая клетчатка не достигала фильтрующей плитки.

Убирают вакуум и приливают ацетон (5.5) в количестве, достаточном для покрытия остатка. Через несколько минут удаляют ацетон при помощи слабого вакуума. Еще некоторое время для высушивания остатка продувают воздухом при помощи вакуума.

Если проба содержит жиры, которые не удаляются легким петролейным эфиром (5.8), поступают в соответствии с 9.6. Если в пробе таких жиров не содержится, анализ выполняют в соответствии с 9.7.

9.6 Обезжиривание

На установке для холодной экстракции (6.10) обезжиривают пробу под вакуумом три раза легким петролейным эфиром (5.8) по 30 см^3 каждый раз. После каждого промывания остаток высушивают вакуумом.

9.7 Кипячение с щелочью

Остаток количественно переносят в колбу, в которой проводилось кипячение с кислотой.

Добавляют 150 см^3 раствора гидроксида калия (5.4) и как можно быстрее доводят до кипения. Продолжают устойчивое кипячение в течение (30 ± 1) мин. Во время кипячения поддерживают постоянный объем жидкости при помощи соответствующего устройства для охлаждения (6.6 и 6.11).

9.8 Второе фильтрование

Содержимое колбы фильтруют через фильтрующий тигель (6.3), содержащий слой фильтрующего средства (5.6) толщиной в одну пятую высоты фильтрующего тигля, покрытого сетчатой плиткой (6.4) для предотвращения разбрызгивания фильтрующего средства.

Промывают остаток горячей водой до нейтральной реакции промывных вод.

Остаток промывают под вакуумом три раза по 30 см^3 ацетона (5.5). После каждого промывания остаток высушивают вакуумом.

9.9 Высушивание

Фильтрующий тигель помещают в чашку для прокаливания (6.5) и чашку с ее содержимым сушат в течение не менее 2 ч в сушильном шкафу (6.7) при температуре 130 °С.

Части вплавленной фильтрующей плитки тигля могут стать более свободными при озолении или охлаждении. Поэтому во избежание получения недостоверных результатов фильтрующий тигель помещают в чашку для прокаливания.

Фильтрующий тигель и чашку для прокаливания помещают для охлаждения в эксикатор (6.8). Сразу после извлечения из эксикатора фильтрующий тигель и чашку для прокаливания взвешивают с точностью 0,0001 г (m_2).

9.10 Озоление

Фильтрующий тигель и чашку для прокаливания помещают в муфельную печь (6.9) и озоляют при температуре (500 ± 25)° С до тех пор, пока разница между двумя последовательными взвешиваниями после охлаждения не будет превышать 2 мг.

После каждого озоления фильтрующий тигель и чашку для прокаливания частично охлаждают и, пока они еще теплые, помещают в эксикатор. Затем после полного охлаждения взвешивают с точностью 0,0001 г (m_3).

9.11 Холостое определение

Выполняют холостое определение в соответствии с 9.4—9.10 без внесения пробы (5.6) , используя примерно такое же количество средства для фильтрования.

Потеря массы при озолении (9.10) не должна превышать 2 мг.

Обработку результатов проводят в соответствии с разделом 11.

10 Полуавтоматический метод

10.1 Анализируемая проба

Взвешивают около 1 г подготовленной анализируемой пробы (см. раздел 8) с точностью 0,0001 г (m_1). Взвешенную анализируемую пробу помещают в фильтрующий тигель (6.3), содержащий около 2 г средства, облегчающего фильтрование (5.6).

Если содержание жира в пробе превышает 100 г/кг(‰), или если проба содержит жиры, которые не могут быть напрямую экстрагированы легким петролейным эфиром (5.8), поступают в соответствии с 10.2.

Если содержание жира в пробе не более 100 г/кг (‰) и содержание карбоната, выраженное как карбонат кальция, более 50 г/кг (‰), анализ проводят в соответствии с 10.3. При отсутствии этих условий — в соответствии с 10.4.

10.2 Предварительное обезжиривание

Фильтрующий тигель помещают на установку для холодной экстракции (6.10) и под вакуумом промывают пробу три раза легким петролейным эфиром (5.8) в количестве 30 см^3 каждый раз. Остаток после каждого промывания сушат вакуумом.

Если содержание карбоната, выраженное как карбонат кальция, превышает 50 г/кг (‰), дальнейший анализ проводят в соответствии с 10.3, если не превышает — в соответствии с 10.4.

10.3 Удаление карбоната

Фильтрующий тигель устанавливают на нагревательное устройство (6.12). Пробу промывают три раза хлористоводородной кислотой (5.2) в количестве 30 см^3 каждый раз. После каждого промывания тигель оставляют на 1 мин до фильтрования.

Промывают один раз водой в количестве 30 см^3 и далее проводят анализ в соответствии с 10.4.

