МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Метод определения сырой клетчатки

ГОСТ 13496.2—91

Fodders, mixed fodders and mixed fodder raw material.
Method for determination of raw cellular tissue

ОКСТУ 9707

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт распространяется на все виды растительных кормов, комбикормов и комбикормовое сырье и устанавливает метод определения содержания сырой клетчатки.

Метод основан на удалении из продукта кислотощелочерастворимых веществ и определении массы остатка, условно принимаемого за клетчатку.

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 13496.0, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 13979.0, ГОСТ 27262.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Измельчитель проб растений ИПР-2 или соломорезка марки ИСР-1 или других аналогичных марок.

Шкаф сушильный лабораторный типа СЭШ-3М или других аналогичных марок.

Мельница лабораторная марки МРП-2 или других аналогичных марок.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104*, 2-го класса точности с пределом взвешивания 200 г.

Весы по ГОСТ 24104, 3-го класса точности с пределом взвешивания 500 г.

Весы по ГОСТ 24104, 4-го класса точности с пределом взвешивания 500 г.

Насос электрический с разрежением 13 Па или водоструйный, или Комовского.

Прибор для определения влажности образцов «Тесла» ВЧМ.

Плитка электрическая.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Стаканчики (бюксы) стеклянные для взвешивания по ГОСТ 25336 или алюминиевые диаметром 4—5 см, высотой 4—5 см.

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

Асбест листовой по ГОСТ 12871.

Воронка Бюхнера диаметром 8—10 см по ГОСТ 9147.

Воронка стеклянная диаметром 5 см по ГОСТ 9147.

Стаканы химические вместимостью 300—400 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Колбы Бунзена для фильтрования под вакуумом по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2-го класса точности, вместимостью 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Промывалка стеклянная или полиэтиленовая.

Палочки стеклянные длиной 20 см с резиновым наконечником.

Сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Ножницы.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

* С 1 июля 2002 г. вводится в действие ГОСТ 24104—2001.

gost.e-ecolog.ru

Пинцет.
Бумага фильтровальная лабораторная марки ФНБ по ГОСТ 12026.
Бумага лакмусовая красная.
Трубки каучуковые и стеклянные.
Ткань для капронового сита диаметром отверстий не более 0,1 мм.
Ткань шелковая для сит по ГОСТ 4403.
Кислота серная концентрированная по ГОСТ 4204, х. ч. или ч. д. а.
Кислота соляная концентрированная по ГОСТ 3118, х. ч. или ч. д. а.
Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х. ч. или ч. д. а.
Кальций хлористый по ГОСТ 450, ч. д. а.
Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962* или технический (гидролизный) по ГОСТ 17299.
Эфир диэтиловый медицинский.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечание. Допускается применение импортной лабораторной посуды по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Подготовка проб

Объединенные пробы сена, силоса, сенажа, соломы или зеленой массы травянистых культур измельчают на отрезки длиной 1—3 см. Корнеплоды и клубнеплоды измельчают на пластинки (ломтики) толщиной до 0,8 см. Из объединенной пробы выделяют среднюю пробу, масса которой после высушивания должна быть не менее 100 г. Высушивание проб проводят в сушильном шкафу при температуре 60—65 °С до воздушно-сухого состояния. Воздушно-сухую пробу измельчают на мельнице и просеивают через сито диаметром отверстий 1 мм. Трудноизмельчимый остаток на сите после измельчения ножницами или в ступке добавляют к просеянной части и тщательно перемешивают.

Средние пробы комбикормов, зерна, жмыхов, шротов, гранул травяной муки и витаминной муки из древесной зелени размалывают и просеивают через сито без предварительного подсушивания или, в случае необходимости, после предварительного высушивания до воздушно-сухого состояния.

Жмыхи, шроты, лузгу семян подсолнечника, шелуху хлопковых семян с масличностью выше 1,5 % предварительно обезжиривают по ГОСТ 13496.15. Допускается использовать для определения клетчатки остаток после определения жира по методу Рушковского.

Подготовленные пробы хранят в стеклянной или пластмассовой банке с притертой пробкой (крышкой) в сухом месте и используют для проведения испытания.

3.1.1. *Приготовление раствора серной кислоты массовой концентрации 4 %*

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

3.1.2. *Приготовление раствора гидроокиси калия массовой концентрации 5 %*

50 г гидроокиси калия, взвешенной с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в 950 $см^3$ дистиллированной воды в фарфоровом стакане.

3.1.3. *Приготовление раствора серной кислоты массовой концентрации 3 %*

17,5 $см^3$ концентрированной серной кислоты переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, в которую предварительно наливают 200—300 $см^3$ дистиллированной воды, и после охлаждения доводят водой до метки.

3.1.4. *Приготовление раствора гидроокиси калия массовой концентрации 20 %*

200 г гидроокиси калия, взвешенной с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в 800 $см^3$ дистиллированной воды в фарфоровом стакане.

3.1.5. *Приготовление раствора соляной кислоты массовой концентрации 1 %*

22 $см^3$ концентрированной соляной кислоты переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доводят дистиллированной водой до метки.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Проведение испытания по основному варианту

Навеску испытуемой пробы массой около 1,5 г для грубых и сочных кормов, травяной муки, около 2 г — для комбикормового сырья, взвешенную с точностью до 0,001 г, помещают в стакан вместимостью 300—400 $см^3$, приливают 200 $см^3$ раствора серной кислоты, приготовленного по п. 3.1.1, и тщательно перемешивают стеклянной палочкой.

Допускается для комбикормового сырья использовать навеску массой 1 г, которую заливают 100 $см^3$ 4 %-ного раствора серной кислоты.

Для комбикормов используют навеску массой 1 г, которую также заливают 100 $см^3$ 4 %-ного раствора серной кислоты. Уровень жидкости в стакане фиксируют восковым карандашом или наклеиванием на стекло 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. При сильном кипении под стакан подкладывают слой асбеста. Стакан снимают с плитки, смывают со стенок приставшие частицы, дают отстояться осадку и еще горячий раствор отсасывают с помощью вакуумного, водоструйного 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 бумажным фильтром для проб с содержанием клетчатки менее 3 %.

Эти воронки посредством изогнутой стеклянной трубки и толстостенной каучуковой вакуумной трубки соединяют с колбой Бунзена вместимостью 3—5 $дм^3$. Колба Бунзена в свою очередь соединена с вакуумным, водоструйным 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 из промывалки. 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 не останется примерно 10 мм.

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

При использовании воронки, обтянутой 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 осадка дистиллированной водой от серной кислоты в стакан наливают 100 $см^3$ 5 %-ного раствора гидроокиси калия и доводят горячей дистиллированной водой до метки 200 $см^3$ (концентрация щелочи в стакане составляет 2,5 %). При использовании навески массой около 1 г для комбикормов и комбикормового сырья наливают 50 $см^3$ 5 %-ного 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 на воронку Бюхнера с бумажным фильтром, предварительно высушенным в сушильном шкафу при температуре 160 °С в течение 15 мин и взвешенным вместе с бюксой на весах 2-го класса точности.

При использовании для высушивания клетчатки ВЧМ бумажный фильтр должен быть заранее высушен в приборе ВЧМ в течение 3 мин при температуре 160 °С и взвешен.

Для фильтрования используют вакуумный, водоструйный или насос Комовского.

Осадок на фильтре последовательно отмывают горячей дистиллированной водой от щелочи (проба по лакмусу), 15 $см^3$ спирта и 15 $см^3$ диэтилового эфира. Промытый таким образом осадок переносят вместе с фильтром из воронки Бюхнера в ту же бюксу, в которой высушивали пустой

фильтр, и высушивают в сушильном шкафу при температуре 160 °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 на лабораторных весах 2-го класса точности. Допускается высушивать осадок с фильтром при температуре 105 °С в течение 4 ч.

Сырую клетчатку комбикормов и комбикормового сырья, кроме жмыхов, шротов и травяной муки и муки витаминной из древесной зелени, допускается высушивать в приборе ВЧМ.

Для этого фильтр с клетчаткой из воронки Бюхнера берут пинцетом, складывают вчетверо, загибая края вовнутрь, и помещают в прибор ВЧМ, предварительно нагретый до температуры 160 °С. Высушивание продолжают в течение 5 мин, считая с момента установления в приборе температуры 160 °С.

Высушенный фильтр с клетчаткой охлаждают в течение 5 мин в эксикаторе и взвешивают.

Допускается высушивать сырую клетчатку комбикормов и комбикормового сырья, кроме жмыхов, шротов, травяной муки и муки витаминной из древесной зелени, при температуре 160 °С в течение 15 мин в сушильном шкафу в бюксе, предварительно высушенной при температуре 160 °С в течение 15 мин и взвешенной. Высушенную бюксу с клетчаткой охлаждают в эксикаторе и взвешивают на весах 2-го класса точности.

4.2. Проведение испытания по ускоренному варианту допускается при анализе травянистых кормов.

Навеску испытуемой пробы массой около 1 г, взвешенную с точностью до 0,001 г, помещают в стакан вместимостью 300—400 см^3. В стакан приливают 100 см^3 раствора серной кислоты, приготовленной по п. 3.1.3, предварительно нагретого до кипения. Уровень жидкости в стакане отмечают восковым карандашом или наклеенной полоской бумаги. Содержимое стакана перемешивают стеклянной палочкой и кипятят на плитке в течение 10 мин, считая от начала кипения, при периодическом помешивании. Кипячение должно быть слабым. Затем стакан снимают с плитки, при помощи стеклянной палочки водой смывают со стенок приставшие частички, следя за тем, чтобы уровень жидкости в стакане дошел до метки, но не превысил ее. Приливают 28 см^3 раствора гидроокиси калия, приготовленного по п. 3.1.4, перемешивают палочкой и вновь кипятят в течение 10 мин. После кипячения осадок отстаивают и раствор фильтруют декантацией через предварительно высушенный бумажный фильтр. Затем осадок из стакана переносят на фильтр раствором соляной кислоты, приготовленной по п. 3.1.5, и на фильтре промывают этим же раствором два раза по 20 см^3. Затем фильтр и клетчатку промывают до нейтральной реакции (3—4 раза) горячей водой и примерно 20 см^3 спирта и 20 см^3 диэтилового эфира. Фильтрование лучше проводить под вакуумом, создаваемым водоструйным или другим вакуумным насосом. При этом фильтр помещают на воронку Бюхнера, вставленную через резиновую пробку в колбу Бунзена. Диаметр фильтра должен быть на 2—3 см больше диаметра воронки Бюхнера. Фильтр с промытой клетчаткой высушивают и взвешивают, как указано в п. 4.1.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю клетчатки (X) в процентах в испытуемой пробе вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m — масса навески, г;

m_1 — масса полученного сухого остатка, вычисленная по разности между массой бюксы с фильтром и клетчаткой и массой фильтра и бюксы, или масса сухого остатка, полученного после высушивания в приборе ВЧМ, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Результаты вычисляют до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений ($d_{абс}$) и между двумя результатами, полученными в разных условиях ($D_{абс}$) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$, не должны превышать следующих значений:

$$d_{абс.} = 0{,}38+0{,}033\ \overline{X};$$

$$D_{абс.} = 1{,}30+0{,}07\ \overline{\overline{X}},$$

где $\overline{X}$ — среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, %;

$\overline{\overline{X}}$ — среднее арифметическое результатов двух определений, выполненных в разных условиях, %.

Предельную погрешность результата анализа ($\Delta_{\Sigma\ абс.}$) при односторонней доверительной вероятности $P = 0{,}95$ вычисляют по формуле

$$\Delta_{\Sigma\ абс.} = 0{,}77 + 0{,}041\ \overline{X}.$$

Предельная погрешность результата анализа используется при оценке качества кормов.

Допускается проведение анализа без параллельных определений при наличии в партии исследуемых проб стандартных образцов (СО).

В этом случае (при обязательном проведении выборочного статистического контроля сходимости параллельных определений) за результат испытания принимают результат единичного определения, если разница между воспроизведенной и аттестованной в СО массовой долей сырой клетчатки не превышает допускаемого отклонения среднего результата анализа от аттестованного значения компонента ($\overline{D}$), которое вычисляют по формуле

$$\overline{D} = 0{,}92+0{,}05\ X_{атт.},$$

где $X_{атт.}$ — аттестованное значение анализируемого компонента, взятое из свидетельства на СО.

Контрольные анализы образцов исследуемой партии и анализы СО проводят в двух параллельных определениях в соответствии с утвержденной нормативно-технической документацией.

5.2. Массовую долю сырой клетчатки (X_1) в процентах в сухом веществе вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{X \cdot 100}{100 - W},$$

где X — массовая доля сырой клетчатки в испытуемой пробе, %;

W — влажность испытуемой пробы, %.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Объединением «Союзсельхозхимия»**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 28.06.91 № 1183**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 13496.2—84**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 450—77	2	ГОСТ 13496.0—80	1
ГОСТ 1770—74	2	ГОСТ 13496.15—97	3.1
ГОСТ 3118—77	2	ГОСТ 13586.3—83	1
ГОСТ 4204—77	2	ГОСТ 13979.0—86	1
ГОСТ 4403—91	2	ГОСТ 17299—78	2
ГОСТ 5962—67	2	ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 6709—72	2	ГОСТ 24363—80	2
ГОСТ 9147—80	2	ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 12026—76	2	ГОСТ 27262—87	1
ГОСТ 12871—93	2		

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ**

gost.e-ecolog.ru