МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31675— 2012

КОРМА

Методы определения содержания сырой клетчатки с применением промежуточной фильтрации

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт кормов им. В.Р. Вильямса» (ГНУ «ВНИИ кормов»), Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт агрохимии им. Д.Н. Прянишникова» (ГНУ «ВНИИА»)

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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 15 ноября 2012 г. № 42)

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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1752-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31675—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2013 г.

5 Стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 52839—2007

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОРМА

Методы определения содержания сырой клетчатки с применением промежуточной фильтрации

Feeds. Methods for determination of crude fibre content with intermediate filtration

Дата введения — 2013—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на все виды кормов растительного происхождения, включая жидкие и пастообразные корма, комбикорма, комбикормовое сырье, жмыхи и шроты, за исключением кормов минерального происхождения и кормовых дрожжей.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.018—93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3145—84 Часы механические с сигнальным устройством. Общие технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4403—91 Ткани для сит из шелковых и синтетических нитей. Общие технические условия

ГОСТ 5962—67 Спирт этиловый ректификованный. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7194—81 Картофель свежий. Правила приемки и методы определения качества

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование фарфоровые лабораторные. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13456—82 Жом сушеный для экспорта. Технические условия

ГОСТ 13496.0—80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

Издание официальное

ГОСТ 13496.15—97 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания сырого жира

ГОСТ 13586.3—83 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 13797—84 Мука витаминная из древесной зелени. Технические условия

ГОСТ 13979.0—86 Жмыхи, шроты, горчичный порошок. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 17299—78 Спирт этиловый технический. Технические условия

ГОСТ 18691—88 Корма травяные искусственно высушенные. Технические условия

ГОСТ 23513—79 Брикеты и гранулы кормовые. Технические условия

ГОСТ 24104—2001* Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 27262—87 Корма растительного происхождения. Методы отбора проб

ГОСТ 27668—88 Мука и отруби. Приемка и метод отбора проб

ГОСТ 28736—90 Корнеплоды кормовые. Технические условия

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 Метрологические характеристики

3.1 Диапазон измерения

Диапазон измерения массовой доли сырой клетчатки — от 2,0 % до 50,0 %.

3.2 Прецизионность метода

Показатели прецизионности метода представлены в таблице 1.

Таблица 1 — Показатели прецизионности метода определения содержания сырой клетчатки с применением промежуточной фильтрации

Наименование показателей прецизионности	Формулы для вычисления показателей прецизионности
Предел повторяемости $r_{абс}$, %, P = 0,95, %	$r_{абс} = 0{,}033 \cdot y + 0{,}38$
Предел межлабораторной прецизионности $R_{абс}$, %, P = 0,95, %	$R_{абс} = 0{,}079 \cdot \bar{y} + 1{,}3$
Границы абсолютной погрешности результата P = 0,95, $\pm\Delta$, %	$\Delta = 0{,}05 \cdot \bar{y} + 0{,}92$

Значения показателей прецизионности округляют до первого десятичного знака.

Расхождение между результатами двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, может превышать предел повторяемости $r_{абс}$ не более одного раза из двадцати.

4 Требования безопасности

4.1 При проведении работ необходимо соблюдать правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

4.2 При работе с электроустановками электробезопасность должна соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.018 и ГОСТ 12.1.019.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

4.3 Помещение, в котором проводятся работы, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021; содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать нормы, установленные ГОСТ 12.1.005, а также должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

5 Метод определения содержания сырой клетчатки по Геннебергу и Штоману

Метод основан на последовательной обработке навески испытуемой пробы растворами кислоты и щелочи, озолении и количественном определении органического остатка весовым методом.

Содержание сырой клетчатки выражают в виде массовой доли в % или в граммах на 1 кг сухого вещества.

5.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, высокого класса точности, с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,0001 г и не более ± 0,01 г.

Измельчитель проб растений ИПР-2, обеспечивающий измельчение проб на отрезки 1—3 см.

Мезгообразователь МЛ-1.

Мельницы лабораторные типов МРП-2, ЛЗМ, обеспечивающие измельчение проб с содержанием сухого вещества 83 % — 98 %.

Шкаф сушильный электрический с диапазоном температур в рабочей камере от 0 °С до 160 °С и основной погрешностью стабилизации температуры ± 2 °С.

Печь муфельная электрическая, обеспечивающая поддержание температуры внутри печи от 0 °С до 550 °С, и основной погрешностью стабилизации температуры ± 20 °С.

Насос вакуумный электрический, водоструйный или Комовского.

Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Электроплиты по ГОСТ 14919.

Сита с отверстиями диаметром 0,125, 0,160 и 1 мм.

Ножницы.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Карандаш восковой.

Фарфоровые чашки по ГОСТ 9147, кюветы металлические или иные емкости, удобные для высушивания образцов.

Бюксы стеклянные (стаканчик СЈЕ-45/13) по ГОСТ 25336 или бюксы алюминиевые с плотно закрывающимися крышками диаметром 4—5 см и высотой 4—5 см.

Эксикатор по ГОСТ 25336, заправленный хлористым кальцием по ГОСТ 450.

Воронка Джандиери (в расширенной части ее находится плоская стеклянная пластинка с отверстиями диаметром 1,0—1,5 мм).

Воронка стеклянная диаметром В-56—80 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканы химические В-1—400(600) ТХС.

Колбы конические Кн-1—500 ТС по ГОСТ 25336.

Колбы круглодонные К-1—500 ТС по ГОСТ 25336.

Колбы Бунзена 1-1000 для фильтрования под вакуумом по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 1(2)-1000-2 по ГОСТ 1770.

Кружка фарфоровая вместимостью 1500 $см^3$ по ГОСТ 9147.

Воронка Бюхнера № 2 по ГОСТ 9147.

Тигли фарфоровые диаметром № 3—4 низкие по ГОСТ 9147.

Стеклянные тигли с вплавленной фильтрующей пластинкой из пористого стекла (нутч-фильтры) ФКП-32-ПОР40ТХС по ГОСТ 25336.

Щипцы муфельные для тиглей.

Пинцет.

Палочки стеклянные диаметром 3—5 мм, длиной 20 см, с резиновым наконечником.

Фарфоровый перфорированный диск (диаметр отверстий 1,0—1,5 мм) по ГОСТ 9147.

Трубки стеклянные и каучуковые.

Бумага фильтровальная лабораторная марки ФНБ по ГОСТ 12026.

Бумага лакмусовая красная.

Ткань для капронового сита диаметром отверстий не более 0,1 мм.
Ткань шелковая для сит по ГОСТ 4403.
Карандаш восковой.
Песок кварцевый.
Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., ч. д. а., концентрированная.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., ч. д. а., концентрированная.
Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х. ч. или ч. д. а.
Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962 или спирт этиловый технический по ГОСТ 17299.
Эфир петролейный.
Эфир диэтиловый или медицинский.
Ацетон по ГОСТ 2603.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Октиловый спирт.

Примечание — Допускается применение других средств измерений, с характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов и материалов по качеству не ниже указанных в 5.1.

5.2 Подготовка к испытанию

5.2.1 Отбор проб — по ГОСТ 7194, ГОСТ 13456, ГОСТ 13496.0, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 13797, ГОСТ 13979.0, ГОСТ 18691, ГОСТ 23513, ГОСТ 27262, ГОСТ 27668, ГОСТ 28736.

5.2.2 Подготовка проб

Среднюю пробу сена, соломы, силоса, сенажа и зеленых кормов измельчают на измельчителе проб растений, ножницами или ножом на отрезки длиной от 1 до 3 см, корнеплоды и клубнеплоды нарезают ножом ломтиками толщиной до 0,8 см или измельчают на мезгообразователе. Измельченную пробу тщательно перемешивают.

Пробы сушат в сушильном шкафу при температуре (65 ± 2) °С до воздушно-сухого состояния, позволяющего размалывать их на лабораторной мельнице, и просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм. Остаток на сите после измельчения ножницами или растирания пестиком в фарфоровой ступке добавляют к просеянной части и тщательно перемешивают.

Средние пробы комбикормов, комбикормового сырья, зерна, жмыхов, шротов, искусственно высушенных кормов, брикетов и гранул размалывают и просеивают через сито. Средние пробы трудноразмалывающихся брикетированных и гранулированных кормов перед размалыванием на лабораторной мельнице измельчают пестиком в ступке.

При анализе проб жмыхов требуется их предварительное обезжиривание.

Предварительное обезжиривание. Навеску пробы помещают в стеклянный тигель с вплавленной фильтрующей пластинкой из пористого стекла (далее — нутч-фильтр), дно которого покрыто песком, обезжиривают три раза петролейным эфиром объемом по 30 $см^3$ и высушивают с помощью вакуум-насоса. Затем навеску переносят в стакан или коническую колбу вместимостью 600 $см^3$.

Обезжиривание пробы можно проводить в аппарате Сокслета по ГОСТ 13496.15.

Удаление карбонатов. Если содержание углекислого кальция ($CaCO_3$) превышает 50 г/кг, пробы заливают раствором соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,5 моль/$дм^3$ и выдерживают 5 мин при непрерывном помешивании стеклянной палочкой. Затем содержимое переносят в нутч-фильтр, дно которого покрыто слоем от 2 до 3 мм кварцевого песка по 5.2.3.3, и промывают два раза дистиллированной водой объемом по 100 $см^3$, после чего содержимое фильтра возвращают в стакан или колбу.

5.2.3 Подготовка к выполнению измерений

5.2.3.1 Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = (0,255 ± ± 0,005) моль/$дм^3$

7,3 $см^3$ концентрированной серной кислоты переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, в которую предварительно помещено от 200 до 500 $см^3$ дистиллированной воды, и после охлаждения доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

5.2.3.2 Приготовление раствора гидроокиси калия молярной концентрации c (KOH) = (0,230 ± ± 0,005) моль/$дм^3$

12,9 г гидроокиси калия, взвешенной с точностью ± 0,01 г, растворяют в дистиллированной воде в фарфоровой кружке, переносят в мерную колбу и доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

5.2.3.3 Очистка кварцевого песка

Песок просеивают последовательно через сита с размерами отверстий 0,160 и 0,125 мм. Оставшуюся на сите с отверстиями 0,125 мм фракцию песка промывают водопроводной водой, затем заливают кипящим раствором соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 4 моль/дм^3, промывают дистиллированной водой до исчезновения кислой реакции (красная лакмусовая бумага при этом обесцвечивается), далее прокаливают в муфельной печи при (550 ± 20) °С до постоянной массы (не менее 6 ч).

5.3 Проведение испытания

5.3.1 Кипячение с раствором серной кислоты

Измельченную воздушно-сухую пробу массой (2,000 ± 0,001) г помещают в стакан или коническую колбу вместимостью 600 см^3, приливают 200 см^3 раствора серной кислоты, приготовленного по 5.2.3.1, и тщательно перемешивают стеклянной палочкой. Для сохранения постоянного объема стакан накрывают круглодонной колбой, которую оснащают обратным холодильником. Если образуется пена, добавляют несколько капель пеногасителя (октилового спирта).

Содержимое стакана или колбы доводят до слабого кипения на электрической плитке и кипятят в течение (30 ± 1) мин. Время устанавливают, пользуясь часами.

5.3.1.1 Первое фильтрование

Для предохранения вплавленной фильтрующей пластины нутч-фильтра от загрязнения сырой клетчаткой на стеклянный фильтр насыпают кварцевый песок на 1/5 высоты. При необходимости для фиксации кварцевого песка используют фарфоровый перфорированный диск.

Содержимое стакана по стеклянной палочке переносят в нутч-фильтр. Жидкость фильтруют с помощью электрического вакуумного или водоструйного насоса, или насоса Комовского. Промывание остатка и отсасывание жидкости проводят не менее пяти раз, добавляя каждый раз по 10 см^3 горячей дистиллированной воды температурой 95 °С — 100 °С.

Отключают вакуум и в нутч-фильтр наливают ацетон в объеме, достаточном для покрытия остатка. Через некоторое время ацетон отсасывают.

Если в образце содержатся жиры, которые не могут быть предварительно полностью удалены петролейным эфиром (см. 5.2.2), то после кипячения с кислотой его дополнительно три раза промывают петролейным эфиром объемом по 30 см^3.

5.3.2 Кипячение с раствором гидроокиси калия

Содержимое нутч-фильтра переносят снова в тот же стакан или ту же коническую колбу, тщательно смывают прилипшие частички горячим раствором гидроокиси калия, после чего этим же раствором объем жидкости доводят до уровня 200 см^3. Затем содержимое стакана тщательно перемешивают и кипятят на электрической плитке в течение (30 ± 1) мин. После окончания кипения в стакан добавляют не менее 50 см^3 дистиллированной холодной воды, содержимое переносят в нутч-фильтр и фильтруют, как указано выше (см. 5.3.1.1). Остаток на фильтре последовательно промывают горячей дистиллированной водой от щелочи (при этом лакмусовая бумага обесцвечивается) и затем три раза ацетоном объемом по 30 см^3.

Нутч-фильтр с остатком сушат в течение 3 ч в сушильном шкафу при температуре (130 ± 2) °С, охлаждают в эксикаторе, взвешивают и помещают на 3 ч в муфельную печь при (550 ± 20) °С для озоления остатка. Охлажденный в эксикаторе нутч-фильтр снова взвешивают. Взвешивания проводят с точностью ± 0,001 г.

5.3.3 Анализ без пробы корма (холостой контроль)

Одновременно с анализом испытуемой пробы проводят холостой контроль, используя те же реактивы и те же процедуры, за исключением взятия навески пробы. Отклонение массы нутч-фильтра в процессе озоления не должно превышать 2 мг.

5.4 Обработка результатов

Массовую долю сырой клетчатки в сухом веществе испытуемой пробы y, %, вычисляют по формуле

$$y = \frac{(m_1 - m_2)}{m_3} \cdot 100 \cdot \frac{100}{100 - m_4}, \quad (1)$$

где m_1 — масса нутч-фильтра с клетчаткой после высушивания, г;

m_2 — масса нутч-фильтра после озоления, г;

m_3 — масса навески, г;

m_4 — массовая доля гигроскопической влаги, %;

$(100 - m_4)$ — массовая доля сухого вещества, %;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений массовой доли сырой клетчатки, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости

$$(y_1 - y_2) \le r_{абс}, \quad (2)$$

где y_1 и y_2 — результаты двух параллельных измерений, %;

$r_{абс}$, % — значение предела повторяемости (см. таблицу 1).

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает предел повторяемости, необходимо устранить выявленные недостатки и повторить анализ данного образца в двух параллелях. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение повторных параллельных определений, имеющих расхождение в допустимых пределах.

Если расхождение между параллельными определениями вновь превышает допустимую норму контроля повторяемости, анализы приостанавливаются до выяснения и устранения причин неудовлетворительной повторяемости.

Результат анализа представляют в виде $(\bar{y} \pm \Delta)$ % при $P = 0,95$, где $\bar{y}$ — среднеарифметическое значение двух параллельных измерений, признанных приемлемыми, %; Δ — границы абсолютной погрешности измерения при $P = 0,95$ (см. таблицу 1), %.

6 Экспресс-метод определения содержания сырой клетчатки

Сущность метода заключается в сокращении времени кипячения за счет увеличения концентрации растворов кислоты и щелочи.

6.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы по 5.1, а также влагомер Чижовой модифицированный (ВЧМ-1).

6.2 Подготовка к испытанию

6.2.1 Отбор проб — по 5.2.1.

6.2.2 Подготовка проб — по 5.2.2.

6.2.3 Подготовка к выполнению измерений

6.2.3.1 Приготовление раствора серной кислоты массовой концентрацией 4 %

23,3 см^3 концентрированной серной кислоты переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, в которую предварительно помещено от 200 до 300 см^3 дистиллированной воды, после охлаждения доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

6.2.3.2 Приготовление раствора гидроокиси калия массовой концентрацией 5 %

(50,00 ± 0,01) г гидроокиси калия растворяют в 950 см^3 дистиллированной воды в фарфоровой кружке, перемешивают.

6.3 Проведение испытания

Навеску испытуемой воздушно-сухой пробы массой (1,500 ± 0,001) г для грубых и сочных кормов, травяной муки, (2,000 ± 0,001) г для комбикормов и комбикормового сырья помещают в стакан вместимостью от 300 до 400 см^3, приливают 200 см^3 раствора серной кислоты, приготовленного по 6.2.3.1, и тщательно перемешивают стеклянной палочкой.

Допускается для комбикормов и комбикормового сырья использовать навеску массой (1,000 ± 0,001) г, которую также заливают 100 см^3 раствора серной кислоты массовой концентрацией 4 %.

Уровень жидкости в стакане фиксируют восковым карандашом или наклеиванием на стекле полоски бумаги. Смесь тщательно перемешивают стеклянной палочкой и доводят до слабого кипения на электрической плитке. Кипячение продолжают 5 мин, считая от начала кипения, при периодическом помешивании палочкой. Стакан снимают с плитки, смывают со стенок приставшие частицы, дают отстояться остатку и еще горячий раствор отсасывают с помощью вакуумного или водоструйного насоса, или насоса Комовского. Для этого используют воронку диаметром 5 см, обтянутую шелковой тканью или тканью для капронового сита, диаметр отверстий которого не более 0,1 мм, или воронку Джандиери с бу-

мажным фильтром при анализе проб с содержанием клетчатки менее 3 %. Воронки посредством изогнутой стеклянной трубки и толстостенной каучуковой вакуумной трубки соединяют с колбой Бунзена вместимостью от 3 до 5 $дм^3$. Колба Бунзена в свою очередь соединена с вакуумным или водоструйным насосом, или насосом Комовского. При работе с воронкой Джандиери вырезают бумажный фильтр по диаметру воронки для того, чтобы закрыть все отверстия ее сетчатого дна, накладывают фильтр на дно воронки и смачивают его дистиллированной водой. Насос приводят в действие, и фильтр плотно присасывается к пластинке воронки. Затем воронку осторожно вводят в стакан до соприкосновения с поверхностью горячей жидкости (погружать глубоко в жидкость не рекомендуется) и отсасывают раствор в колбу Бунзена. По мере отсасывания раствора воронку опускают, чтобы она все время касалась жидкости. Отсасывание продолжают до тех пор, пока высота слоя жидкости над осадком останется примерно 10 мм.

По окончании отсасывания воронку вынимают из стакана, переворачивают фильтром вверх и дают оставшейся жидкости в воронке стечь в колбу Бунзена. Насос выключают и снимают пинцетом фильтр со дна воронки, прикладывают его к внутренней стенке стакана и струей горячей дистиллированной воды смывают с фильтра и стенок стакана приставшие к ним частицы остатка. Обмывают также и воронку Джандиери. После отсасывания удаляют из стакана промытый фильтр, в стакан наливают горячую дистиллированную воду до метки, перемешивают, остатку дают отстояться и снова отсасывают раствор. Отсасывание проводят три раза, каждый раз с новым бумажным фильтром.

При использовании воронки, обтянутой тканью для капронового сита или шелковой тканью, тканевый фильтр тщательно обмывают горячей дистиллированной водой после отсасывания, используя при этом стеклянную палочку с резиновым наконечником для снятия частиц с ткани. Воронку промывают над стаканом. Отсасывание проводят три раза, используя один и тот же фильтр. По мере износа тканевый фильтр заменяют новым.

После промывания остатка дистиллированной водой от серной кислоты в стакан наливают 100 $см^3$ раствора гидроокиси калия массовой концентрацией 5 % и доводят горячей дистиллированной водой до метки 200 $см^3$ (концентрация щелочи в растворе составляет 2,5 %). При использовании для комбикормов и комбикормового сырья навески массой (1,000 ± 0,001) г наливают 50 $см^3$ раствора гидроокиси калия и доливают горячей дистиллированной водой до метки 100 $см^3$. Затем содержимое стакана тщательно перемешивают и кипятят в течение 5 мин на электрической плитке. После кипячения осадок переносят в воронку Бюхнера с бумажным фильтром, предварительно высушенным в бюксе в сушильном шкафу при температуре (160 ± 2) °С в течение 15 мин и взвешенным вместе с бюксом с точностью ± 0,001 г.

Для фильтрования используют вакуумный или водоструйный насос, или насос Комовского.

Остаток на фильтре последовательно промывают горячей дистиллированной водой от щелочи (красная лакмусовая бумага при этом обесцвечивается), затем приливают 15 $см^3$ спирта и 15 $см^3$ диэтилового эфира. Промытый таким образом остаток переносят вместе с фильтром из воронки Бюхнера в ту же бюксу, в которой высушивали пустой фильтр, и высушивают в сушильном шкафу при температуре (160 ± 2) °С в течение 2 ч для проб с содержанием сырой клетчатки более 15 % и в течение 1,5 ч для проб с содержанием сырой клетчатки менее 15 %. Затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью ± 0,001 г. Допускается высушивать остаток с фильтром при температуре (105 ± 2) °С в течение 4 ч.

Сырую клетчатку комбикормов и комбикормового сырья, кроме жмыхов, шротов, травяной муки и витаминной муки из древесной зелени, допускается высушивать в приборе ВЧМ-1. Для этого фильтр с сырой клетчаткой из воронки Бюхнера берут пинцетом, складывают вчетверо, загибая края вовнутрь, и помещают в прибор ВЧМ-1, предварительно нагретый до температуры (160 ± 2) °С. Высушивание продолжают в течение 5 мин, считая с момента установления в приборе температуры 160 °С. Высушенный фильтр с сырой клетчаткой охлаждают в течение 5 мин в эксикаторе и взвешивают.

В этом случае бумажный фильтр предварительно также высушивают на приборе ВЧМ-1 в течение 3 мин при температуре (160 ± 2) °С и взвешивают с точностью ± 0,001 г.

Допускается высушивать сырую клетчатку комбикормов и комбикормового сырья, кроме жмыхов, шротов, травяной муки и витаминной муки из древесной зелени, при температуре (160 ± 2) °С в течение 15 мин в сушильном шкафу в бюксе, предварительно высушенном также при температуре 160 °С в течение 15 мин и взвешенном. Высушенный бюкс с сырой клетчаткой охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Бумажный фильтр с остатком пробы с помощью пинцета переносят во взвешенный фарфоровый тигель и ставят в муфельную печь при температуре (550 ± 20) °С на 3 ч. Охлажденный в эксикаторе тигель с золой взвешивают. Разница между двумя последовательными взвешиваниями не должна превышать 2 мг.

6.4 Обработка результатов

Массовую долю сырой клетчатки в сухом веществе y, %, испытуемой пробы вычисляют по формуле

$$y = \frac{m_1 - m_2 - m_3 + m_4}{m_5} \cdot 100 \cdot \frac{100}{100 - m_6}, \quad (3)$$

где m_1 — масса бюкса с фильтром и с клетчаткой, г;

m_2 — масса бюкса с фильтром, г;

m_3 — масса тигля с золой, г;

m_4 — масса тигля, г;

m_5 — масса навески, г;

m_6 — массовая доля гигроскопической влаги, %;

$(100 - m_6)$ — массовая доля сухого вещества, %;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

Представление результата анализа — по 5.4.

7 Метод определения содержания сырой клетчатки с использованием полуавтоматических систем

7.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы — по 5.1, а также полуавтоматическая система типа «Фибертек».

7.2 Подготовка к испытанию

7.2.1 Отбор проб — по 5.2.1.

7.2.2 Подготовка проб — по 5.2.2.

7.2.3 Приготовление растворов и материалов — по 5.2.3.

7.3 Проведение испытания

Навеску испытуемой пробы массой (1,000 ± 0,001) г помещают в стеклянный фильтрующий тигель (пористость Р2), содержащий слой кварцевого песка толщиной 5 мм. Штатив со стеклянными фильтрующими тиглями вставляют в «горячий» экстрактор аппарата и подсоединяют к колонкам. С помощью насоса подачи реактивов добавляют в каждый тигель по 150 см^3 горячего раствора серной кислоты. Для предотвращения пенообразования добавляют несколько капель октилового спирта и доводят до кипения. Автоматически (с помощью таймера) устанавливают время кипения — 30 мин с момента закипания. После кипячения в течение 30 мин открывают клапаны и фильтруют раствор кислоты через тигли под вакуумом. Остаток промывают три раза горячей дистиллированной водой объемом по 30 см^3, каждый раз отсасывая ее с помощью вакуума. Если возникают проблемы с фильтрованием, обратным током воздуха продувают фильтры тиглей.

Закрывают выпускные отверстия тиглей и приливают по 150 см^3 горячего раствора гидроокиси калия. Добавляют несколько капель октилового спирта и кипятят в течение 30 мин, фильтруют и промывают, как указано выше.

Штатив с тиглями переносят в «холодный» экстрактор аппарата и промывают три раза ацетоном объемом по 25 см^3, каждый раз отсасывая ацетон под вакуумом. Тигли с остатками переносят в сушильный шкаф и сушат 4 ч при температуре (105 ± 2) °С или 3 ч при (130 ± 2) °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают, после чего озоляют в муфельной печи при (550 ± 20) °С в течение 3 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

7.4 Обработка результатов

Обработка результатов — по 5.4.

УДК 633.1001.4:006.354 МКС 65.120 С19

Ключевые слова: корма, метод, сырая клетчатка, кислота, щелочь, полуавтоматические системы, обработка результатов

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *Е.В. Беспрозванная*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 02.10.2014. Подписано в печать 21.10.2014. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40.
Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 55 экз. Зак. 4314.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru