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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
ISO/TS 17764-2—
2015

КОРМА, КОМБИКОРМА

Определение содержания жирных кислот

Часть 2

Метод газовой хроматографии

(ISO/TS 17764-2:2002, Animal feeding stuffs — Determination of the content of fatty acids — Part 2: Gas chromatographic method, IDT)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2020

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности» (ОАО «ВНИИКП») на основе официального перевода на русский язык англоязычной версии документа, указанного в пункте 5

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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 августа 2015 г. № 79-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 октября 2015 г. № 1479-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO/TS 17764-2—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному документу ISO/TS 17764-2:2002 «Корма для животных. Определение содержания жирных кислот. Часть 2. Метод газовой хроматографии» («Animal feeding stuffs — Determination of the content of fatty acids— Part 2: Gas chromatographic method», IDT).

Международный документ разработан подкомитетом ISO/TC 34/SC 10 «Корма для животных» технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного документа для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

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

Сведения о соответствии ссылочных международных документов межгосударственным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2020 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© ISO, 2002 — Все права сохраняются

© Стандартинформ, оформление, 2016, 2020



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

Введение

ISO/TS 17764 «Корма для животных. Определение содержания жирных кислот» состоит из двух частей:

- Часть 1: Приготовление метиловых эфиров;
- Часть 2: Метод газовой хроматографии.

Настоящий стандарт является второй частью ISO/TS 17764 и устанавливает метод газовой хроматографии для количественного определения содержания жирных кислот, с использованием метиловых эфиров жирных кислот, полученных в соответствии с ISO/TS 17764-1.

КОРМА, КОМБИКОРМА

Определение содержания жирных кислот

Часть 2

Метод газовой хроматографии

Feeds, compound feeds. Determination of the content of fatty acids. Part 2. Gas chromatographic method

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на животные и растительные жиры, масла и смеси жирных кислот, используемые в качестве комбикормового сырья, и жирные кислоты, полученные экстракцией жира из кормов и комбикормов для животных, включая жиры и смеси жирных кислот, содержащих масляную кислоту.

Настоящий стандарт устанавливает метод количественного определения содержания индивидуальных жирных кислот и суммы жирных кислот (элюированных жирных кислот) с применением газового хроматографа и использованием метиловых эфиров жирных кислот, полученных по ISO/TS 17764-1.

Метод нельзя применять к полимеризованным жирным кислотам.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа, для недатированных — последнее издание (включая все изменения):

ISO 3696:1987, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний)

ISO/TS 17764-1, Animal feeding stuffs — Determination of the content of fatty acids — Part 1: Preparation of methyl esters (Корма для животных. Определение содержания жирных кислот. Часть 1. Приготовление метиловых эфиров)

3 Термины и определения

В настоящем документе применяются следующие термины и определения.

3.1 содержание жирных кислот: Массовая доля жирных кислот в навеске масла, жира, экстракта жира, свободных жирных кислот или соапстока.

Примечание — Содержание жирных кислот выражают в граммах на килограмм.

3.2 содержание элюированных жирных кислот: Массовая доля всех жирных кислот, определенных с использованием колоночной газовой хроматографии в соответствии с настоящим стандартом.

4 Сущность

Метилловые эфиры, подготовленные из жирных кислот в соответствии с ISO/TS 17764-1, разделяют методом газожидкостной хроматографии с использованием капиллярной колонки и пламенно-ионизационного детектора. Пики на хроматограмме идентифицируют с помощью стандартного образца известного состава и количественно определяют с помощью внутреннего стандарта.

5 Реактивы

Все реактивы должны быть признанного аналитического качества.

5.1 **Вода** 3 степени чистоты по ISO 3696.

5.2 ***n*-гексан или *n*-гептан.**

5.3 ***n*-пентан.**

5.4 **Стандартный образец:** образец масла или жира с точно известным составом жирных кислот или смесь стандартных метиловых эфиров жирных кислот, или стандарты жирных кислот.

Примечание — Если этерификация проводилась методом с трифторидом бора, то не допускается использовать смесь стандартов метиловых эфиров жирных кислот для градуировки или расчета поправочных коэффициентов жирных кислот с длиной цепи менее 10 атомов углерода, из-за возможной растворимости сложных метиловых эфиров в водной фазе.

6 Оборудование

Используют обычное лабораторное оборудование.

6.1 **Газовый хроматограф**, включающий пламенно-ионизационный детектор, капиллярную колонку и систему ввода, предназначенную для использования с этой колонкой.

Может использоваться система ввода с нагревом с разделением или без разделения потока, или холодный ввод в колонку. Для анализа молочных жиров не рекомендуется применять ввод с нагревом без деления потока из-за частичного наложения пика растворителя на пик масляной кислоты.

6.2 **Колонка**, изготовленная из инертного материала (плавленного кварца или стекла) с неподвижной фазой, рекомендуется химически связанной со стенкой колонки.

Размеры колонки и толщина пленки являются важными факторами в определении эффективности разделения и потенциала колонки. Должно выполняться разрешение не менее 1,25 для жирных кислот C16:0 и C16:1, и C18:0 и C18:1.

Примечание — В большинстве случаев для анализа подходит умеренно полярная фаза. В особых случаях, например, для разделения *цис*-*транс* изомеров и/или позиционных изомеров, или исключения совпадения пиков, используют более полярную фазу. Для достижения желаемой эффективности и увеличения потенциала колонки подбирают оптимальные размеры колонки и толщина пленки. Пример умеренно полярных фаз — различные эфиры поли(этиленгликоля). Пример более полярных — фазы типа циано-пропил-полисилоксана.

6.3 **Система ввода:** ручная система ввода вместимостью не более 10 мкл, с ценой деления 0,1 мкл, подходящая для ввода в колонку (см. 6.2) или автоматическая система ввода.

Примечание — Для улучшения повторяемости и воспроизводимости предпочтительнее использование автоматической системы ввода.

6.4 **Устройство регистрации сигнала:** электронная система, оснащенная рекордером, преобразующая сигнал детектора в хроматограмму (интегратор или устройство вывода данных).

7 Проведение испытания

7.1 Подготовка метиловых эфиров

Метилловые эфиры жирных кислот навески пробы и стандартного образца (см. 5.4) готовят в соответствии с ISO/TS 17764-1.

7.2 Выбор оптимальных условий работы

Подготовку оборудования проводят в соответствии с инструкциями производителя.

Оптимизацию потока газа-носителя проводят в соответствии с рекомендациями производителя выбранной колонки и используемого газа-носителя.

Температуру детектора поддерживают от 20 °С до 50 °С выше самой высокой температуры колонки программируемого нагрева, но не ниже 150 °С.

Температура ввода зависит от типа системы ввода; температуру устанавливают в соответствии с инструкцией.

При использовании разделяющей системы ввода устанавливают соотношение разделения от 1 : 30 до 1 : 100.

7.3 Проведение испытания

7.3.1 Метилловые эфиры жирных кислот из навески и навески с добавлением внутреннего стандарта (гептадекановой кислоты) растворяют в *n*-гексане (см. 5.2) до их массовой доли 1 % при использовании разделяющей системы ввода или 0,05 % — в случае без разделения потока или холодного ввода в колонку.

Из метилловых эфиров жирных кислот стандартного образца (см. 7.1) готовят раствор в *n*-гексане с сопоставимой концентрацией.

Отдельно вводят от 0,1 до 1,0 мм³ экстракта анализируемой пробы, анализируемой пробы с внутренним стандартом, а при необходимости — стандартного образца.

При холодном вводе в колонку для хорошего разделения метилловых эфиров жирных кислот с длиной цепи менее 10 атомов углерода в качестве растворителя используют *n*-пентан. Сложные метилловые эфиры жирных кислот анализируемых проб и стандартного образца растворяют в одном и том же растворителе.

7.3.2 Программируют температурный режим в зависимости от состава жирных кислот для получения быстрого и эффективного разделения. Следует учитывать используемую систему ввода (см. 6.3).

Температурный режим печи устанавливают, начиная от температуры 60 °С, если проба содержит жирные кислоты с длиной цепи менее 12 атомов углерода.

После того, как была достигнута самая высокая температура, установленная программой, ее поддерживают для улучшения разделения до элюирования всех компонентов.

При использовании холодного ввода в колонку температурный режим печи устанавливают, начиная с температуры, которая не превышает температуру кипения растворителя при нормальном давлении (50 °С в случае *n*-пентана) более чем на 10 °С.

Программу температурного режима запускают сразу же после ввода. Следуют инструкциям производителя.

8 Идентификация пиков

Пики метилловых эфиров анализируемой пробы идентифицируют по времени удерживания пиков известных метилловых эфиров жирных кислот в стандартном образце. Пики на хроматограмме анализируемой пробы с одинаковым временем удерживания пиков на хроматограмме стандартного образца представляют собой одинаковые жирные кислоты.

9 Вычисления

9.1 Поправка на гептадекановую кислоту в навеске

Вычисляют поправку площади пика гептадекановой кислоты в навеске с добавлением внутреннего стандарта A_{rsr} , в единицах площади, по гептадекановой кислоте анализируемой пробы, по формуле

$$A_{rsr} = A_{sr17.0} - \left(\frac{A_{s17.0}(A_{sr16.0} + A_{sr18.0} + A_{sr18.1})}{(A_{s16.0} + A_{s18.0} + A_{s18.1})} \right), \quad (1)$$

где $A_{sr17.0}$ — площадь пика гептадекановой (маргариновой) кислоты в навеске с добавлением внутреннего стандарта, в единицах площади;

$A_{s17.0}$ — площадь пика гептадекановой (маргариновой) кислоты в навеске без добавления внутреннего стандарта, в единицах площади;

- $A_{sr18:0}$ — площадь пика гексадекановой (пальмитиновой) кислоты в навеске с добавлением внутреннего стандарта, в единицах площади;
- $A_{sr18:0}$ — площадь пика октадекановой (стеариновой) кислоты в навеске с добавлением внутреннего стандарта, в единицах площади;
- $A_{sr18:1}$ — площадь пика октадеценновой (олеиновой) кислоты в навеске с добавлением внутреннего стандарта, в единицах площади;
- $A_{s18:0}$ — площадь пика гексадекановой (пальмитиновой) кислоты в навеске без добавления внутреннего стандарта, в единицах площади;
- $A_{s18:0}$ — площадь пика октадекановой (стеариновой) кислоты в навеске без добавления внутреннего стандарта, в единицах площади;
- $A_{s18:1}$ — площадь пика октадеценновой (олеиновой) кислоты в навеске без добавления внутреннего стандарта, в единицах площади.

Если относительное количество гептадекановой кислоты в анализируемой пробе не превышает 0,5 % от общего количества жирных кислот, то в вычислении поправки нет необходимости.

9.2 Определение поправочных градуировочных коэффициентов

Поправочные коэффициенты градуировки определяют для жирных кислот с длиной цепи менее 10 атомов углерода.

При использовании ввода с нагревом в колонку необходимо учитывать селективное испарение метиловых эфиров жирных кислот. В этом случае определяют относительные градуировочные коэффициенты для всего спектра метиловых эфиров жирных кислот.

Градуировочные коэффициенты используются при пересчете площадей пиков в массовые доли. Определяют градуировочные коэффициенты с помощью хроматограммы, полученной в результате анализа стандартного образца (см. 5.4), проведенного в условиях, идентичных тем, которые используются для анализируемой пробы.

Вычисляют градуировочный коэффициент для i жирной кислоты k_i в единицах массы на единицу площади, по формуле

$$k_i = \frac{m_i}{A_i}, \quad (2)$$

где m_i — масса i жирной кислоты в стандартном образце, в единицах массы;

A_i — площадь пика i жирной кислоты в стандартном образце, в единицах площади.

Если по причине отсутствия стандарта жирной кислоты невозможно определить градуировочный коэффициент, то используют градуировочный коэффициент ближайшей предшествующей жирной кислоты, стандарт которой доступен.

Градуировочные коэффициенты рассчитывают относительно градуировочного коэффициента внутреннего стандарта C17:0 (гептадекановой кислоты). Получают поправочный градуировочный коэффициент i жирной кислоты k'_i :

$$k'_i = \frac{k_i}{k_r}, \quad (3)$$

где k_i — градуировочный коэффициент для i жирной кислоты, в единицах массы на единицу площади;

k_r — градуировочный коэффициент внутреннего стандарта C17:0 (гептадекановой кислоты), в единицах массы на единицу площади.

9.3 Диапазон поправочных градуировочных коэффициентов

Поправочные градуировочные коэффициенты могут незначительно отличаться от соответствующих значений коэффициентов чувствительности. Коэффициентом чувствительности считается величина сигнала пламенно-ионизационного детектора определенной жирной кислоты.

Теоретическое значение коэффициента чувствительности метилового эфира неразветвленной насыщенной i жирной кислоты R_i рассчитывают по формуле

$$R_i = \frac{M_r(n_i - 1)}{M_i(n_i - 1)}, \quad (4)$$

где M_r — молярная масса внутреннего стандарта жирной кислоты (C17:0), г/моль;

n_i — количество атомов углерода i жирной кислоты;

M_i — молярная масса i жирной кислоты, г/моль;

n_r — количество атомов углерода внутреннего стандарта жирной кислоты.

Поправочный коэффициент градуировки (k'_i) не должен отличаться более чем на 5 % от значения R_i^{-1} . Если расхождение больше 5 %, то проверяют наличие систематических погрешностей, что допускается при использовании одного или более стандартных образцов.

Примечание — Наиболее распространенными систематическими ошибками являются селективное испарение компонентов с иглы шприца при введении в систему ввода с нагревом или селективное разделение в случае разделенного ввода, которые более характерны для короткоцепочечных жирных кислот. Это приводит к заниженным значениям поправочных градуировочных коэффициентов для короткоцепочечных жирных кислот по отношению к теоретическим значениям. Еще одной причиной систематических расхождений может быть неполная экстракция метиловых эфиров короткоцепочечных жирных кислот в алкановой фазе.

9.4 Расчет содержания жирных кислот

Массовую долю i жирной кислоты в жире w_i , г/кг, вычисляют по формуле

$$w_i = \frac{A_{\text{исr}} \cdot m_r}{A_{\text{ср}} \cdot m_s} \cdot k'_i \cdot 1000, \quad (5)$$

где $A_{\text{исr}}$ — площадь пика соответствующей i жирной кислоты в пробе жира с добавлением внутреннего стандарта, в единицах площади;

m_r — масса внутреннего стандарта добавленного к навеске анализируемой пробы жира, г;

$A_{\text{ср}}$ — поправочная площадь пика внутреннего стандарта в навеске с добавлением внутреннего стандарта, в единицах площади;

m_s — масса навески пробы жира, г;

k'_i — поправочный градуировочный коэффициент i жирной кислоты.

Результат записывают с точностью до 1 г/кг.

9.5 Вычисление содержания элюированных жирных кислот

Вычисляют содержание элюированных жирных кислот путем суммирования значений w_i всех индивидуальных жирных кислот.

9.6 Вычисление содержания жирных кислот в жиросодержащей продукции

Вычисляют содержание индивидуальных жирных кислот путем умножения содержания жирной кислоты в жире на содержание жира в продукции.

10 Прецизионность

10.1 Общие сведения

Точность метода была установлена в 1999 году в ходе межлабораторных испытаний, проведенных в соответствии с ISO 5725 [1]. Подробная информация об испытаниях приведена в приложении А. Значения, полученные в этих межлабораторных испытаниях, не могут быть применимы к диапазонам концентраций и пробам, отличающимся от описанных в данном стандарте в приложении А

10.2 Повторяемость

Абсолютная разница между двумя независимыми единичными результатами испытаний, полученными с использованием одного и того же метода на идентичном анализируемом материале в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором с использованием одного и того же оборудования в течение короткого интервала времени, должна не более чем в 5 % случаев превышать предел повторяемости r , приведенный в таблице 1.

Таблица 1 — Предел повторяемости (r) и предел воспроизводимости (R)

Продукт/жирная кислота	r , г/кг	R , г/кг
Категория Б (с гидролизом)		
C16:0 (Пальмитиновая кислота; гексадекановая кислота)	9	30
C18:1 (Олеиновая кислота; цис-9-октадеценвая кислота) (содержание < 200 г/кг)	3	10
C18:1 (Олеиновая кислота; цис-9-октадеценвая кислота) (содержание > 200 г/кг)	22	38
Категория А (без гидролиза)		
C16:0 (Пальмитиновая кислота; гексадекановая кислота)	8	15
C18:1 (Олеиновая кислота; цис-9-октадеценвая кислота) (содержание < 200 г/кг)	4	15
C18:1 (Олеиновая кислота; цис-9-октадеценвая кислота) (содержание > 200 г/кг)	9	40

10.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между двумя единичными результатами испытаний, полученными с использованием одного и того же метода на идентичном анализируемом материале в разных лабораториях разными операторами с использованием различного оборудования, должна не более чем в 5 % случаев превышать предел воспроизводимости R , представленный в таблице 1.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- используемый метод отбора проб, если он известен;
- используемый метод со ссылкой на настоящий стандарт;
- все рабочие подробности, не указанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как дополнительные, вместе с подробной информацией о любых инцидентах, которые могли повлиять на результат(ы) испытаний;
- полученный результат испытания или один из двух полученных результатов, если повторяемость была проверена.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторного испытания

Точность метода была проверена с помощью межлабораторных испытаний, организованных NEN в 2001 году и осуществленных в соответствии с ISO 5725¹⁾. В тесте участвовали 11 лабораторий. Однако четыре лаборатории не имели опыта работы с методом и были не в состоянии предоставить необходимые данные. Были исследованы образцы рыбного жира; масла, используемого для жарки; кокосового масла; экспеллерного кокосового масла и жира, извлеченного из мяса и костной муки.

Сводка статистических результатов испытаний приведена в таблицах А.1—А.3.

Примечание — Более подробная информация приведена в документе ISO/TC 34/SC 10 N 880.

Таблица А.1 — Данные прецизионности для суммы жирных кислот^a

Параметр	проба ^b				
	1	2	3	4	5
Количество лабораторий после удаления выбросов	6	6	6	6	6
Среднее содержание жирных кислот, г/кг	787	851	868	830	786
Стандартное отклонение повторяемости (s_p), г/кг	6,0	10,1	15,8	13,2	58,1
Коэффициент вариации повторяемости, %	0,8	1,2	1,8	1,6	2,6
Предел повторяемости (r) [$r = 2,8 \cdot s_p$], г/кг	16,7	28,3	44,2	36,9	58,1
Стандартное отклонение воспроизводимости (s_R), г/кг	52,7	42,0	34,4	26,2	34,4
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	6,7	4,9	4,0	3,2	4,4
Предел воспроизводимости (R) [$R = 2,8 \cdot s_R$], г/кг	147,0	118,0	96,2	73,3	96,2
^a Сумма всех пиков на хроматограмме, определенных как жирные кислоты. ^b Образец 1: рыбий жир. Образец 2: масло, используемое для жарки. Образец 3: кокосовое масло. Образец 4: экспеллерное кокосовое масло. Образец 5: жир, извлеченный из мяса и костной муки.					

Таблица А.2 — Данные прецизионности для пальмитиновой кислоты (гексадекановой кислоты)

Параметр	проба ^a				
	1	2	3	4	5
Количество лабораторий после удаления выбросов	7	7	7	7	7
Среднее содержание жирных кислот, г/кг	149	180	82	64	201
Стандартное отклонение повторяемости (s_p), г/кг	1,6	2,8	1,3	3,1	3,2
Коэффициент вариации повторяемости, %	1,1	1,6	1,6	3,7	1,6
Предел повторяемости (r) [$r = 2,8 \cdot s_p$], г/кг	4,5	7,9	3,5	8,6	9,0

¹⁾ ISO 5725:1986 (в настоящее время отменен) был использован для получения данных точности.

Окончание таблицы А.2

Параметр	проба ^а				
	1	2	3	4	5
Стандартное отклонение воспроизводимости (s_R), г/кг	3,1	5,9	2,9	7,0	10,7
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	2,1	3,3	3,6	8,4	5,3
Предел воспроизводимости (R) [$r = 2,8 \cdot s_R$], г/кг	8,6	16,6	8,2	19,7	29,9
^а Образец 1: рыбий жир. Образец 2: масло, используемое для жарки. Образец 3: кокосовое масло. Образец 4: экспеллерное кокосовое масло. Образец 5: жир, извлеченный из мяса и костной муки.					

Таблица А.3 — Данные прецизионности для олеиновой кислоты (цис-9-октадеценовой кислоты)

Параметр	проба ^а				
	1	2	3	4	5
Количество лабораторий после удаления выбросов	6	5	6	5	6
Среднее содержание жирных кислот, г/кг	146	329	59	56	282
Стандартное отклонение повторяемости (s_r), г/кг	1,1	3,1	1,2	1,1	7,9
Коэффициент вариации повторяемости, %	0,8	0,9	2,0	1,9	2,8
Предел повторяемости (r) [$r = 2,8 \cdot s_r$], г/кг	3,2	8,7	3,3	3,0	22,2
Стандартное отклонение воспроизводимости (s_R), г/кг	6,2	14,1	3,2	2,2	13,7
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	4,3	4,3	5,5	4,0	4,9
Предел воспроизводимости (R) [$r = 2,8 \cdot s_R$], г/кг	17,4	39,4	9,1	6,3	38,4
^а Образец 1: рыбий жир. Образец 2: масло, используемое для жарки. Образец 3: кокосовое масло. Образец 4: экспеллерное кокосовое масло. Образец 5: жир, извлеченный из мяса и костной муки.					

Приложение ДА
(справочное)

**Сведения о соответствии ссылочных международных документов
межгосударственным стандартам**

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного документа	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 3696:1987	—	*
ISO/TS 17764-1	IDT	ГОСТ ISO/TS 17764-1—2015 «Корма, комбикорма. Определение содержания жирных кислот. Часть 1. Приготовление метиловых эфиров»
<p>* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать в части требований к воде 3-го класса ГОСТ 6709—72, который распространяется на тот же объект стандартизации и является сопоставимым со ссылочным международным стандартом в части требований к воде 3 класса.</p> <p>Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта: - IDT — идентичный стандарт.</p>		

Библиография

- [1] ISO 5725:1986¹⁾ Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests (Точность методов испытаний — Определение повторяемости и воспроизводимости для стандартного метода испытания по межлабораторным испытаниям)
- [2] ISO 5725-1:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения)
- [3] ISO 5725-2:1994²⁾ Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения)
- [4] ISO 6492 Animal feeding stuffs — Determination of fat content (Корма для животных. Определение содержания жира)
- [5] ISO 6497 Animal feeding stuffs — Sampling (Корма для животных. Отбор проб)
- [6] ISO 6498 Animal feeding stuffs — Preparation of test samples (Корма для животных. Руководящие указания по приготовлению проб для испытания)

¹⁾ Заменен на ISO 5725-1:1994, ISO 5725-2:2019, ISO 5725-3:1994, ISO 5725-4:2020, ISO 5725-5:1998, ISO 5725-6:1994.

²⁾ Заменен на ISO 5725-2:2019.

УДК 663/664.777:006.354

МКС 65.120

Ключевые слова: корма, комбикорма, жирные кислоты, метиловые эфиры жирных кислот, газожидкостная хроматография, капиллярная колонка, внутренний стандарт, стандартный образец

Редактор переиздания *Д.А. Кожемяк*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 24.08.2020. Подписано в печать 14.09.2020. Формат 60×84¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,40.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru