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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
ISO 11085—
2016**

КОРМА, ЗЕРНО И ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ

Определение содержания сырого и общего жира методом экстракции Рэндалла

(ISO 11085:2008,
Cereals, cereals-based products and animal feeding stuffs —
Determination of crude fat and total fat content by the Randall extraction method,
IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2015 «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 официального перевода на русский язык англоязычной версии международного стандарта, указанного в пункте 5, который выполнен Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности»

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 4 «Комбикорма, белково-витаминные добавки, премиксы»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 25 октября 2016 г. № 92–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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 21 ноября 2016 г. № 1732-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 11085–2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 11085:2008 «Зерно, продукты переработки зерна и корма для животных. Определение содержания сырого жира и общего жира методом экстракции Рэндалла» («Cereals, cereals-based products and animal feeding stuffs – Determination of crude fat and total fat content by the Randall extraction method», IDT).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом ISO/TC 34 «Пищевые продукты», подкомитетом SC 4 «Злаковые и зернобобовые культуры» в сотрудничестве с SC 10 «Корма для животных».

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5–2001 (подраздел 3.6) для увязки с наименованиями, принятыми в существующем комплексе межгосударственных стандартов.

В настоящем стандарте заменены единицы измерения объема: «литр» на «дециметр кубический», «миллилитр» на «сантиметр кубический» — для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5–2001 (пункт 4.14.1).

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

*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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

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 . . . 2
5 Реактивы и материалы . . . 2
6 Оборудование . . . 2
7 Отбор проб . . . 3
8 Проведение испытания . . . 3
8.1 Подготовка проб . . . 3
8.2 Подготовка навески . . . 3
8.3 Предварительная экстракция . . . 3
8.4 Гидролиз . . . 3
8.5 Экстракция . . . 4
9 Обработка результатов . . . 5
9.1 Определение содержания жира с предварительной экстракцией . . . 5
9.2 Определение содержания жира без предварительной экстракции . . . 5
10 Прецизионность . . . 5
10.1 Межлабораторные испытания . . . 5
10.2 Повторяемость . . . 5
10.3 Воспроизводимость . . . 5
10.4 Критическая разность . . . 6
10.5 Неопределенность измерения . . . 6
11 Протокол испытания . . . 6
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний . . . 7
Приложение В (справочное) Сравнение содержания жира в пробах, использованных в межлабораторных испытаниях . . . 10
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам . . . 11
Библиография . . . 12

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КОРМА, ЗЕРНО И ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ

Определение содержания сырого и общего жира методом экстракции Рэндалла

Feeds, cereals and cereals-based products.
Determination of crude fat and total fat content by the Randall extraction method

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения содержания сырого и общего жира в кормах для животных, зерне и продуктах переработки зерна (кроме семян и плодов масличных культур).

Выбор используемого метода зависит от природы и состава анализируемого материала, а также от цели проведения испытания.

Метод А представляет собой способ определения сырого жира непосредственно экстракцией и применим ко всем продуктам, за исключением тех, которые указаны для метода В.

Метод В представляет собой способ определения общего жира и применим для продуктов, из которых масла и жиры не могут быть полностью извлечены без предварительного гидролиза.

Примечание — В большинстве злаков, а также в продуктах животного происхождения, дрожжах, картофельном белке, комбикормах с молочными продуктами, глютенах и продуктах, подвергнутых такой обработке, как экструзия, шелушение и нагревание, значение содержания общего жира при испытании по методу В значительно выше, чем по методу А. См. приложение В.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на международные стандарты, которые являются обязательными. Для датированных ссылок применяют только указанное издание. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

ISO 3696 Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **содержание сырого жира** (crude fat content): Массовая доля веществ, экстрагированных из пробы в соответствии с методом А, установленным в настоящем стандарте.

Примечание — Содержание сырого жира выражается в процентах.

3.2 **содержание общего жира** (total fat content): Массовая доля веществ, экстрагированных из пробы в соответствии с методом В, установленным в настоящем стандарте.

Примечание — Содержание общего жира выражается в процентах.

Издание официальное

4 Сущность

Сущность метода А заключается в экстракции жира из навески петролейным эфиром методом Рэндалла, который представляет собой модифицированный вариант метода Сокслета. Сырой жир из навески экстрагируют сначала кипящим, а затем холодным растворителем, сокращая время, необходимое для экстракции. Растворитель удаляют и взвешивают высушенный экстрагированный жир.