10.4 Кипячение с кислотой

Цилиндр для кипячения присоединяют к фильтрующему тиглю. В цилиндр с фильтрующим тиглем приливают 150 см^3 кипящей серной кислоты (5.3). Если наблюдается пенообразование, добавляют несколько капель противопенного вещества (5.7). Как можно быстрее доводят до кипения, интенсивно кипятят в течение (30 ± 1) мин.

10.5 Первое фильтрование

Прекращают нагревание. Открывают кран выпускной трубки и под вакуумом фильтруют серную кислоту через фильтрующий тигель. Промывают остаток не менее трех раз горячей водой в количестве 30 см^3 каждый раз, до нейтральной реакции. После каждого промывания остаток сушат вакуумом.

Если имеются проблемы с фильтрованием, рекомендуется осторожно продуть воздух для устранения забивания фильтра.

Если проба содержит жиры, которые не могут быть напрямую экстрагированы легким петролейным эфиром (5.8), поступают в соответствии с 10.6, если не содержит – в соответствии с 10.7.

10.6 Обезжиривание

Фильтрующий тигель помещают на установку для холодной экстракции (6.10) и остаток три раза промывают под вакуумом ацетоном (5.5) в количестве по 30 см^3 каждый раз. Затем остаток промывают под вакуумом три раза легким петролейным эфиром (5.8) в количестве 30 см^3 каждый раз. Остаток после каждого промывания высушивают вакуумом.

10.7 Кипячение с щелочью

Закрывают выпускной кран. Приливают 150 см^3 кипящего раствора гидроксида калия (5.4) в цилиндр с фильтрующим тиглем. Добавляют несколько капель антипенного средства (5.7). Как можно быстрее доводят до кипения и интенсивно кипятят в течение (30 ± 1) мин.

10.8 Второе фильтрование

Прекращают нагревание. Открывают кран выпускной трубки и под вакуумом фильтруют раствор гидроксида калия через фильтрующий тигель. Остаток промывают не менее трех раз горячей водой в количестве 30 см^3 каждый раз до нейтральной реакции. После каждого промывания остаток сушат вакуумом.

Если имеются проблемы с фильтрованием, рекомендуется осторожно продуть воздух для устранения забивания фильтра.

Фильтрующий тигель помещают на установку для холодной экстракции (6.10) и промывают пробу три раза ацетоном (5.5) в количестве 30 $см^3$ каждый раз. Остаток после каждого промывания сушат вакуумом.

10.9 Высушивание

Фильтрующий тигель помещают в чашку для прокаливания (6.5) и сушат чашку с его содержимым в течение не менее 2 ч в сушильном шкафу (6.7) при температуре 130 °С.

Части вплавленной фильтрующей плитки тигля могут стать более свободными при озолении или охлаждении. Поскольку это приведет к получению неправильных результатов анализа, фильтрующий тигель помещают в чашку для прокаливания.

Фильтрующий тигель и чашку для прокаливания оставляют в эксикаторе (6.8) для охлаждения. Сразу после извлечения из эксикатора фильтрующий тигель и чашку для прокаливания взвешивают с точностью 0,1 мг (m_2).

10.10 Озоление

Фильтрующий тигель и чашку для прокаливания помещают в муфельную печь (6.9) и озоляют ее содержимое при температуре (500 ± 25) °С до тех пор, пока разница между двумя последовательными взвешиваниями после охлаждения не будет превышать 2 мг.

После каждого озоления фильтрующий тигель и чашку для прокаливания охлаждают не до конца и, пока они еще теплые, помещают в эксикатор. Затем после полного охлаждения взвешивают с точностью 0,1 мг (m_3).

10.11 Холостое определение

Выполняют холостое определение в соответствии с 10.4—10.10 без внесения пробы (5.6), используя примерно такое же количество средства для фильтрования.

Потеря массы при озолении (10.10) не должна превышать 2 мг.

11 Обработка результатов

Содержание сырой клетчатки в анализируемой пробе вычисляют по формуле

$$w_f = \frac{m_2 - m_3}{m_1},$$

где w_f — содержание сырой клетчатки, г/кг (‰);

m_1 — масса анализируемой пробы, г (9.1 или 10.1);

m_2 — масса чашки для прокаливания с фильтрующим тиглем с остатком, полученная после высушивания при 130 °С, мг (9.9 или 10.9);

m_3 — масса чашки для прокаливания с фильтрующим тиглем с остатком, полученная после озоления при (500 ± 25) °С, мг (9.10 или 10.10).

Результаты округляют до целых чисел.

Примечание — Результат также может быть рассчитан как массовая доля в процентах.

12 Прецизионность

12.1 Межлабораторные испытания

Подробности межлабораторных испытаний по определению прецизионности метода приведены в приложении А. Значения, полученные на основании этих испытаний, неприменимы к содержаниям сырой клетчатки и матрицам, отличающимся от приведенных.

12.2 Повторяемость

Абсолютная разница между двумя независимыми единичными результатами, полученными одним и тем же методом на идентичном анализируемом 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 (*r*), приведенные в таблице 1 для указанных значений содержания сырой клетчатки и матриц.

Таблица 1 — Значения предела повторяемости (*r*) и предела воспроизводимости (*R*)

Проба	Содержание сырой клетчатки г/кг(‰)	*r* г/кг(‰)	*R* г/кг(‰)
Жмых подсолнечниковый	223,3	8,4	16,1
Копра	190,3	19,4	42,5
Комбикорм для КРС (гранулированный)	115,8	5,3	13,8
Кукурузный глютеновый корм	73,3	5,8	9,1
Тапиока	60,2	5,6	8,8
Корм для собак	30,0	3,2	8,9
Корм для кошек	22,8	2,7	6,4

12.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между двумя единичными результатами анализа, полученными по одному и тому же методу на идентичном анализируемом материале в разных лабораториях, разными операторами, используя различное оборудование, не должна более чем в 5% случаев превышать пределы воспроизводимости (*R*), приведенные в таблице 1 для указанных значений содержания сырой клетчатки и матриц.

13 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующую информацию:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- использованный метод отбора пробы, если известен;
- использованный метод испытания со ссылкой на настоящий стандарт;
- все детали анализа, не установленные настоящим стандартом или считающиеся необязательными, наряду с любыми случайностями, которые могут оказать влияние на результат(ы);
- полученный результат анализа или два полученных результата анализа, если контролировалась повторяемость.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Прецизионность метода была установлена в 1996—1997 гг. в результате выполнения четырех межлабораторных испытаний, проведенных в соответствии с методом двухуровневого эксперимента [2][1)] за исключением применения теста *Grubbs* для выбросов вместо теста *Dixon*. *Tecm Grubbs* для выбросов описан в [4]. В межлабораторных испытаниях участвовало 10 лабораторий. Были исследованы пробы жмыха подсолнечника, копры, корма для скота (гранулированный), кукурузного глютенового корма, тапиоки, корма для собак и корма для кошек.

Таблица А.1 — Статистические результаты межлабораторных испытаний

Параметр	Проба [a]						
	1	2	3	4	5	6	7
Количество лабораторий после устранения выбросов	10	9	10	10	10	10	10
Среднее содержание сырой клетчатки, г/кг(‰)	223,3	190,3	115,8	73,3	60,2	30,0	22,8
Стандартное отклонение повторяемости (s_r), г/кг(‰)	3,00	6,93	1,89	2,07	2,00	1,14	0,96
Коэффициент вариации повторяемости, %	1,3	3,6	1,6	2,8	3,3	3,8	4,2
Предел повторяемости (r) [$r = 2,8 \times s_r$], г/кг(‰)	8,4	19,4	5,3	5,8	5,6	3,2	2,7
Стандартное отклонение воспроизводимости (s_R), г/кг(‰)	5,75	15,18	4,93	3,25	3,14	3,18	2,29
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	2,6	8,0	4,3	4,4	5,2	10,6	10,0
Предел воспроизводимости (R) [$R = 2,8 \times s_R$], г/кг(‰)	16,1	42,5	13,8	9,1	8,8	8,9	6,4
[a] 1 — жмых подсолнечника; 2 — копра; 3 — корм для скота (гранулированный); 4 — кукурузный глютеновый корм; 5 — тапиока; 6 — корм для собак; 7 — корм для кошек.							

[1)] ISO 5725:1986 отозван.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 3696:1987	IDT	ГОСТ ISO 3696—2013 «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля»
ISO 6498:1998	—	*. 1)

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты.

[1)] Действует ГОСТ ISO 6498—2014 «Корма, комбикорма. Подготовка проб для испытаний», идентичный ISO 6498:2012.

Библиография

[1] ISO 4793:1980, Laboratory sintered (fritted) filters — Porosity grading, classification and designation (Фильтры лабораторные спеченные (фриттованные). Класс пористости, классификация и обозначение)

[2] ISO 5725:1986, Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests (Прецизионность методов испытаний.Определение повторяемости и воспроизводимости результатов стандартного метода с помощью межлабораторных испытаний)

[3] ISO 5725-1:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения)

[4] ISO 5725-2:1994, 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 и результатов измерения. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения)

[5] ISO 6492, Animal feeding stuffs — Determination of fat content (Корма для животных. Определение содержания жира)

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

[7] ISO 6541, Agricultural food products — Determination of crude fibre content — Modified Scharrer method (Продукты сельскохозяйственные пищевые. Определение содержания сырой клетчатки. Модифицированный метод Шеррера)

УДК 633.1001.4:006.354 МКС 65.120

Ключевые слова: корма, метод, сырая клетчатка, обработка результатов, прецизионность

Редактор переиздания *Е.И. Мосур*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 06.05.2020. Подписано в печать 08.06.2020 Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,45.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

gost.e-ecolog.ru