МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 16472— 2014

КОРМА ДЛЯ ЖИВОТНЫХ

Определение содержания нейтрально-детергентной клетчатки с применением амилазы (аНДК)

(ISO 16472:2006, 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 Всероссийским научно-исследовательским институтом кормов им. В.Р. Вильямса (ГНУ ВИК Россельхозакадемии) на основе собственного аутентичного перевода международного 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 апреля 2014 г. № 66-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3168) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3168) 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
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 мая 2014 г № 452-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 16472—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2015 г.

5 Настоящий стандарт идентичен 16472:2006 Animal feeding stuffs – Determination of amylase-treated neutral detergent fibre content (aNDF) (Корма для животных. Определение содержания нейтрально-детергентной клетчатки с применением амилазы).

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 Федеральном агентстве по техническому регулированию и метрологии Российской Федерации.

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

Степень соответствия – идентичная (IDT)

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

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 ДЛЯ ЖИВОТНЫХ

Определение содержания нейтрально-детергентной клетчатки с применением амилазы (аНДК)

Animal feeding stuffs. Determination of amylase-treated neutral detergent fibre content (aNDF)

Дата введения — 2015—07—01

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ – Применение настоящего стандарта может включать 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 и определение применимости ограничений, налагаемых местными условиями.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения содержания нейтрально-детергентной клетчатки с применением амилазы (далее – аНДК) во всех типах кормов для животных.

Стандарт включает в себя гравиметрический рабочий и контрольный методы.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте используют следующий ссылочный документ. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 6498 Animal feeding stuffs. Preparation of test samples (Корма для животных. Подготовка проб для анализа)

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **содержание нейтрально-детергентной клетчатки с применением амилазы (содержание аНДК):** Массовая доля нерастворимого остатка клетчатки, определенная по методу, установленному в настоящем стандарте.

Примечание – Содержание аНДК выражается в процентах.

4 Сущность метода

Сущность метода заключается в использовании раствора нейтрального детергента (НД) и термостабильной альфа-амилазы для растворения легкоперевариимых белков, жиров, сахаров, крахмала и пектиновых веществ в кормах, оставляя нерастворимый волокнистый остаток, представляющий собой, главным образом, компоненты клеточных стенок растительных материалов (целлюлозы, гемицеллюлозы и лигнина) и нерастворимые азотистые вещества в кормах животного происхождения.

Издание официальное

5 Реактивы

Применяют только реактивы квалификации х.ч. для анализа, ч.д.а., если не установлено другое, и только дистиллированную или деминерализованную воду, или воду эквивалентной чистоты.

5.1 Сернистокислый натрий, безводный (Na_2SO_3).

5.2 Высушенная лущеная дробленая кукуруза (кукурузная мука грубого помола сырая), измельченная до прохода через сито с отверстиями 1 мм мельницы режущего типа.

5.3 Раствор иода, содержащий 2 г иодистого калия и 1 г иода в 100 $см^3$ воды.

Раствор хранят в бутыли из темного стекла.

5.4 Термо-стабильная альфа-амилаза, в виде раствора или водного экстракта лиофилизированного энзимного порошка (около 1 г порошка экстрагируют в 100 $см^3$ воды).

ПРИМЕР – Termamyl 120 l от Novo Enzymes или эквивалент.

Раствор термостабильной амилазы или экстракт порошка энзима стандартизируют таким образом, чтобы двукратное внесение раствора энзима по 2 $см^3$ обеспечило удаление крахмала из 0,5 г сырого кукурузного крахмала (5.2). Подробный метод стандартизации раствора термостабильной альфа-амилазы приведен в приложении В.

5.5 Раствор нейтрального детергента (НД)

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ вносят 400 – 500 $см^3$ воды. Добавляют 4,0 г гидроокиси натрия (NaOH), 14,6 г этилендиамин- NNNN-тетрауксусной кислоты (ЭДТА), 4,56 г двузамещенного фосфорнокислого натрия (Na_2HPO_4) и 6,81 г десятиводного борнокислого натрия ($Na_2B_4O_7 \cdot 10\ H_2O$) и перемешивают до растворения (при необходимости нагревают). NaOH и ЭДТА могут быть заменены 18,6 г динатриевой соли ЭДТА.

Под вытяжкой добавляют 30 г лаурил сульфата натрия и после его растворения – 10 $см^3$ триэтилен гликоля (противопенное средство). Доливают воду приблизительно до 950 $см^3$ и перемешивают. Устанавливают pH между 6,95 и 7,05 с помощью концентрированной хлористоводородной кислоты (HCl) или гидроокиси натрия (NaOH) и разбавляют водой до 1000 $см^3$. Если pH выходит за установленные пределы более чем на 0,5 ед. pH, раствор бракуют.

Раствор НД хранят при комнатной температуре. Если появляется осадок, раствор нагревают до 25 °С и перед использованием перемешивают. Регистрируют дату приготовления раствора НД, данные измерения pH и все проведенные регулирования pH в журнале приготовления реактивов.

6 Оборудование

Используют обычное лабораторное оборудование, в том числе, следующее:

6.1 Аналитические весы, обеспечивающие взвешивание с точностью до 0,0001 г.

6.2 Мельница циклон с ситом отверстиями 2 мм или режущая мельница с ситом отверстиями 1 мм, обеспечивающие измельчение проб до получения частиц средним размером 220 – 260 мкм.

6.3 Установка для кипячения с обратным холодильником, с индивидуальными нагревателями и водяными холодильниками, которые подходят к колбам вместимостью 600 $см^3$.

Приемлема любая установка, применяемая при определении сырой клетчатки. Нагреватель подбирают таким образом, чтобы обеспечить закипание 50 $см^3$ воды в течение 4 – 5 мин при использовании водяных холодильников. Допускается использовать установку типа Fibertec, на которой 50 $см^3$ воды закипает в течение 10 мин.

6.4 Тигли Гуча с дисками из фриттового стекла, крупной пористости (размер пор 40 – 60 мкм), высокие тигли вместимостью 40 – 50 $см^3$, или Р2 (размер пор 40 – 100 мкм) вместимостью 26 – 28 $см^3$.

Новые тигли моют и прокаливают при температуре 500 °С в течение 1 ч. После каждого использования тигли очищают путем прокаливания при температуре 500 °С в течение 3 ч, удаления золы, погружения в раствор детергента и обработки ультразвуком в течение 7 –10 мин. Споласкивают тигли горячей водой и замачивают в воде при комнатной температуре в течение не менее 30 мин. Днище каждого тигля снабжают резиновой пробкой, подогнанной к порту, который соединен с ловушкой и вакуумной линией. Каждый тигель промывают путем повторного погружения тигля в воду.

Периодически контролируют скорость фильтрования следующим образом. Каждый тигель наполняют 50 $см^3$ дистиллированной воды (25 $см^3$ для тиглей Р2 установки Fibertec) и регистрируют время, необходимое для полного вытекания воды без вакуума (должно быть (180 $\pm$ 60) с для тигля Гуча или (75 $\pm$ 30) с для Р2). Если время фильтрации менее 100 с (или менее 30 с для Р2), тигель

бракуют. Если время менее 120 с (или менее 45 с для Р2), проверяют диск из фриттового стекла на наличие трещин. Если фильтрование занимает более 240 с (или более 105 с для Р2), тигель моют кислотным или щелочным моющим раствором [1]. Если промывание не улучшает скорость фильтрования, тигель бракуют.

Вместо тиглей Р2, также можно использовать металлические тигли из нержавеющей стали с металлическим ситом из нержавеющей стали с отверстиями 90 мкм.

6.5 Вакуумный коллектор для фильтрования (например, типа Fibertec), который позволяет должным образом промыть остаток клетчатки.

Коллектор должен герметично соединяться с тиглем, чтобы уменьшить образование пены в вакуумных линиях. Используют толстостенные вакуумные шланги для присоединения коллектора к ловушке (4 – 18 дм^3) и источнику вакуума. Рекомендуется установить вакуумный резервуар (18 дм^3) между ловушкой и источником вакуума, чтобы обеспечить вакуум достаточной мощности для удаления пены.

6.6 Обеспечение горячей водой

Используют генератор непрерывной кипящей воды в соответствии с [1] или подходящее аналогичное оборудование. Источник должен обеспечивать горячей водой (более 95 °С) в количествах, достаточных для одновременного промывания всех проб через носик, дающий тонкую струю (скорость вытекания 35 – 40 см^3 за 10 с; приемлемым является наконечник 2,5 см имеющейся пластиковой пипетки). Тонкий носик способствует уменьшению количества воды, требующейся для переноса частичек в тигель, и создает давление воды, необходимое для удаления остатков, прилипших к стенкам колбы. Важно, чтобы добавляемая в тигли вода была горячей, особенно для проб, содержащих крахмал, пектиновые вещества, слизи или глико-протеины. Для установки типа Fibertec используют шприц с носиком, дающим конусообразную струю для смывания частичек с холодильников и 60 см^3 шприц с 12-игольчатым носиком, который имеет длину 10 см, чтобы смыть все остатки, прилипшие к холодильникам.

7 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода, установленного настоящим стандартом. Рекомендованный метод отбора проб приведен в [2].

Важно, чтобы в лабораторию поступила проба, которая действительно является представительной и не была повреждена или изменена при транспортировании или хранении.

8 Подготовка проб для анализа

Лабораторную пробу готовят по ISO 6498.

Для хранения и облегчения измельчения лабораторная проба должна быть сухой (около 90 % сухого вещества). Чтобы предотвратить образование искусственной клетчатки, сырую пробу сушат при температуре менее 60 °С. Результат анализа зависит от размера частиц лабораторной пробы. Лабораторную пробу измельчают до получения среднего размера частиц 220 – 260 мкм (см. 6.2). При измельчении лабораторная проба разделяется, и материал с высоким содержанием клетчатки проходит через измельчитель последним. Материал в измельчителе не отбрасывают, смешивают его с материалом из приемника измельчителя. Перемешивают измельченную пробу путем помещения ее на квадратный лист бумаги (приблизительно 40 × 40 см), загнутый вдоль обеих диагоналей. Приподнимают противоположные углы листа, чтобы сдвинуть пробу по направлению к центру. Лист снова расстилают, поворачивают его на 90° и приподнимают другие два угла. Повторяют 11 раз. Пробу переносят в подходящий контейнер.

Примечание – Сырую пробу можно анализировать на содержание аНДК; однако это не принято, потому что трудно измельчить пробу до вышеуказанного размера частиц.

9 Проведение испытания

9.1 Проведение испытания по методу, описанному в [1].

9.1.1 Анализируемая проба

Пустые тигли сушат при температуре (105 ± 1) °С в течение 4 ч, затем их взвешивают. Записы-

вают массу тиглей для проб (m_C) или холостых опытов (m_b) с точностью 0,0001 г.

Анализируемую пробу тщательно перемешивают и взвешивают (1 ± 0,001) г воздушно-сухого корма или эквивалентное количество сырой анализируемой пробы (m_S) в тигель или колбу для кипячения с обратным холодильником в зависимости от необходимости предварительного обезжиривания.

Неоднородные пробы, которые необходимо измельчить, следует высушить (раздел 8). Напрямую берут анализируемые пробы только из тех сырых проб, которые могут быть легко гомогенизированы.

Если результаты требуется выразить в пересчете на сухое вещество, одновременно берут анализируемую пробу для определения сухого вещества.

Добавляют одну пробу внутреннего контроля и два холостых опыта для первых 20 – 30 проб в серии и добавляют один контрольный и один холостой опыт на каждые дополнительные 20 – 30 проб.

9.1.2 Предварительное обезжиривание

Пробы, содержащие жира более 5 %, рекомендуется предварительно экстрагировать. Пробы с содержанием жира более 10 % следует предварительно экстрагировать для удаления жира.

Для предварительной экстракции ацетоном анализируемую пробу помещают в тигель и его взвешивают. Тигель помещают на коллектор для фильтрования и экстрагируют четыре раза по 40 – 50 см^3 ацетона (замачивают и оставляют на не менее чем 5 мин и три раза перемешивают в течение каждого замачивания). Применяют вакуум для удаления следов ацетона, подсушивают на воздухе в течение 10 – 15 мин, чтобы убедиться в полном удалении следов ацетона, и переносят в колбу для кипячения с обратным холодильником. Раствор НД после кипячения пробы фильтруют через тот же тигель.

Если используется вспомогательное средство для фильтрования, его следует сушить и взвешивать вместе с тиглем, затем перенести в другой контейнер перед помещением анализируемой пробы в тигель и экстракции ацетоном. Вспомогательное средство для фильтрования снова помещают в тигель перед фильтрованием жидкости после экстракции с помощью НД.

9.1.3 Кипячение

В каждую колбу для кипячения вносят (0,5 ± 0,1) г сернистокислого натрия (5.1), пользуясь градуированной ложечкой, добавляют (50 ± 5) см^3 раствора НД (5.5) и перемешивают круговыми движениями (это особенно важно для крахмалистых кормов, которые прилипают ко дну колбы во время кипячения). Не следует добавлять НД и сернистокислый натрий более чем за 60 мин до кипячения.

Нагревают до закипания в течение 4 – 5 мин, добавляют 2 см^3 стандартизованного раствора амилазы (5.4), переводят в жидкость все частички, прилипшие ко дну или боковым стенкам колбы, и перемешивают круговыми движениями.

Кипятят в течение 60 мин, нагревая таким образом, чтобы наблюдалось энергичное движение частиц, но не допуская избыточного пенообразования, которое может перенести частицы на стенки колбы. Пробы могут интенсивно вспениваться в течение 1 – 2 мин (не следует снижать температуру нагревательного прибора). Омывают стенки колбы минимальным количеством раствора НД, используя склянку с тонкой насадкой, через 5 – 10 мин после добавления амилазы, и смывают по мере необходимости для перевода в жидкость частиц со стенок колбы (дважды максимально).

9.1.4 Фильтрование

После окончания кипячения колбу снимают с нагревательного устройства и оставляют для осаждения частиц на 30 – 60 с. Молочный цвет раствора и наличие шариков жира на его поверхности свидетельствуют о высоком содержании жира в анализируемой пробе, в этом случае анализ необходимо повторить, начиная с 9.1.2.

В тигель помещают тефлоновую палочку для помешивания и предварительно нагревают путем добавления 40 см^3 горячей воды в течение 30 – 60 с. Воду удаляют с помощью вакуума и сразу декантируют 30 – 40 см^3 верхнего слоя раствора из колбы, держа колбу перевернутой над тиглем. Используют минимальный вакуум для удаления избытка жидкости и выключают вакуум до того, как остаток в тигле станет сухим.

Примечание – Избыточный вакуум и удаление жидкости до сухости остатка некоторых проб вызывает забивание тигля, что мешает надлежащей промывке.

Смывают все неприлипшие частицы в тигель тонкой струей горячей воды. Тигель наполовину наполняют горячей водой. Добавляют 2 см^3 рабочего раствора амилазы (5.4) и перемешивают.

Реакцию с амилазой проводят в течение 45 – 60 с, в это время соскребают частицы со дна и стенок колбы с помощью палочки с резиновым наконечником. Удаляют раствор амилазы и все

оставшиеся частицы переносят из колбы в тигель горячей водой в количестве 20 – 30 см^3. Обычно достаточно двукратного смывания. После переноса остатка из колбы тигель на три четверти наполняют горячей водой и оставляют замачиваться в течение 3 мин.

Удаляют воду, добавляют 40 – 50 см^3 горячей воды, оставляют замачиваться в течение 3 – 5 мин, и повторяют процедуру. Если раствор трудно фильтруется после первого замачивания, добавляют дополнительно 2 см^3 рабочего раствора амилазы. Если остаток полупрозрачный и фильтруется все труднее с каждым дополнительным замачиванием, исключают третье замачивание водой. Если тигель забивается, его продувают обратным потоком, вынимая и снова вставляя в фильтровальную установку.

Удаляют воду, наполняют тигель 40 – 50 см^3 ацетона, перемешивают для диспергирования частиц, замачивают в течение 3 – 5 мин, и повторяют процедуру. Смывают палочку в тигель для удаления всех приставших частиц клетчатки. До добавления ацетона не удаляют воду полностью из остатка клетчатки с помощью вакуума. Избыточное высушивание уплотняет остаток и делает трудным диспергирование частиц, что мешает экстракции ацетоном.

При помощи вакуума высушивают анализируемую пробу. Снимают тигель с коллектора и сушат в воздухе в течение 10 – 60 мин для удаления ацетона.

9.1.5 Сушка

Тигли сушат при температуре (105 ± 1) °С в течение не менее 8 ч. Охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью 0,0001 г (m_{ce} и m_{be}).

9.1.6 Озоление

Прокаливают тигель с остатком в муфельной печи при температуре (500 ± 20) °С в течение 5 ч или до освобождения от частичек угля. Охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью 0,000 1 г (m_{ca} и m_{ba}).

9.2 Определение на установке типа Fibertec

9.2.1 Анализируемая проба

В тигель Р2 помещают средство для облегчения фильтрования, высушивают при температуре (105 ± 1) °С в течение 2 – 4 ч и взвешивают с точностью 0,0001 г (m_c или m_b). Анализируемую пробу тщательно перемешивают и помещают в тигель(0,5 ± 0,0500) г воздушно-сухого корма или эквивалентное количество сырой анализируемой пробы (m_s).

Если результаты требуется выразить в пересчете на сухое вещество, одновременно берут вторую анализируемую пробу для определения сухого вещества. Добавляют одну пробу внутреннего контроля и два холостых опыта для первых от 20 до 30 проб в серии и добавляют один контрольный и один холостой опыт на каждые дополнительные от 20 до 30 проб.

9.2.2 Предварительное обезжиривание

Пробы, содержание жира в которых неизвестно, следует предварительно экстрагировать. Пробы с содержанием жира более 10 % должны быть предварительно экстрагированы для удаления жира.

Помещают тигель в блок холодной экстракции и экстрагируют четыре раза по 20 – 30 см^3 ацетона (анализируемую пробу замачивают в течение не менее 5 мин и перемешивают три раза в течение каждого замачивания). Вакуумом удаляют следы ацетона, высушивают на воздухе в течение 10 – 15 мин, чтобы убедиться в полном удалении следов ацетона.