Сущность метода В заключается в проведении предварительного гидролиза навески раствором соляной кислоты при нагревании, что делает химически или механически связанные жиры доступными для экстракции растворителем. Гидролизат фильтруют, промывают, высушивают и проводят экстракцию методом А.

Для определения общего жира в пробах с содержанием жира более 100 г/кг перед применением метода В следует провести предварительную экстракцию жира.

5 Реактивы и материалы

Все реактивы должны быть признанной аналитической степени чистоты.

5.1 Вода 3 степени чистоты по ISO 3696.

5.2 Эфир петролейный, состоящий в основном из углеводородов с шестью атомами углерода, интервал температур кипения от 30 °С до 60 °С. Бромное число должно быть меньше единицы, остаток после выпаривания должен быть менее 20 мг/дм^3.

5.3 Стеклянные шарики диаметром от 5 до 6 мм или кусочки карбида кремния.

5.4 Соляная кислота, c (HCl) = 3 моль/дм^3.

5.5 Адсорбент[1)], прокипяченный в течение 30 мин в соляной кислоте, c (HCl) = 6 моль/дм^3, промытый водой (см. 5.1) до бескислотного состояния, затем высушенный при температуре 130 °С.

5.6 Ацетон.

5.7 Вата обезжиренная.

6 Оборудование

Используют следующее лабораторное оборудование.

6.1 Устройство для экстракции растворителем, состоящее из блока 2-этапной экстракции Рэндалла, позволяющее регенерировать растворитель, оснащенное уплотнениями из флуороэластомера[2)] или политетрафторэтилена, совместимыми с петролейным эфиром.

6.2 Устройство для гидролиза I с несколькими позициями, позволяющее использовать кипящую кислоту, совместимое с устройством для экстракции растворителем (см. 6.1); используется для гидролиза по 8.4.1.

6.3 Устройство для гидролиза II, состоящее из термостойкого химического стакана вместимостью 400 см^3 и часового стекла соответствующего диаметра в качестве крышки или конической колбы вместимостью 300 см^3 с обратным холодильником; используют для гидролиза по 8.4.2.

6.4 Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание температуры на уровне (103 ± 2) °С.

6.5 Печь микроволновая с режимом размораживания.

6.6 Эксикатор, содержащий эффективный осушитель.

6.7 Патроны бумажные для экстракции, обезжиренные петролейным эфиром, и подставка для патронов.

6.8 Чашки экстракционные из алюминия или стекла для экстракции, совместимые с устройством для экстракции растворителем (см. 6.1).

6.9 Патроны стеклянные для гидролиза.

6.10 Весы аналитические с точностью взвешивания до 0,1 мг.

6.11 Мельница или измельчитель, оснащенные ситом 1 мм, или мельница с водяным охлаждением для проб с массовой долей жира от 15 % до 20 %.

[1)] Целит® является примером доступного продукта. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является обязательной.

[2)] Витон® является примером доступного продукта. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является обязательной.

7 Отбор проб

Поступающая в лабораторию проба должна быть представительной, не поврежденной и не загрязненной во время транспортирования и хранения.

Отбор проб для испытаний не является составной частью метода, описываемого в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в ISO 6544 и ISO 13690.

8 Проведение испытания

8.1 Подготовка проб

Лабораторные пробы измельчают до размера частиц менее 1 мм.

8.2 Подготовка навески

Измельченную пробу массой от 1 до 5 г взвешивают с точностью до 1 мг, m_1.

Если содержание жира в анализируемой пробе более 100 г/кг, то для определения содержания общего жира проведение испытаний начинают с 8.3 и продолжают по 8.4 или 8.5.

В остальных случаях проведение испытаний начинают с 8.4 для определения общего жира (метод В) или 8.5 для определения сырого жира (метод А).

8.3 Предварительная экстракция

8.3.1 Экстракцию проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации устройства для экстракции растворителем (см. 6.1).

8.3.2 В экстракционные чашки (см. 6.8) помещают от 5 до 10 стеклянных шариков (см. 5.3) и высушивают в сушильном шкафу (см. 6.4) не менее 30 мин при температуре (103 ± 2) °С. Экстракционные чашки переносят в эксикатор (см. 6.6) и охлаждают до комнатной температуры.

Экстракционные чашки взвешивают и записывают массу m_2 с точностью до 0,1 мг.

8.3.3 Навеску помещают в стеклянный патрон (см. 6.9) при использовании устройства для гидролиза I (см. 6.2) или в бумажный патрон (см. 6.7), если используют устройство для гидролиза II (см. 6.3).

Добавляют адсорбент (см. 5.5), если это рекомендуется изготовителем устройства для экстракции.

8.3.4 Устанавливают температуру устройства для экстракции так, чтобы скорость потока петролейного эфира (см. 5.2) составляла от 3 до 5 капель/с (около 10 $см^3$/мин). Прогревают устройство и проверяют включение охлаждающей воды для обратного холодильника. Температура охлаждающей воды должна быть приблизительно 15 °С, скорость потока воды должна быть до 2 $дм^3$/мин, чтобы предотвратить испарение растворителя из конденсаторов.

8.3.5 Патроны с навесками помещают в экстракционные колонны. Экстракционные чашки помещают под экстракционные колонны и закрепляют на месте. Следуя инструкциям изготовителя, добавляют от 40 до 60 $см^3$ петролейного эфира в каждую экстракционную чашку. Проверяют, чтобы экстракционные чашки соответствовали патронам.

8.3.6 Экстракцию проводят петролейным эфиром (см. 5.2) в течение 20 мин и удаляют растворитель в течение 10 мин.

8.3.7 Вынимают экстракционные чашки из экстрактора, помещают под вытяжку до испарения всех следов растворителя.

8.3.8 Затем чашки высушивают при температуре (103 ± 2) °С в сушильном шкафу (см. 6.4) в течение 30 мин. Пересушивание может окислять жир и давать завышенные результаты. Высушенные экстракционные чашки с жиром охлаждают в эксикаторе (см. 6.6) до комнатной температуры и взвешивают с точностью до 0,1 мг, m_3.

Далее проводят испытания в соответствии с 8.4.

8.4 Гидролиз

Гидролиз проводят с использованием устройства для гидролиза I (см. 6.2) по 8.4.1 или устройства для гидролиза II (см. 6.3) по 8.4.2.

8.4.1 Гидролиз с использованием устройства для гидролиза I

Гидролиз проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации устройства для гидролиза.

Переносят стеклянные патроны, содержащие предварительно экстрагированную навеску по 8.3, или, если не было предварительной экстракции, навеску по 8.2, m_1, в стеклянный патрон (см. 6.9). В каждый патрон добавляют 130 см^3 раствора соляной кислоты (см. 5.4) и, если необходимо, адсорбент (см. 5.5), раствор доводят до кипения и кипятят в течение 1 ч. Стеклянный патрон с остатком промывают теплой (60 °С) водой (см. 5.1) до удаления кислоты. Очищают все поверхности, где может остаться жир, ватой (см. 5.7), смоченной в ацетоне (см. 5.6). В стеклянный патрон с остатком добавляют вату, использованную для очистки, и высушивают до постоянной массы, например, нагреванием в микроволновой печи (см. 6.5) в режиме размораживания в течение 1 ч.

Перед сушкой проверяют, чтобы весь ацетон испарился.

8.4.2 Гидролиз с использованием устройства для гидролиза II

В стакан или коническую колбу (см. 6.3) переносят предварительно экстрагированную навеску по 8.3 или навеску по 8.2, m_1. Добавляют 100 см^3 раствора соляной кислоты (см. 5.4) и кусочки карбида кремния (см. 5.3). Стакан накрывают часовым стеклом, коническую колбу — обратным холодильником. Смесь доводят до слабого кипения над пламенем или на горячей плите и кипятят в течение 1 ч. Перемешивают каждые 10 мин, чтобы предотвратить прилипание пробы к стенкам емкости.

Раствор охлаждают до комнатной температуры и добавляют адсорбент (см. 5.5) в количестве, исключающем любую потерю жира при фильтрации. Раствор фильтруют через смоченный обезжиренный двойной бумажный фильтр в воронку Бюхнера под вакуумом. Остаток промывают холодной водой (см. 5.1) до получения нейтрального фильтрата. Все поверхности, где может остаться жир, очищают ватой (см. 5.7), смоченной в ацетоне. Фильтр с остатком и ватой, использованной для очистки, высушивают до постоянной массы, например, нагреванием в микроволновой печи (см. 6.5) в режиме размораживания в течение 1 ч. Перед сушкой проверяют, чтобы весь ацетон испарился.

Примечание — Если на поверхности фильтра появляется масло или жир, то могут быть получены неверные результаты. Процедуру повторяют, используя меньшую навеску, или используют процедуру предварительной экстракции (см. 8.3), что является предпочтительнее.

