

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЫРОГО ЖИРА

ГОСТ 13496.15—85

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством заготовок СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Н. В. Лисицына, Л. А. Николенко, О. Р. Колодяжная, Н. Н. Лобеева, И. С. Шумилин, Д. И. Марнов, Г. И. Горшкова, В. П. Максимова, В. Г. Игловиков, В. А. Чуйков, Х. К. Худякова, В. И. Георгиевский, З. М. Алиева, Г. А. Бутрова, Л. Г. Попова, Р. В. Катруш, Р. М. Федорович, В. Н. Балахонцева, Л. А. Зюкова, С. А. Студенецкий, А. Н. Головин, В. Г. Будина, К. И. Бабушкина, О. Н. Глобина

ВНЕСЕН Министерством заготовок СССР

Зам. министра **М. Л. Тимошишин**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 июня 1985 г. № 2045

Редактор *Н. В. Бобкова*
Технический редактор *Н. В. Келейникова*
Корректор *Л. А. Пономарева*

Сдано в наб. 16.07.85 Подп. в печ. 23.09.85 0,75 усл. п. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,57 уч.-изд. л.
Тир. 12.000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 827

УДК 636.085:543.85 Группа С19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Методы определения сырого жира

Forages, compound feeds, raw material for compound feeds. Methods for determining raw fat

ГОСТ 13496.15—85

Взамен*

ОКП 9209

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 июня 1985 г. № 2045 срок действия установлен

с 01.07.86
до 01.07.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на все виды кормов, комбикормов и комбикормовое сырье и устанавливает методы определения сырого жира, представляющего смесь триглицеридов жирных кислот и сопутствующих веществ (свободные жирные кислоты, спирты, альдегиды, кетоны, фосфолипиды, витамины, провитамины, пигменты, стерины, эфирные масла и др.), извлекаемые органическими растворителями.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 4808—75, ГОСТ 13496.0—80, ГОСТ 17681—82, ГОСТ 23637—79, ГОСТ 23638—79, ГОСТ 13586.3—83, ГОСТ 13979.0—68.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЫРОГО ЖИРА ПО МАССЕ ИЗВЛЕЧЕННОГО СЫРОГО ЖИРА

(Основной метод)

Метод основан на извлечении сырого жира из продукта растворителем, последующем удалении растворителя, высушивании и взвешивании извлеченного жира.

* ГОСТ 13496.15—75; ГОСТ 17681—82 в части п. 2.4; ГОСТ 13979.2—68 в части разд. 1; ГОСТ 7636—85 в части п. 3.7.1 в части определения сырого жира в кормовой рыбной муке и из морских млекопитающих и ракообразных, предназначенной для производства комбикормов.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1985

Метод предназначен для испытания всех видов кормов, комбикормов и комбикормового сырья за исключением кормовых дрожжей. Для испытания всех видов кормов в качестве растворителя используют диэтиловый эфир; для испытания муки кормовой костяной и муки кормовой рыбной и из морских млекопитающих и ракообразных наряду с диэтиловым эфиром допускается использование петролейного эфира. Для испытания хлопковых жмыхов и шротов используют петролейный эфир.

2.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Измельчитель проб растений марки ИПР-2 или соломорезка марки ИСР-1;

мельница лабораторная марки МРП-2;

ножницы;

сито металлическое с отверстиями диаметром 1 мм;

весы лабораторные по ГОСТ 24104—80, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

сушилка проб кормов СК-1;

шкаф сушильный лабораторный СЭШ-3М;

аппарат Сокслета вместимостью экстрактора 150 и 250 $см^3$ и колбы к нему вместимостью 250 и 500 $см^3$;

баня водяная;

ступка фарфоровая с пестиком;

банки стеклянные или пластмассовые вместимостью 250 $см^3$ с плотно закрывающимися пробками или крышками;

эксикатор по ГОСТ 25336—82;

бюксы стеклянные по ГОСТ 25336—82;

пипетка исполнений 1, 2, 4, 5 вместимостью 2 $см^3$ по ГОСТ 20292—74, 2-го класса точности;

цилиндр исполнения 2, вместимостью 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770—74;

вата гигроскопическая по ГОСТ 5556—75;

бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76 марки ФНБ;

эфир медицинский (диэтиловый);

эфир петролейный (фракция 40—70°С) по ГОСТ 11992—77;

ацетон по ГОСТ 2603—79 или ацетон технический по ГОСТ 2768—79;

песок кварцевый;

кальций хлористый технический по ГОСТ 450—77 или кальций хлористый по ГОСТ 4460—77, предварительно прокаленный 2 ч при температуре 250—300°С;

натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76 или натрий фосфорнокислый однозамещенный 2-водный по ГОСТ 245—76;

вода дистиллированная.

Примечание. Допускается использовать мерную посуду и другие средства измерений, имеющие такие же или лучшие метрологические характеристики.

2.2. Подготовка к испытанию

2.2.1. *Подготовка проб к испытанию*

Объединенные пробы сена, силоса, сенажа, соломы или зеленых кормов 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 не должна быть менее 100 г. Пробы высушивают в сушильном шкафу при температуре 60—65°С до воздушно-сухого состояния. Воздушно-сухую пробу измельчают на мельнице и просеивают через сито. Остаток пробы 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 без предварительного подсушивания и просеивают через сито. Подготовку проб муки животного происхождения и муки костяной кормовой проводят по ГОСТ 17681—82, муки рыбной кормовой и из морских млекопитающих и ракообразных — по ГОСТ 7636—85.

Подготовленные для испытаний пробы хранят в стеклянной или пластмассовой банке в сухом месте. Для пересчета результатов испытания на сухой продукт в подготовленной для испытания пробе определяют содержание влаги по ГОСТ 13496.3—80, ГОСТ 13979.1—68, ГОСТ 17681—82, ГОСТ 3040—55.

Для испытания муки животного происхождения допускается использовать сухую пробу.

2.2.2. *Очистка кварцевого песка*

Кварцевый песок сначала промывают водопроводной водой, затем заливают разбавленной соляной кислотой (1 : 1) и оставляют на сутки. После этого песок промывают водопроводной водой до исчезновения кислой реакции по лакмусу, а затем дистиллированной водой и высушивают. Прокаливают и просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм.

2.2.3. *Приготовление патрона из фильтровальной бумаги*

Для приготовления патрона фильтровальную бумагу обезжиривают следующим образом. Листы фильтровальной бумаги свертывают в трубку и помещают в стеклянный (мерный) цилиндр с пришлифованной пробкой так, чтобы вся бумага поместилась в цилиндре, а цилиндр мог быть закрыт пробкой. В цилиндр перед помещением бумаги наливают 100—200 см^3 диэтилового эфира. После того как эфир поднимется по бумаге до ее верхнего края, цилиндр открывают, бумагу вынимают и дают эфиру испариться, затем ножницами от верхнего края отрезают полоску шириной 4—5 см, а остальную часть бумаги используют для приготовления патронов. Вату обезжиривают также в цилиндре.

Обезжиренную вату и бумагу хранят в закрытой посуде.

Обезжиренный прямоугольный кусок бумаги навертывают на деревянную болванку. По мере навертывания свободный край бумаги подворачивают складками для образования донышка патрона. Размер патрона и объем аппарата Сокслета выбирают в зависимости от объема пробы. Бумагу и болванку берут таким образом, чтобы стенки патрона получились двойными, а его диаметр был на 0,5 см меньше диаметра экстрактора. На дно патрона кладут кусочек обезжиренной ваты.

2.3. Проведение испытания

В патрон из фильтровальной бумаги отвешивают 5—10 г испытуемой пробы с погрешностью не более 0,001 г. Сверху кладут кусочек обезжиренной ваты. Навеску муки кормовой рыбной и из морских млекопитающих и ракообразных предварительно помещают в фарфоровую ступку, туда же добавляют двойное-тройное по массе количество безводного сернокислого (или фосфорнокислого) натрия и смесь хорошо растирают пестиком. Затем обезвоженный продукт переносят в патрон. Ступку протирают ватой, смоченной эфиром, которую присоединяют к сухой навеске. Навеску муки костяной кормовой также предварительно тщательно смешивают в бюксе с 3—4 г очищенного и прокаленного песка и затем смесь переносят в патрон. Бюкс 2—3 раза вытирают обезжиренной ватой, смоченной эфиром, которую кладут в патрон. Верхние края патрона подворачивают так, чтобы закрыть лежащую в верхней части патрона вату.

Приготовленный таким образом патрон помещают в экстрактор аппарата Сокслета так, чтобы он не был выше верхнего изгиба сифонной трубки. Колбу аппарата Сокслета высушивают при температуре (105±2)°С в течение 2 ч и после охлаждения взвешивают. Колбу наполняют примерно на $^2/_3$ объема эфиром и присоединяют к экстрактору. Пускают воду в холодильник и колбу с эфиром нагревают на водяной бане. При этом эфир, находящийся в колбе, испаряется и в виде пара проходит через широкую трубку экстрактора в холодильник, где охлаждается и в виде капель поступает в экстрактор с патроном. При заполнении экстрактора эфиром до верхнего изгиба сифонной трубки последний переливается в колбу, унося с собой жир. В течение 1 ч должно быть 7—9 сливов эфира. Экстракцию ведут 3 ч. При испытании муки кормовой рыбной и из морских млекопитающих и ракообразных экстракция длится 10—12 ч.

Затем патрон удаляют из экстрактора и отгоняют эфир из колбы в экстрактор. После заполнения экстрактора до верхнего изгиба сифонной трубки чистый эфир сливают из экстрактора, который затем вновь присоединяют к аппарату Сокслета, и отгоняют оставшийся в колбе эфир.

По окончании отгонки эфира отсоединяют экстрактор, колбу

выдерживают на бане до испарения растворителя. Затем в колбу с жиром добавляют 2 см³ ацетона и растворитель вновь упаривают. После испарения растворителя колбу помещают в сушильный шкаф и высушивают при температуре (105±2)°С в течение 30 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Последующее взвешивание проводят после повторной сушки в течение 15 мин. Высушивание и взвешивание повторяют до тех пор, пока разность результатов двух последовательных взвешиваний будет не более 0,001 г.

2.4. Обработка результатов

Массовую долю сырого жира в испытуемой пробе (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{(m_2-m_1)\cdot 100}{m},$$

где m — масса пробы, г;

m_1 — масса пустой колбы, г;

m_2 — масса колбы с сырым жиром, г.

Массовую долю сырого жира (X_1) в процентах в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

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

где X — массовая доля сырого жира в испытуемой пробе, %;

W — массовая доля влаги в испытуемой пробе, %.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми (d) в процентах не должны превышать 0,4% при массовой доле сырого жира до 10% и 0,6% — при массовой доле сырого жира 10% и выше. Допускаемые расхождения (D) в процентах между результатами определений, полученными в разных условиях (в разное время, с применением разной аппаратуры, в разных лабораториях), не должны превышать: 0,8% — при массовой доле сырого жира до 10%; 1,2% — при массовой доле от 10% и более.

Результаты определений вычисляют с точностью до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений и определений, проведенных в разных условиях, для отдельных видов продуктов могут иметь иное выражение, оговоренное в нормативно-технической документации на данный вид продукта.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЫРОГО ЖИРА ПО ОБЕЗЖИРЕННОМУ ОСТАТКУ

Метод основан на экстракции сырого жира из взвешенной пробы растворителем и последующем взвешивании обезжиренного остатка.

3.1. Определение сырого жира по обезжиренному остатку в аппарате Сокслета

Метод предназначен для испытания всех видов кормов, комбикормов и комбикормового сырья, за исключением кормовых дрожжей. Для испытания всех видов кормов в качестве растворителя используют диэтиловый эфир; для испытания муки костяной кормовой и муки кормовой рыбной и из морских млекопитающих и ракообразных наряду с диэтиловым эфиром допускается использование петролейного эфира. Для испытания хлопковых жмыхов и шротов используют петролейный эфир.

3.1.1. Аппаратура, материалы и реактивы — по п. 2.1.

Из прямоугольного кусочка фильтровальной бумаги размером 100×90 мм делают пакетики.

3.1.2. *Подготовка к испытанию*

3.1.2.1. Подготовка проб к испытанию

Подготовка проб — по п. 2.2.1.

3.1.3. *Проведение испытания*

Пакетик из фильтровальной бумаги обезжиривают в эфире экстракцией в аппарате Сокслета в течение 2—3 ч, помещают в стеклянные бюксы и сушат при температуре 105°С в течение 1 ч в сушильном шкафу, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. В высушенный и взвешенный пакетик отвешивают 1—2 г испытуемой пробы. Пакетик закрывают, помещают в ту же бюксу и высушивают в сушильном шкафу при температуре 105°С в течение 3 ч. Затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Подготовленные таким образом 8—12 пакетиков с испытуемой пробой помещают в эксикатор аппарата Сокслета вместимостью 250 см^3 вертикально по 4 пакетика в ряд. В экстрактор наливают эфир так, чтобы он покрывал пакетики. Эфир наливают также и в колбу аппарата Сокслета в таком количестве, чтобы после слива его из экстрактора общий объем растворителя не превышал $^2/_3$ объема колбы. Затем собирают аппарат и оставляют его в таком виде на ночь. Экстракцию проводят на следующий день, предварительно пустив воду в холодильник для охлаждения паров эфира.

Нагревают аппарат Сокслета на водяной бане. При нормальном кипении эфира должно быть 6—7 сливаний в час. Экстракцию проводят 8 ч. По окончании экстракции пакетики вынимают из аппарата и раскладывают их так, чтобы дать испариться эфиру, и сушат в тех же бюксах при температуре 105°С в течение 1 ч. Затем их охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Последующее взвешивание проводят после повторной сушки в течение 30 мин. Сушку и взвешивание повторяют до тех пор, пока разность результатов двух последовательных взвешиваний составит не более 0,001 г.

3.1.4. *Обработка результатов*

Массовую долю сырого жира в сухом веществе (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \cdot 100,$$

где m_1 — масса высушенной бюксы с пакетиком, г;

m_2 — масса бюксы с пакетиком и навеской до обезжиривания, г;

m_3 — масса бюксы с пакетиком и навеской после обезжиривания, г.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми (d) в процентах не должны превышать

$$d = 0{,}34 + 0{,}05\overline{X},$$

где $\overline{X}$ — среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Допускаемые расхождения между результатами определений, полученными в разных условиях (в разных лабораториях, в разное время, с применением разной аппаратуры) (D), в процентах не должны превышать

$$D = 0{,}62 + 0{,}09\,\overline{\overline{X}},$$

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

Результаты определений вычисляют с точностью до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

3.2. Определение сырого жира по обезжиренному остатку в аппарате ЭЖ-101

Метод предназначен для определения сырого жира в кормах растительного происхождения и комбикормах при проведении массовых анализов.

3.2.1. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Измельчитель проб растений марки ИПР-2 или соломорезка марки ИСР-1;

мельница лабораторная марки МРП-2;

ножницы;

сито металлическое с отверстиями диаметром 1 мм;

весы лабораторные по ГОСТ 24104—80, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

сушилка проб кормов СК-1;

шкаф сушильный лабораторный СЭШ-3М;

эксикатор по ГОСТ 25336—82;

бюксы стеклянные по ГОСТ 25336—82;
бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76 марки ФНБ;
установка экстракционная ЭЖ-101;
бензин авиационный Б-70;
кальций хлористый технический по ГОСТ 450—77 или кальций хлористый по ГОСТ 4460—77, предварительно прокаленный 2 ч при 250—300°С.

Примечание. Допускается использовать мерную посуду и другие средства измерений, имеющие такие же или лучшие метрологические характеристики.

3.2.2. *Подготовка к испытанию*

3.2.2.1. Подготовка проб к испытанию — по п. 2.2.1.

3.2.2.2. Приготовление пакетиков из фильтровальной бумаги — по п 3.1.1.

3.2.3. *Проведение испытания*

Пакетики из фильтровальной бумаги обезжиривают в бензине экстракцией в аппарате ЭЖ-101 в течение 2 ч, помещают в стеклянные бюксы и сушат при температуре 105°С в течение 1 ч.

В высушенные и взвешенные пакетики отвешивают 1—2 г испытуемой пробы на весах 2-го класса точности. Пакетики закрывают, помещают в те же бюксы и высушивают в сушильном шкафу при температуре 105°С в течение 3 ч. Затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Приготовленные таким образом пробы помещают в экстракционную камеру установки ЭЖ-101 в количестве до 100 пакетиков и заливают 0,5—0,7 дм^3 бензина. Бензин наливают также и в резервуар-испаритель в количестве 2,5 дм^3, затем закрывают крышкой с встроенным холодильником, пускают воду для охлаждения паров бензина и включают установку в сеть. Пары нагретого бензина конденсируются на холодильнике и бензин стекает в экстракционную камеру с пакетиками. После заполнения экстракционной камеры бензин поступает по сифонной трубке в резервуар-испаритель, унося с собой жир. Экстракция проводится не менее 6 ч. По окончании экстракции пакетики вынимают из экстракционной камеры и раскладывают их так, чтобы дать испариться бензину и сушат в тех же бюксах при температуре 105°С в течение 1 ч. Затем их охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Последующее взвешивание проводят после повторной сушки в течение 30 мин. Сушку и взвешивание повторяют до тех пор, пока разность результатов двух последовательных взвешиваний составит не более 0,001 г.

3.2.4. Обработка результатов — по п. 3.1.4.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЫРОГО ЖИРА ПО МАССЕ ИЗВЛЕЧЕННОГО СЫРОГО ЖИРА ПОСЛЕ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО ГИДРОЛИЗА

Метод основан на обработке пробы разбавленной соляной кислотой, извлечении сырого жира из гидролизата растворителем,

удалении растворителя, высушивании и взвешивании извлеченного жира.

Метод предназначен для испытания кормовых дрожжей.

4.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

весы лабораторные по ГОСТ 24104—80, 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г;

баня водяная;

шкаф сушильный электрический с терморегулятором СЭШ-3М;

эксикатор по ГОСТ 25336—82;

пипетки исполнений 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 вместимостью 2 и 10 см^3 по ГОСТ 20292—74, 2-го класса точности;

испаритель ротационный ИР-1М;

дефлегматор сложный длиной 25 см;

колбы ККШ-100 — 29/32 по ГОСТ 25336—82;

холодильник шариковый по ГОСТ 25336—82;

воронки делительные вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 25336—82, 2-го класса точности;

цилиндр мерный исполнений 1, 3, вместимостью 50 и 100 см^3 по ГОСТ 1770—74, 2-го класса точности;

эфир медицинский (диэтиловый);

кислота соляная концентрированная по ГОСТ 3118—77, х.ч. или ч.д.а., разбавленная дистиллированной водой в отношении 2 : 1;

эфир петролейный (фракция 40—70°С) по ГОСТ 11992—77;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72 или

спирт этиловый технический по ГОСТ 17299—78;

ацетон по ГОСТ 2603—79 или

ацетон технический по ГОСТ 2766—79;

кальций хлористый по ГОСТ 4460—77, предварительно прокаленный 2 ч при температуре 250—300°С;

вода дистиллированная.

Примечание. Допускается использовать мерную посуду и другие средства измерений, имеющие такие же или лучшие метрологические характеристики.

4.2. Подготовка к испытанию

4.2.1. *Подготовка проб к испытанию*

Подготовка проб к испытанию — по п. 2.2.1.

4.3. Проведение испытания

В круглодонную колбу вместимостью 100 см^3 отвешивают 2 г продукта с погрешностью не более 0,01 г. В колбу добавляют пипеткой 2 см^3 этилового спирта. Содержимое колбы перемешивают встряхиванием. Добавляют 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной

водой в соотношении 2:1, и содержимое колбы тщательно перемешивают встряхиванием. Колбу соединяют с обратным холодильником и реакционную смесь нагревают на водяной бане при температуре (75±2)°С в течение 1 ч. Затем в колбу через холодильник добавляют 10 см³ этилового спирта, колбу снимают с бани и оставляют для охлаждения.

После охлаждения содержимое колбы переливают в делительную воронку, смывают остатки гидролизата в колбе диэтиловым эфиром, используя для этой цели 25 см³ растворителя. Смесь в воронке энергично встряхивают, добавляют 25 см³ петролейного эфира и смесь снова встряхивают. В случае образования устойчивой эмульсии в делительную воронку добавляют 10—15 см³ этилового спирта. Содержимое воронки встряхивают и оставляют для расслоения. После расслаивания нижний кислотный слой сливают обратно в круглодонную колбу, а эфирный слой переливают во вторую делительную воронку. Экстракцию липидов из кислотного слоя повторяют еще два раза так, как описано выше, используя каждый раз смесь 15 см³ диэтилового эфира и 15 см³ петролейного эфира. При экстракции кислотный слой сливают каждый раз в круглодонную колбу, а эфирные слои сливают во вторую делительную воронку, в которую перенесли первую порцию растворителей. По окончании экстракции реакционную смесь отбрасывают, а объединенный экстракт подвергают дальнейшей обработке. Экстракт дважды промывают дистиллированной водой порциями по 20 см³. Промывные воды отбрасывают, а экстракт переносят в предварительно взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г круглодонную колбу вместимостью 100 см³.

Растворитель упаривают на ротационном испарителе при остаточном давлении не ниже 50 мм рт. ст. и температуре водяной бани не выше 35°С или обычной перегонкой с дефлегматором. Когда весь растворитель испарится, в колбу добавляют 2 см³ ацетона и растворитель вновь упаривают. После испарения растворителя остатки его удаляют при нагревании в сушильном шкафу. Для этого колбу помещают в сушильный шкаф, нагретый до температуры (105±2)°С и выдерживают 30 мин. Затем колбу переносят в эксикатор и после охлаждения до комнатной температуры взвешивают. Колбу вновь помещают в сушильный шкаф, прогревают 15 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Эту процедуру повторяют столько раз, сколько необходимо для доведения колбы с сырым жиром до постоянной массы. Массу считают постоянной, если разница между последовательными взвешиваниями составит не более 0,0004 г. Если масса при последующих взвешиваниях возрастает, то за окончательную величину принимают минимальную массу.

4.4. Обработка результатов

Обработка результатов — по п. 2.4.

Изменение № 1 ГОСТ 13496.15—85 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения сырого жира

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.10.88 № 3600

Дата введения 01.01.89

Пункт 2.4. Второй абзац. Формулу изложить в новой редакции:

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

(Продолжение см. с. 266)

Пункт 3.1.4 дополнить абзацами: «Предельную погрешность результата анализа (σ_X), в процентах, при односторонней доверительной вероятности P=0,95 вычисляют по формуле

$$\sigma_X = 0{,}36 + 0{,}056X.$$

Допускается проведение анализа без параллельных определений при наличии стандартных образцов. За результат испытания принимают результат единичного определения, если разница между воспроизведенным и аттестованным содержанием определяемого в стандартном образце вещества находится в пределах допускаемой погрешности анализа. В этом случае за результат испытания анализируемого продукта принимают результат единичного определения.

Контрольные анализы проводят в двух параллельных определениях».

(ИУС № 2 1989 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 13496.15—85 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения сырого жира

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.03.89 № 909

Дата введения 01.09.89

Раздел 1. Заменить ссылку: ГОСТ 13979.0—68 на ГОСТ 13979.0—86.

Пункт 2.1. Заменить ссылку: ГОСТ 2768—79 на ГОСТ 2768—84; исключить ссылки: ГОСТ 11992—77 и ГОСТ 4460—77;

четвертый абзац. Заменить значение: 1,0 мм на 0,25 и 1,0 мм.

Пункт 2.2.1. Третий абзац изложить в новой редакции: «Средние пробы комбикормов и комбикормового сырья размалывают без предварительного подсушивания, при этом жмыхи и шроты измельчают до прохода через сито с отверстиями диаметром 0,25 мм, остальное комбикормовое сырье и комбикорма — до прохода через сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Трудноизмельчаемый остаток на сите (лузгу, шелуху и т. д.) доизмельчают ножницами или растирают в ступке, присоединяют к проходу и тщательно перемешивают.

Примечание. С целью обмасливания измельчителя или ступки предварительно измельчают небольшое количество анализируемого продукта, который затем отбрасывают»;

заменить ссылку: ГОСТ 3040—55 на ГОСТ 13586.5—85.

Пункт 2.2.3 изложить в новой редакции: «2.2.3. *Приготовление патрона из фильтровальной бумаги*

Для приготовления патрона фильтровальную бумагу и вату предварительно обезжиривают или в аппарате Сокслета или в цилиндре с пришлифованной крышкой тем же растворителем, который используют при определении жира.

Перед обезжириванием в аппарате Сокслета фильтровальную бумагу нарезают размером 500×110 мм, свертывают в трубку и перевязывают ниткой. Вату

(Продолжение см. с. 292)

тоже сворачивают в рулон такой же формы и тоже перевязывают ниткой. Затем отдельно помещают в экстрактор. В колбу аппарата заливают растворитель не более 2/3 объема и присоединяют к холодильнику. Экстракцию ведут на водяной или паровой бане в течение 2—3 ч.

При обезжиривании в цилиндре с пришлифованной пробкой бумагу и вату помещают в цилиндр, заливают 100—200 $см^3$ растворителя и закрывают пробкой. После того, как эфир поднимется по бумаге до ее верхнего края, цилиндр открывают, бумагу вынимают и дают эфиру испариться. Затем ножницами от верхнего края отрезают полоску шириной 4—5 см, а остальную часть бумаги используют для приготовления патронов. Вату обезжиривают так же. Обезжиренные вату и бумагу хранят в закрытой посуде.

Обезжиренный прямоугольный кусок бумаги навертывают на деревянную цилиндрическую болванку так, чтобы с одной стороны болванки край бумаги выступал на 2—2,5 см. Эту часть загибают пинцетом, по мере завертывания ее на болванку, для образования донышка патрона. Размер патрона и объем аппарата Сокслета выбирают в зависимости от объема пробы. Бумагу и болванку берут таким образом, чтобы стенки патрона получались двойными, а его диаметр был на 0,5 см меньше диаметра экстрактора. На дно патрона кладут кусочек обезжиренной ваты».

Пункт 2.3. Второй абзац дополнить словами: «Экстракцию жмыхов и шротов ведут 8 ч. По истечении указанного срока проверяют полноту экстракции. Для этого на часовое стекло или шлиф колбы помещают каплю стекающего из экстрактора растворителя. Если после испарения эфира на часовом стекле или шлифе колбы не останется жира, то значит экстракция проведена полностью»;

последний абзац после слов «повторной сушки в течение 15 мин» дополнить словами: «При определении сырого жира в жмыхах и шротах из копры и пальмовых ядер высушивание проводят при (60—70) °С. Первое взвешивание проводят через 1 ч, последующие — через 30 мин».

(ИУС № 7 1989 г.)

gost.e-ecolog.ru