9.2.3 Кипячение

Запускают установку типа Fibertec, следуя инструкциям производителя.

Добавляют (0,5 ± 0,1) г сернистокислого натрия и (50 ± 5)см^3 раствора НД (5.5) в каждый тигель и перемешивают, используя обратное давление (это очень важно для крахмалистых кормов, которые прилипают ко дну тигля во время кипячения). НД и сернистокислый натрий добавляют к анализируемой пробе не позже чем за 60 мин до кипячения. Приливают 2 см^3 стандартизованного раствора амилазы (5.4) и нагревают в течение 10 мин до кипения. Используют обратное давление для смешивания амилазы с раствором НД и анализируемой пробой.

Кипятят в течение 60 мин. Пробы могут сильно вспениваться в течение 1– 2 мин (не снижают температуру нагревателя). Омывают стенки колбы минимальным количеством НД, используя склянку с тонким носиком, через 5 – 10 мин после добавления амилазы, и смывают по мере необходимости, чтобы перевести в жидкость частицы со стенок колбы (дважды максимально).

9.2.4 Фильтрование

Молочный цвет раствора и наличие шариков жира на его поверхности свидетельствуют о высоком содержании жира в анализируемой пробе, в этом случае анализ необходимо повторить, начиная с 9.2.2.

Удаляют жидкость, не позволяя остатку высохнуть. Используют минимальный вакуум для удаления избытка жидкости и выключают вакуум до того, как остаток высохнет.

Примечание – Избыточный вакуум и удаление жидкости до сухости остатка некоторых проб вызывает забивание тигля, что мешает надлежащей промывке.

Добавляют 30 см^3 горячей воды (80 °С) и 2 см^3 стандартизованного раствора амилазы (5.4). Используют обратное давление для смешивания раствора амилазы при начальном замачивании водой. Удаляют амилаза-водную смесь после 60 с реакции.

Примечание – Тигли могут быть переставлены из блока горячей фильтрации в блок холодной фильтрации для последующих замачиваний проб, которые легко фильтруются. Это позволяет начать НД экстракцию следующей партии проб в блоке горячей фильтрации. Труднофильтрующиеся пробы могут быть промыты на нагревателе установки Fibertec с уменьшенным нагревом, чтобы минимизировать движение частиц.

Добавляют 30 см^3 горячей воды, замачивают в течение 3 – 5 мин и удаляют воду. Если остаток плохо фильтруется после первого замачивания, прибавляют дополнительно 2 см^3 раствора амилазы. Если остаток полупрозрачный и фильтруется все труднее с каждым дополнительным замачиванием, исключают третье замачивание водой. Если тигли забиваются, их продувают обратным током воздуха, используя минимальное обратное давление.

До промывания ацетоном не рекомендуется с помощью вакуума полностью удалять воду из остатка клетчатки. Избыточное высушивание уплотняет остаток и делает затруднительным диспергирование частичек в ацетоне, что мешает экстракции ацетоном.

Тигли переносят в блок холодной экстракции. Наполняют тигли 30 см^3 ацетона и используют минимальное обратное давления для разбивания частиц. Замачивают в течение 3 – 5 мин и удаляют ацетон с помощью вакуума. Повторяют промывание ацетоном.

Сушат остаток вакуумом, удаляют тигель из коллектора и сушат на воздухе в течение 10 – 60 мин для удаления ацетона.

9.2.5 Сушка

Тигли сушат при температуре (105 ± 1) °С в течение не менее 8 ч. Охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью 0,0001 г (m_{ce} и m_{be}).

9.2.6 Озоление

Прокаливают тигель с остатком в муфельной печи при температуре (500 ± 20)°С в течение 5 ч или до освобождения от частичек угля. Охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью 0,000 1 г (m_{ca} и m_{ba}).

9.3 Модификации анализа для специфичных типов проб

9.3.1 Если раствор НД после экстракции молочного цвета, непрозрачен и медленно фильтруется во время переноса остатка или после первого замачивания водой, предполагается высокое содержание крахмала. Применяют дополнительную обработку 2 см^3 амилазы во время второго замачивания водой. Сокращают длительность времени замачивания до минимума, чтобы сохранить замачивающие растворы горячими (более 85 °С).

9.3.2 Если остаток закупоривает тигель во время переноса и дополнительная амилаза не улучшает фильтрование, проба может содержать остатки белковых веществ, камеди или слизи (как в случае с мясными продуктами и мукой некоторых масличных семян). Предварительное нагревание тигля горячей водой является решающим условием при фильтровании этих материалов. Наилучшее средство для облегчения фильтрования этих материалов — 15 г (6 – 8 г для Fibertec P2) кварцевого песка (песок, кристобалит, очищенный кислотой, 40 – 200 меш, Fluka Cat. No. 84880 или эквивалент)[1)]. Клейкие вещества в этих кормовых материалах прилипают к частицам песка, что предотвращает закупоривание ими фриттового диска и позволяет промыть остатки. Все средства для облегчения

[1)] Пример подходящего продукта, имеющегося в продаже. Информация представлена для удобства пользователей настоящего стандарта и не указывает на предпочтение, оказываемое названному продукту со стороны разработчика. Допускается использовать другие продукты, если они приводят к таким же результатам.

фильтрования следует добавлять в тигли (включая холостые опыты) до регистрации начальной массы.

9.3.3 Если остаток клетчатки имеет глянцевитый, полупрозрачный вид и фильтрование становится все более затруднительным с каждым замачиванием водой, существует вероятность присутствия пектиновых веществ. В этом случае предварительно нагревают тигель горячей водой и остаток переносят как можно быстрее, не оставляя для осаждения после снятия с установки для кипячения с обратным холодильником. Сокращают каждый раз длительность замачивания, чтобы поддерживать температуру более 85 °С, для предотвращения охлаждения и желатинирования пектина в тигле. Следующие средства для фильтрования могут улучшить фильтрование (в порядке предпочтения): 12 – 15 г (6 – 8 г для Fibertec P2) кварцевого песка, 0,25 г (0,15 г для Fibertec P2), маты из стекловаты и стекломикроволокна (4,25 см Whatman GF/D или эквивалент)[1].

9.3.4 Если плавают шарики жира на поверхности НД или промывной воды и проба трудно фильтруется, или известно, что проба содержит более 10 % жира, его следует предварительно экстрагировать ацетоном или эфиром (9.1.2 или 9.2.2).

9.3.5 Если проба содержит мелкие частицы, хлопьевидный осадок, почву (тонкая глина) или каловое вещество, максимально увеличивают длительность осаждения, до 2 мин после снятия с установки для кипячения с обратным холодильником, и используют средство для фильтрования в тигле. Средства для фильтрования (в порядке предпочтения) включают: маты из микростекловолокна, керамическое волокно, 12 – 15 г кварцевого песка, и 0,25 г стекловаты. Микроволокнистые маты могут быть осторожно удалены для обновления поверхности при фильтровании.

9.3.6 Если при использовании упомянутых модификаций затруднения при проведении анализа остаются, уменьшают количество анализируемой пробы до 0,3 г и повторяют анализ со средством для фильтрования в тигле. Уменьшение количества анализируемой пробы повысит влияние ошибки взвешивания и увеличит вариацию результатов. Иногда снижение количества анализируемой пробы и увеличение количества НД до 70 – 100 $см^3$ является полезным. Если содержание клетчатки менее 1,5 %, количество пробы не уменьшают; если фильтрование невозможно, результаты записывают, как трудновыполнимый анализ, содержание клетчатки менее 1,5 %.

9.3.7 Ацетон не добавляют до удаления всей промывной воды. Хотя это иногда улучшает фильтрование, но при этом не удаляется детергент или растворенные в детергенте вещества из остатка. Добавление ацетона до завершения промывания водой будет давать завышенные значения содержания клетчатки.

9.4 Обеспечение качества

9.4.1 Соблюдают правила приготовления реактива и стандартизации амилазы. Проверяют pH каждой партии раствора НД и, если требуется, доводят до нужного значения. Определяют активность каждого источника и партии амилазы в горячем растворе НД и соответственно с ней готовят рабочий раствор амилазы. Проверяют активность основного раствора амилазы каждые 6 мес во время хранения и соответственно регулируют концентрацию рабочего раствора.

9.4.2 Включают не менее одной пробы внутреннего контроля или пробы контроля качества (КК) и два холостых опыта для первых 20 – 30 проб в серии и добавляют одну пробу контроля качества и один холостой опыт на каждые дополнительные 20 – 30 анализируемых проб. Подходящими материалами КК являются пивная дробина, злаковое сено или кукурузный силос, высушенные при температуре менее 60 °С. Каждый из этих материалов проявляет чувствительность к изменениям в реактивах и процедуре анализа, однако кукурузный силос предпочтительнее, потому что он содержит крахмал и травянистые клеточные стенки. Приемлемое стандартное отклонение между повторными анализами контрольного материала должно составлять ± 1,00 % аНДК. Результаты анализа КК пробы наносят на X-контрольную карту и проверяют на тренды. Результаты за пределами выше или ниже предупредительных норм (± 2,00 стандартного отклонения) свидетельствуют о возможных проблемах с аналитической системой. Результаты за пределами выше или ниже контрольных норм ± 3,00 стандартного отклонения показывают потерю контроля качества, результаты анализа партии бракуют и повторяют анализ партии. Результаты двух последовательных анализов, лежащие на одной стороне среднего значения между предупредительными и контрольными нормами, также свидетельствуют потерю контроля качества анализов.

9.4.3 Если анализы выполняются без повторностей, в каждую серию включают не менее одного набора с двумя повторностями. Повторности не следует анализировать друг за другом, а лучше в

[1] Пример подходящего продукта, имеющегося в продаже. Информация представлена для удобства пользователей настоящего стандарта и не указывает на предпочтение, оказываемое названному продукту со стороны разработчика. Допускается использовать другие продукты, если они приводят к таким же результатам.

начале и конце серии. Приемлемая разница между двумя повторными анализами колеблется от 1,50 % аНДК для проб с содержанием аНДК менее 20 %, до 3,00 % аНДК для проб с содержанием аНДК более 70 %.

9.4.4 Изменение массы холостых тиглей после экстракции НД или прокаливания должно быть не более 0,01 г . Если массы холостых тиглей изменяются более чем на 10 мг или массы тиглей после прокаливания меньше, чем массы пустых тиглей, значит тигли были недостаточно очищены или имеются нарушения правил взвешивания на аналитических весах.

10 Обработка результатов анализа

10.1 Расчет результатов анализа

Вычисляют содержание аНДК в полученной пробе в процентах ($w_{aНДК,ar}$) или аНДК в процентах в сухом веществе ($w_{aНДК,dm}$) по следующим формулам.

$$w_{aNDF,ar} = 100 \times \frac{(m_{ce} - m_c - m_{be} + m_b)}{m_s},$$

$$w_{aNDF,dm} = 100 \times \frac{(m_{ce} - m_c - m_{be} + m_b)}{m_s \times D},$$

где $w_{aNDF,ar}$ – содержание нейтрально-детергентной клетчатки с применением амилазы в полученной пробе, %;

$w_{aNDF,dm}$ – содержание нейтрально-детергентной клетчатки с применением амилазы в сухом веществе, %;

m_{ce} — масса пробы и тигля после экстракции и сушки, г;

m_c — масса тигля, включая средство для фильтрования, до помещения пробы, г;

m_s — масса анализируемой пробы, г;

m_b — средняя масса тигля холостого опыта, включая средство для фильтрования, г;

m_{be} — средняя масса тигля холостого опыта, включая средство для фильтрования после экстракции и сушки, г;

D — сухое вещество (масса после сушки в шкафу / масса воздушно-сухой или сырой пробы), г.

аНДК в расчете на органическое вещество ($w_{om,ar}$) или сухое органическое вещество ($w_{om,dm}$) вычисляют по следующим формулам:

$$w_{om,ar} = 100 \times \frac{(m_{ce} - m_{ca} - m_{be} + m_{ba})}{m_s},$$

$$w_{om,dm} = 100 \times \frac{(m_{ce} - m_{ca} - m_{be} + m_{ba})}{m_s \times D},$$

где: $w_{om,ar}$ — аНДК в органическом веществе, полученной пробе, %;

$w_{om,dm}$ — аНДК в органическом веществе, в расчете на сухое вещество, %;

m_{ca} — масса тигля, включая средство для фильтрования, после прокаливания, г;

m_{ba} — средняя масса тигля холостого опыта, включая средство для фильтрования, после прокаливания, г;

D — сухое вещество (масса высушенной пробы/ масса воздушно-сухой или сырой пробы), г.

10.2 Выражение результатов

Результаты выражают с точностью до 0,1 %. Результаты менее 1,5 % для аНДК или аНДК в органическом веществе следует выразить как «аНДК менее 1,5 %» или «аНДК в органическом веществе менее 1,5 %».

Когда содержание клетчатки менее 25 %, требуется поправка на холостой опыт.

Массы тиглей после озоления (m_{ca}), которые меньше, чем массы пустых тиглей (m_c), показывают, что тигли теряют массу в ходе определения аНДК. Масса тигля после прокаливания (m_{ca}) является наиболее точным определением правильной массы тигля для вычисления содержания клетчатки и должна быть использована для вычисления аНДК в органическом веществе. В этом случае аНДК органического вещества является более точным определением содержания клетчатки, чем аНДК.

Если результаты анализа проб внутреннего контроля или контроля качества выходят за пределы контрольных норм, результаты не представляют и пробы анализируют повторно.

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторные испытания

Значения повторяемости и воспроизводимости получены по результатам межлабораторных испытаний, выполненных в соответствии с [3]. Подробности межлабораторных испытаний приведены в приложении А. Значения, полученные по результатам этих испытаний, неприменимы к диапазонам концентраций и матрицам, отличающимся от приведенных.

11.2 Повторяемость

Абсолютная разница между результатами двух независимых единичных испытаний, полученных по одному и тому же методу на идентичном испытуемом материале в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором на одном и том же оборудовании в течение короткого интервала времени в более чем 5 % случаев, не должна превышать от 1,8 % до 4,7 % для аНДК или от 1,4 % до 5,5 % для аНДК органического материала в зависимости от типа пробы (приложение А).

11.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между результатами двух единичных испытаний, полученных по одному и тому же методу на идентичном испытуемом материале в разных лабораториях разными операторами на разном оборудовании в более чем 5 % случаев не должна превышать 1,8 % – 6,2 % для аНДК или 1,0 % – 8,1 % для аНДК органического материала в зависимости от типа пробы (приложение А).

12 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

– всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

– 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(е) результат(ы) испытания, четко обозначив вид определенной аНДК (например, аНДК органического вещества в расчете на сухое вещество);

– если контролировалась повторяемость, то конечный полученный результат.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

А.1 Межлабораторные испытания были организованы AOAC INTERNATIONAL в 2001 г. и выполнялись в соответствии с [3]. В этих испытаниях приняли участие тринадцать лабораторий. Были исследованы одиннадцать материалов, включая силос из люцерны (1), пивную дробину (2), жом цитрусов (3) и свекловичный, зерно кукурузы в початках (4), силос кукурузный (5), стебли кукурузы (6), комбинированный корм для молочного скота (7), сено злаковое (8), заменитель молока (9.), жареные соевые бобы (10) и опилки (11).

Таблица А.1 — Результаты межлабораторных испытаний по определению аНДК

Наименование характеристики	Проба[a]										
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Количество лабораторий после исключения выбросов	12	12	13	12	13	12	13	13	12	11	12
Среднее содержание аНДК, % (с поправкой на холостой опыт, в сухом веществе)	40,8	49,2	29,9	21,7	37,2	73,1	12,9	58,2	neg.*	13,5	90,0
Стандартное отклонение повторяемости (s_r), %	0,9	1,7	1,0	0,6	0,8	0,6	0,8	1,1	0,7	0,8	1,7
Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	2,2	3,4	3,4	2,9	2,0	1,4	6,4	1,9	neg.*	6,0	1,9
Предел повторяемости r [r = 2,8 s_r], %	2,5	4,6	2,8	1,8	2,1	1,8	2,3	3,1	1,8	2,3	4,7
Значение Horrat для повторяемости	1,5	1,5	1,6	1,7	1,3	0,6	3,6	1,3	-	3,4	1,4
Стандартное отклонение воспроизводимости (s_R), %	0,9	2,2	1,4	0,8	0,9	1,1	1,3	1,5	0,7	1,6	2,1
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %	2,2	4,4	4,6	3,7	2,4	1,5	10,1	2,6	neg.*	11,8	2,4
Предел воспроизводимости (R) (R= 2,8 s_R), %	2,5	6,2	3,9	2,3	2,4	3,1	3,6	4,3	1,8	4,5	6,0
Значение Горрата для воспроизводимости	0,9	2,0	1,9	1,5	1,0	0,7	3,7	1,2	-	4,4	1,1
*neg. – отрицательное значение.											

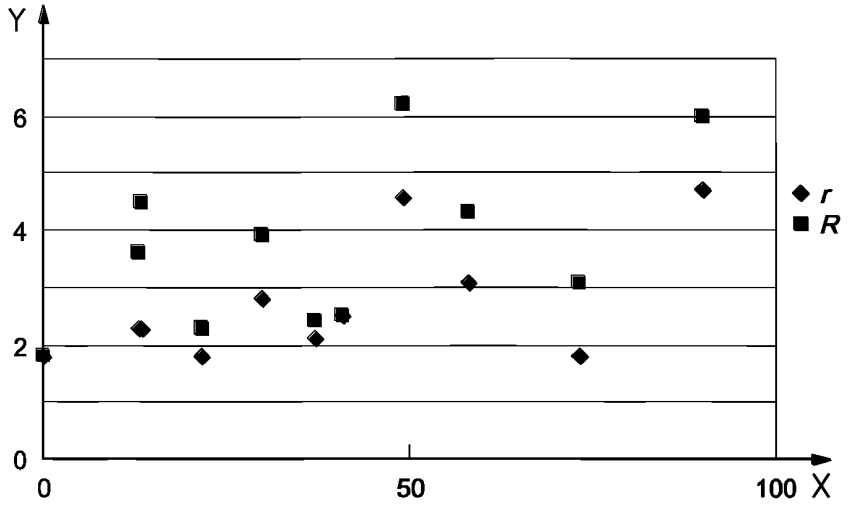
Таблица А.2 — Результаты межлабораторных испытаний по определению аНДК в органическом веществе

Наименование характеристики	Проба*										
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Количество лабораторий после исключения выбросов	13	12	13	12	13	12	13	13	12	13	12
Среднее содержание aNDF, % (с поправкой на холостой опыт, в сухом органическом материале)	39,3	48,1	27,4	21,5	36,4	69,4	12,3	55,6	0,11	14,1	88,7
Стандартное отклонение повторяемости (s_r), %	0,9	1,8	0,7	0,5	0,6	1,0	0,7	1,9	0,2	2,0	1,9
Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	2,3	3,7	2,7	2,3	1,6	1,4	5,7	3,3	195,4	14,0	2,1
Предел повторяемости r [r = 2,8 s_r], %	2,5	5,0	2,1	1,4	1,6	2,8	1,9	5,2	0,6	5,5	5,2
Значение Horrat для повторяемости	1,5	2,5	1,7	1,4	1,0	1,0	3,1	2,3	52,6	7,9	1,6
Стандартное отклонение воспроизводимости (s_R), %	1,2	2,3	1,1	0,8	0,9	1,5	1,2	2,2	0,4	2,9	2,1
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %	3,1	4,9	3,9	3,5	2,4	2,1	9,5	3,9	340,2	20,6	2,4
Предел воспроизводимости (R) [R= 2,8 s_R], %	3,4	6,6	3,0	2,1	2,5	4,1	3,3	6,0	1,0	8,1	6,0

Окончание таблицы А.2

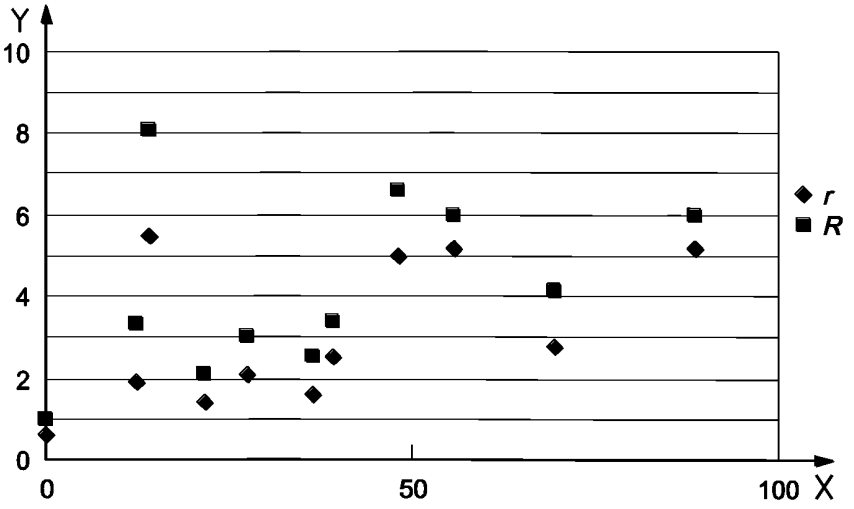
Наименование характеристики	Проба*										
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Значение Горрата для воспроизводимости	1,3	2,2	1,6	1,4	1,0	1,0	3,5	1,8	61,3	7,7	1,2
* Пробы те же, что в таблице А.1.											

Примечание – Значение Горрата, равное 1, обычно показывает удовлетворительную прецизионность, в то время как значение > 2 показывает неудовлетворительную прецизионность, т.е. прецизионность, которая слишком варьирует для большинства аналитических целей, или где полученная вариация выше, чем можно было ожидать для примененного типа метода.



X – среднее значение аНДК, %; *Y* – значения прецизионности, %

Рисунок А.1 — Взаимосвязь между показателями прецизионности (*r*, *R*) и средним значением аНДК



X – среднее содержание аНДК в органическом материале, %; *Y* – показатели прецизионности

Рисунок А.2 — Взаимосвязь между показателями прецизионности (*r*, *R*) и средним значением аНДК в органическом материале

Приложение В
(справочное)

Стандартизация рабочего раствора термостабильной альфа-амилазы

В. 1 Раствор термо-стабильной амилазы или экстракт порошка энзима стандартизируют таким образом, чтобы двукратное внесение раствора энзима по 2 $см^3$ обеспечило удаление крахмала из 0,5 г сырого кукурузного крахмала.

a) Взвешивают (0,5 ± 0,005) г высушенной и очищенной от оболочек дробленой кукурузы в каждую из шести колб, подобных тем, которые используются для экстракции пробы.

b) Предварительно нагревают калиброванные установки для кипячения с обратным холодильником, готовят ледяную баню со льдом для охлаждения стаканов (содержащую достаточно льда для поддержания температуры 1 °С) и готовят баню с умеренной температурой (узкий поддон, содержащий воду с температурой 20 °С и глубиной, превышающей высоту растворов в емкостях. Добавляют в колбы 50 $см^3$ раствора НД (не добавляют сернистокислый натрий), перемешивают круговыми движениями, и помещают, с интервалами в 1 мин, на предварительно нагретую установку для кипячения с обратным холодильником.

c) Когда НД начнет закипать (приблизительно 5 мин), добавляют одну из шести доз основного раствора или экстракта порошка (в геометрической прогрессии: например, 0 $см^3$, 0,025 $см^3$, 0,05 $см^3$, 0,10 $см^3$, 0,20 $см^3$ и 0,40 $см^3$; точные дозы зависят от источника амилазы) в колбы в возрастающем порядке.

d) Кипятят в течение 10 мин, снимают с интервалами в 1 мин, добавляют вторую дозу амилазы (в соответствии с первой), перемешивают и ополаскивают стенки колб, используя минимум НД комнатной температуры.