Двойной бумажный фильтр, содержащий остаток, осторожно вынимают, помещают в экстракционный патрон (6.7) и высушивают до постоянной массы, например, нагреванием в микроволновой печи (см. 6.5) в режиме размораживания в течение 1 ч. Патрон достают из микроволновой печи и накрывают ватой (см. 5.7).

8.5 Экстракция

8.5.1 Экстракцию проводят, соблюдая инструкцию по эксплуатации устройства для экстракции.

8.5.2 В экстракционные чашки (см. 6.8) помещают от 5 до 10 стеклянных шариков (см. 5.3) и высушивают в сушильной печи (см. 6.4) не менее 30 мин при температуре (103 ± 2) °С. Экстракционные чашки переносят в эксикатор (см. 6.6) и охлаждают до комнатной температуры. Экстракционные чашки взвешивают и записывают их массу, m_4, с точностью до 0,1 мг.

8.5.3 Устанавливают температуру устройства для экстракции так, чтобы скорость потока растворителя составляла от 3 до 5 капель/с (около 10 см^3/мин). Прогревают устройство для экстракции (см. 6.1) и проверяют включение охлаждающей воды для обратного холодильника. Температура охлаждающей воды должна быть приблизительно 15 °С, скорость потока воды — до 2 дм^3/мин, чтобы предотвратить испарение растворителя из конденсаторов.

8.5.4 Патроны, содержащие навеску (см. 8.2) или навеску после гидролиза (см. 8.4), помещают в экстракционные колонны. Экстракционные чашки устанавливают под экстракционные колонны и закрепляют на месте. Проверяют, чтобы чашки соответствовали патронам.

8.5.5 В каждую экстракционную чашку добавляют такой объем петролейного эфира (см. 5.2), чтобы патроны в положении для кипячения были полностью погружены в растворитель.

8.5.6 Температуру кипения петролейного эфира поддерживают в течение 20 мин, промывают в течение 40 мин и удаляют растворитель в течение 10 мин.

8.5.7 Экстракционные чашки достают из экстрактора и помещают под вытяжку до выпаривания всех следов растворителя.

8.5.8 Чашки высушивают при температуре (103 ± 2) °С в сушильном шкафу (см. 6.4) в течение 2 ч, периода времени, достаточного для удаления воды. Пересушивание может окислять жир и давать завышенные результаты. Чашки охлаждают в эксикаторе (см. 6.6) до комнатной температуры, взвешивают и записывают массу, m_5, с точностью до 0,1 мг.

9 Обработка результатов

9.1 Определение содержания жира с предварительной экстракцией

Содержание жира в пробе w_1, %, вычисляют по формуле

$$w_1 = \left[\left(\frac{m_3 - m_2}{m_1}\right) + \left(\frac{m_5 - m_4}{m_1}\right)\right] \cdot 100, \quad (1)$$

где m_3 — масса экстракционной чашки со стеклянными шариками и высушенным экстрактом жира, полученным по 8.3, г;

m_2 — масса экстракционной чашки со стеклянными шариками, используемая в 8.3, г;

m_1 — масса навески (см. 8.2), г;

m_5 — масса экстракционной чашки со стеклянными шариками и высушенным экстрактом жира, полученным по 8.5, г;

m_4 — масса экстракционной чашки со стеклянными шариками, используемая в 8.5, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

Результат выражают с точностью до 0,1 %.

9.2 Определение содержания жира без предварительной экстракции

Содержание жира в пробе w_2, %, вычисляют по формуле

$$w_2 = \left(\frac{m_5 - m_4}{m_1}\right) \cdot 100, \quad (2)$$

где m_5 — масса экстракционной чашки со стеклянными шариками и высушенным экстрактом жира, полученным по 8.5, г;

m_4 — масса экстракционной чашки со стеклянными шариками, используемая в 8.5, г;

m_1 — масса навески (см. 8.2), г;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

Результат выражают с точностью до 0,1 %.

10 Прецизионность

10.1 Межлабораторные испытания

Результаты межлабораторных испытаний прецизионности метода приведены в приложении А. Значения, полученные в этих межлабораторных испытаниях, не могут быть применимы к диапазонам концентраций и пробам, отличающимся от описанных в настоящем стандарте.

10.2 Повторяемость

Абсолютная разность 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, использовавшим одно и то же оборудование, в течение короткого промежутка времени, не должна превышать более чем в 5 % случаев следующий предел повторяемости.

Для метода А для проб, содержание жира в которых составляет от 0,48 г/100 г до 25,77 г/100 г, r = 0,25 (статистические данные приведены в таблице А.1 и на рисунке А.1, приложение А).

Для метода В для проб, содержание жира в которых составляет от 1,07 г/100 г и 27,08 г/100 г, r = 0,35 (статистические данные приведены в таблице А.2 и на рисунке А.2, приложение А).

10.3 Воспроизводимость

Абсолютная разность между результатами двух независимых испытаний, полученными с использованием одного и того же метода на идентичных пробах в разных лабораториях разными операторами, использующими разное оборудование, не должна превышать более чем в 5% случаев следующий предел воспроизводимости.

Для метода А для проб, содержание жира в которых составляет от 0,48 г/100 г до 25,77 г/100 г, R = 0,63 (статистические данные приведены в таблице А.1 и на рисунке А.1, приложение А).

Для метода В для проб, содержание жира в которых составляет от 1,07 г/100 г и 27,08 г/100 г, R = 1,10 (статистические данные приведены в таблице А.2 и на рисунке А.2, приложение А).

10.4 Критическая разность

10.4.1 Общее

Критическую разность используют в том в случае, когда должна быть оценена разница между двумя средними значениями, полученными из двух результатов испытаний в условиях повторяемости, но предел повторяемости не может быть использован.

10.4.2 Сравнение двух групп измерений в одной лаборатории

Критическую разность между двумя средними значениями, полученными из двух результатов испытаний в условиях повторяемости, CD_{intra}, вычисляют по формуле

$$CD_{intra} = 2{,}8 \cdot s_r \cdot \sqrt{\frac{1}{2n_1} + \frac{1}{2n_2}} = 2{,}8 \cdot s_r \cdot \sqrt{\frac{1}{2}} = 1{,}98 \cdot s_r, \quad (3)$$

где s_r — стандартное отклонение повторяемости;

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

Абсолютная разность между двумя средними значениями, полученными из двух результатов испытаний в условиях повторяемости, не должна превышать более чем в 5% случаев следующую критическую разность.

Для метода А для проб, содержание жира в которых составляет от 0,48 г/100 г до 25,77 г/100 г, CD_{intra} = 0,42 (статистические данные приведены в таблице А.1 и на рисунке А.1, приложение А).

Для метода В для проб, содержание жира в которых составляет от 1,07 г/100 г и 27,08 г/100 г, CD_{intra} = 0,78 (статистические данные приведены в таблице А.2 и на рисунке А.2, приложение А).

10.4.3 Сравнение двух групп измерений в двух лабораториях

Критическую разность между двумя средними значениями, полученными из двух результатов испытаний в двух разных лабораториях, CD_{inter}, вычисляют по формуле

$$CD_{inter} = 2{,}8 \cdot \sqrt{s_R^2 - s_r^2\left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)} = 2{,}8 \cdot \sqrt{s_R^2 - 0{,}5s_r^2}, \quad (4)$$

где s_R — стандартное отклонение воспроизводимости.

Абсолютная разность между двумя средними значениями, полученными в двух разных лабораториях, не должна превышать более чем в 5% случаев следующую критическую разность.

Для метода А для проб, содержание жира в которых составляет от 0,48 г/100 г до 25,77 г/100 г, CD_{inter} = 0,57.

Для метода В для проб, содержание жира в которых составляет от 1,07 г/100 г до 27,08 г/100 г, CD_{inter} = 1,07.

10.5 Неопределенность измерения

Неопределенность измерения является параметром, характеризующим разброс значений, которые могли бы быть обоснованно приписаны измеряемой величине. Эта неопределенность устанавливается через статистическое распределение результатов, полученных в межлабораторных испытаниях, и характеризуется опытным стандартным отклонением.

В настоящем стандарте неопределенность u равна плюс или минус двойному стандартному отклонению воспроизводимости.

Для метода А для продуктов, содержание жира в которых составляет от 0,48 г/100 г до 25,77 г/100 г, $u = \pm 0{,}40$.

Для метода В для продуктов, содержание жира в которых составляет от 1,07 г/100 г до 27,08 г/100 г, $u = \pm 0{,}80$.

11 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать следующее:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;

b) использованный метод отбора проб, если известен;

c) использованный метод анализа со ссылкой на настоящий стандарт;

d) все детали работы, не установленные в настоящем стандарте или считающиеся необязательными, наряду с подробностями всех случаев, которые могли повлиять на результат(ы) испытания;

e) использовалась ли предварительная экстракция;

f) полученные результаты испытания или два полученных результата испытания, если проверена повторяемость.

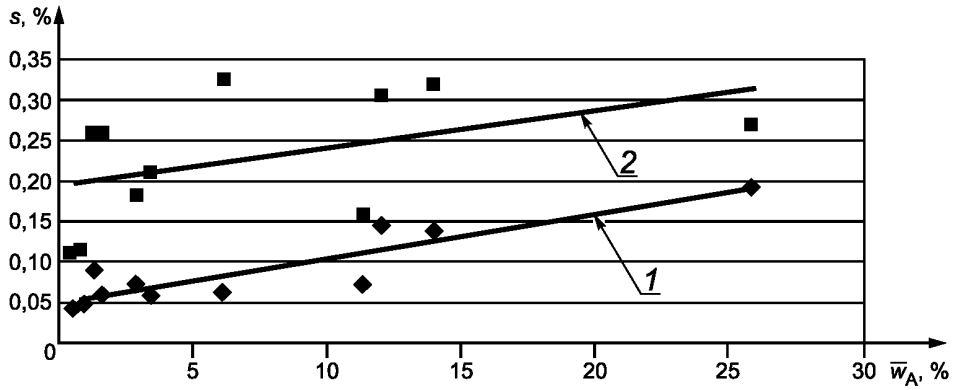
Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Межлабораторные испытания, организованные FOSS AB (Швеция) в 2005 г. с участием 15 лабораторий из восьми стран, были проведены на 11 пробах, представляющих собой различные зерновые, бобовые продукты и корма для животных.

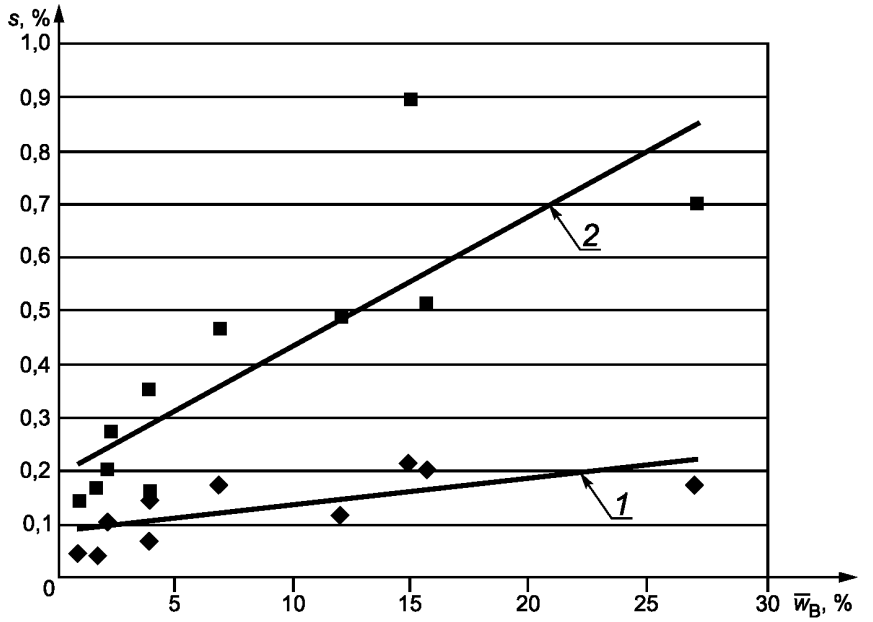
Две лаборатории были исключены из-за несоблюдения указанного метода. Одна лаборатория не представила данные для метода В.

Результаты остальных 13 лабораторий для метода А и 12 лабораторий для метода В подвергались статистическому анализу в соответствии с [3], полученные результаты точности указаны в таблицах А.1 и А.2.



s — стандартное отклонение; $\overline{w}_A$ — среднее содержание сырого жира (метод А); *1* — стандартное отклонение повторяемости $s_r = 0{,}0055 \cdot \overline{w}_A + 0{,}0485$; $R^2 = 0{,}7978$; *2* — стандартное отклонение воспроизводимости $s_R = 0{,}0046 \cdot \overline{w}_A + 0{,}1942$; $R^2 = 0{,}2075$

Рисунок А.1 — Стандартные отклонения повторяемости s_r и воспроизводимости s_R как функции содержания сырого жира (метод А) $\overline{w}_A$



s — стандартное отклонение; $\overline{w}_B$ — среднее содержание общего жира (метод В); *1* — стандартное отклонение повторяемости $s_r = 0{,}0052 \cdot \overline{w}_B + 0{,}0834$; $R^2 = 0{,}474$; *2* — стандартное отклонение воспроизводимости $s_R = 0{,}0245 \cdot \overline{w}_B + 0{,}1896$; $R^2 = 0{,}681$

Рисунок А.2 — Стандартные отклонения повторяемости s_r и воспроизводимости s_R как функции содержания общего жира (метод В) $\overline{w}_B$

Таблица А.1 — Статистические результаты определения сырого жира (метод А)

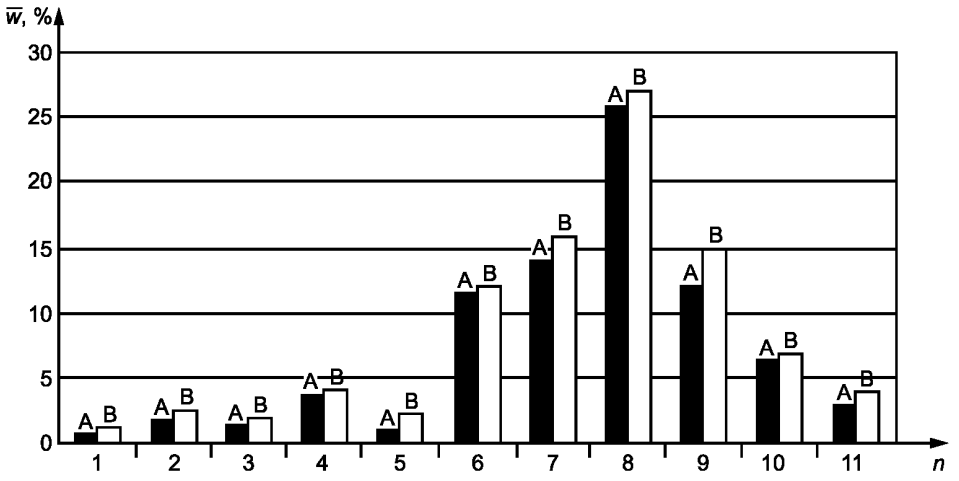
Проба (№)	Пропаренный рис	Целые ядра пшеницы	Ржаная мука	Сорго	Кус-кус (из твердых сортов пшеницы)	Смесь (multi-corn)	Сухарики	Кукурузный хлеб	Корма для крупного рогатого скота	Корма для кур	Корма для свиней
	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	(9)	(10)	(11)
Число лабораторий	13	13	13	13	13	13	13	13	13	13	13
Число лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	11	13	13	13	13	12	12	11	11	13	13
Среднее содержание сырого жира (метод А), г/100 г	0,481	1,621	1,316	3,412	0,842	11,362	13,969	25,773	11,943	6,19	2,928
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,041	0,058	0,092	0,058	0,046	0,070	0,137	0,193	0,145	0,063	0,073
Коэффициент вариации повторяемости $CV(r)$, %	8,5	3,5	6,9	1,7	5,5	0,6	1,0	0,8	1,2	1,0	2,5
Предел повторяемости $r = 2{,}8 \cdot s_r$, г/100	0,114	0,161	0,257	0,164	0,129	0,196	0,384	0,542	0,407	0,177	0,203
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100	0,109	0,258	0,259	0,210	0,111	0,157	0,318	0,270	0,303	0,324	0,182
Коэффициент вариации воспроизводимости $CV(R)$, %	22,6	15,8	19,5	6,2	13,1	1,4	23	1,0	2,5	5,2	6,2
Предел воспроизводимости, $R = 2{,}8 \cdot s_R$, г/100 г	0,304	0,723	0,725	0,588	0,310	0,440	0,891	0,757	0,849	0,906	0,509

Т а б л и ц а А.2 — Статистические результаты определения общего жира (метод В)

Проба (№)	Пропаренный рис	Целые ядра пшеницы	Ржаная мука	Сорго	Кус-кус (из твердых сортов пшеницы)	Смесь (multi-corn)	Сухарики	Кукурузный хлеб	Корма для крупного рогатого скота	Корма для кур	Корма для свиней
	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	(9)	(10)	(11)
Число лабораторий	12	12	12	12	12	12	12	12	12	12	12
Число лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	12	12	12	10	12	12	9	11	12	12	11
Среднее содержание сырого жира (метод В), г/100 г	1066	2,366	4,003	4,003	12,035	12,035	15,751	27,080	14,872	6,813	3,883
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,045	0,105	0,069	0,069	0,118	0,118	0,203	0,170	0,215	0,178	0,146
Коэффициент вариации повторяемости $CV(r)$, %	4,2	4,4	1,7	1,7	1,0	1,0	1,3	0,6	1,4	2,6	3,8
Предел повторяемости, $r = 2{,}8 \cdot s_r$, г/100	0,125	0,293	0,193	0,193	0,330	0,330	0,567	0,476	0,607	0,498	0,409
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100	0,143	0,271	0,158	0,158	0,480	0,480	0,511	0,698	0,896	0,463	0,351
Коэффициент вариации воспроизводимости $CV(R)$, %	13,4	11,5	3,9	3,9	4,0	4,0	3,2	2,6	6,0	6,8	9,0
Предел воспроизводимости, $R = 2{,}8 \cdot s_R$, г/100 г	0,401	0,759	0,442	0,442	1,344	1,344	1,431	1,954	2,509	1,296	0,982

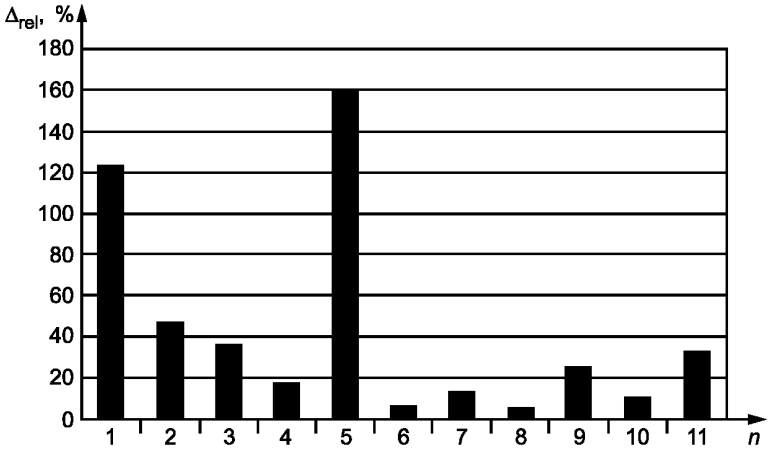
Приложение В
(справочное)

Сравнение содержания жира в пробах, использованных в межлабораторных испытаниях



A — метод А; В — метод В; n — номер пробы; $\overline{w}$ — среднее содержание жира

Рисунок В.1 — Сравнение содержания сырого жира (метод А, левый столбик) и общего жира (метод В, правый столбик)



n — номер пробы; Δ_{rel} — относительная разность

Рисунок В.2 — Относительная разность содержания общего жира (метод В) и сырого жира (метод А) в процентах от содержания сырого жира (метод А) для проб, использованных в межлабораторных испытаниях

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	IDT	ГОСТ ISO 3696—2013 «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта: - IDT — идентичный стандарт.		

Библиография

[1] ISO 712, Cereals and cereal products — Determination of moisture content — Routine reference method (Зерно и зернопродукты. Определение влажности. Регулярный эталонный метод)

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

[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 и результатов измерения. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения)

[4] ISO 6540, Maize — Determination of moisture content (on milled grains and on whole grains) (Кукуруза. Определение влажности (измельченных и целых зерен)

[5] ISO 6644, Flowing cereals and milled cereal products — Automatic sampling by mechanical means (Измельчитель крупы и молотые зерновые продукты. Автоматическая выборка с помощью механических средств)

[6] ISO 13690, Cereals, pulses and milled products — Sampling of static batches (Зерновые, бобовые и молотые продукты. Отбор статических партий)

[7] RANDALL, E.L. Improved method for fat and oil analysis by a new process of extraction. J. AOAC 1974, 57, pp. 1165—1168 (Рэндалл Е.Л. Усовершенствованный метод анализа жиров и масла на новом процессе добычи) Дж AOAC 1974 г., 57, стр. 1165—1168)

УДК 663/664.777:006.35 МКС 65.120 IDT

Ключевые слова: общий жир, сырой жир, гидролиз, экстракция, предварительная экстракция

Редактор *Н.Н. Мигунова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *А.А. Ворониной*

Сдано в набор 22.11.2016. Подписано в печать 16.12.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68. Тираж 36 экз. Зак. 3181.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

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

gost.e-ecolog.ru