f) Подвергают реакции со второй дозой в течение 60 с и фильтруют через стекловату или двойной слой марли в стеклянный стакан вместимостью 100 $см^3$. Готовят холостой опыт путем добавления двух средних доз к 40 $см^3$ раствора НД комнатной температуры в стеклянном стакане вместимостью 100 $см^3$.

g) Стаканы, за исключением холостого опыта, помещают в ледяную баню. Через 5 мин их удаляют из ледяной бани (температура растворов должна быть около 1 °С) и все стаканы помещают в баню с умеренной температурой (20 °С).

h) Когда температура растворов достигнет (20,0 ± 0,5)°С (более 5 мин), стаканы вынимают из бани с умеренной температурой и расставляют в порядке увеличения доз энзима на белом фоне в заднем плане.

i) Быстро в стаканы добавляют 0,5 $см^3$ раствора иода и перемешивают.

j) Через 90 с смотрят через растворы сверху и быстро (до истечения 120 с) приходят к решению о цвете каждого раствора, пользуясь следующей шкалой:

- пурпурный раствор означает нехватку энзима;
- розово-янтарный или янтарный раствор означает нехватку энзима;
- светло-желтый раствор означает достаточность энзима.

(сравнивают с холостым опытом; коричневый оттенок раствора энзима не следует путать с розово-янтарным или янтарным).

Если различия цвета неясные, стаканы помещают в баню с умеренной температурой на 5 мин и повторяют от h) до j).

k)После идентификации минимальной дозы (V_2), которая имеет светло-желтый цвет, и следующей минимальной дозы (V_1), которая имеет розово-янтарный или янтарный цвет при использовании геометрической прогрессии, проводят финальную стандартизацию, используя дозу ниже розово-янтарной (V_{-1}) и линейную прогрессию доз ($0{,}25V_1$) между V_1 и V_2 [например, если 0,05 $см^3$ янтарная (V_1) и 0,10 $см^3$ светло-желтая (V_2), при финальной стандартизации используют дозы 0,025, 0,05, 0,0625, 0,075, 0,0875 и 0,10 $см^3$] основного раствора.

l) Минимальная доза, имеющая светло-желтый цвет (и превышающая максимальную недостаточную дозу с розово-янтарным или янтарным раствором), представляет объем основного раствора амилазы или экстракта (V_S), который используется для приготовления рабочего раствора амилазы.

Регистрируют дату и серию или партию амилазы, испытанные дозы, количество использованного раствора иода и цвет, конечную температуру (до добавления раствора иода) каждой дозы в журнале приготовления реактивов.

n) Определяют число проб (n), которые предстоит анализировать в следующие пять или менее дней. Для двукратного внесения по 2 $см^3$ рабочего раствора амилазы для каждой пробы требуется общий объем рабочего раствора амилазы $n \times 4$ $см^3$. Смешивают $n(2V_S)$ $см^3$ основного раствора амилазы с $n(4 - 2V_S)$ $см^3$ воды. Рабочий раствор амилазы хранят в холодильнике в течение не более пяти дней в закрытой пробкой посуде .

o) Поддерживают качество рабочего раствора амилазы повторением процедуры стандартизации, используя кукурузную муку с 0, 2 и 4 $см^3$ рабочего раствора (каждый раствор добавляют во время кипения и после снятия с установки для кипячения с обратными холодильниками). Если нет заметной разницы в цвете между 2 и 4 $см^3$ рабочего раствора, тогда две добавки по 2 $см^3$ достаточны для аНДК метода.

Время и температура являются критическими для надлежащей оценки дозы амилазы. Растворы должны иметь температуру 20 °С, и решение о цвете раствора должно быть принято в течение от 90 до 120 с после добавления раствора иода. Розово-янтарный и янтарный цвета быстро блекнут, и ожидание в течение более 120 с

приведет к установлению слишком низкой дозы.

Устанавливают начальные дозы основного раствора или экстракта и стандартизацию повторяют. Если максимальная доза (0,4 $см^3$) дает пурпурную или розово-янтарную окраску, геометрическую прогрессию доз начинают с 0,4 $см^3$ и повторяют начальную стандартизацию. Если минимальная доза желтая (0,025 $см^3$), геометрическую прогрессию устанавливают ниже (между 0 и 0,025 $см^3$) и повторяют начальную стандартизацию.

Каждый новый источник или партия энзима должны быть стандартизованы, и если в течение периода времени используется одна и та же партия энзима, следует каждые шесть месяцев контролировать его активность. Избыток энзима негативно влияет на результат проведения анализа. Не рекомендуется использовать концентрированные растворы энзима в качестве рабочего раствора, так как ошибка в одну каплю при внесении энзима значительной активности может влиять на результаты. Многие экстракты амилазы являются сырыми смесями, которые могут иметь целлюлозолитическую и протеолитическую активности. Растворы термостабильной амилазы следует использовать в горячих жидкостях (более 80 °С), чтобы инактивировать загрязняющие энзимы и минимизировать потери клетчатки.

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 Корма для животных. Подготовка проб для анализа	-	*
* 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.K. and Van Soest. P.J. Forage fiber analysis (apparatus, reagents, procedures, and some applications). USDA Agricultural Research Service Handbook No 379. Washington, DC, 1970

[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: Bacic method for the determination of repetaibility 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] Hintz, R.W., Mertens D.R. and Albrecht, K.A. J. AOAC Inter. 79, 1996, pp. 16-22

[5] Sokal R.R. and Rohlf, F.E. Biometry, W.H. Freeman and Company, NY. 2nd edn.. 1981, p.151

[6] Van Soest, P.J. and Robertson, J.B. Analysis of Forages and Fibrous Foods, A Laboratory Manual

[7] Van Soest, P.J. and Robertson, J.B. and Lewis, B.A. J. Dairy Sci. 74, 1991, pp. 3583-3597

[8] Mertens, D.R. JAOAC Int. 85, 2002, pp.1217-1240

[9] Official Methods of Analysis, AOAC, Arlington, VA, Method 2002.04

[10] 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)

УДК 633.1001.4:006.354 МКС 65.120 IDT

Ключевые слова: корма, метод, клетчатка, нейтральный детергент

Подписано в печать 01.11.2014. Формат 60х84 1/8.

Усл. печ. л. 2,33. Тираж 35 экз. Зак. 4069

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru