

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

---

# **КОМБИКОРМА, ЗЕРНО, ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ**

**Метод определения содержания  
дезоксиनिваленола (вомитоксина)**

Издание официальное

ГОСТАНДАРТ РОССИИ  
Москва

## Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 4 «Комбикорма, БВД, премиксы», АООТ «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности» (АООТ «ВНИИКП»)

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 25 декабря 1997 г. № 426

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

**КОМБИКОРМА, ЗЕРНО, ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ****Метод определения содержания дезоксиниваленола (вомитоксина)**

Compound feeds, grain and grain by-products.  
Method for determination of desoxinivalenol (vomitoxin) content

Дата введения 1998—07—01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на зерно (пшеницу, кукурузу, ячмень, овес), продукты его переработки (муку, крупу, отруби и др.), комбикорма и устанавливает метод определения содержания дезоксиниваленола (вомитоксина) с использованием жидкостного хроматографа «Миличром».

Сущность метода заключается в экстракции дезоксиниваленола (вомитоксина) из испытуемой пробы смесью ацетонитрила с водой, очистке экстракта на двух последовательных колонках с активированным углем и количественном определении дезоксиниваленола (вомитоксина) с помощью жидкостного хроматографа «Миличром» со спектрофотометрическим детектором на ультрафиолетовую область (далее с УФ-детектором) в двухволновом режиме.

Пределы определения в пробе — 0,2—4,0 мг/кг, в растворе — 1—20 нг/мкдм<sup>3</sup>.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 6995—77 Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 13496.0—80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

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

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

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

ГОСТ 26312.1—84 Крупа. Правила приемки и методы отбора проб

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

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

**3 Аппаратура, материалы и реактивы**

Весы лабораторные общего назначения 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 20 г по ГОСТ 24104.

Мельница лабораторная электрическая типа ЭМ-3А, обеспечивающая измельчение пробы до прохода без остатка через сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Аппарат для встряхивания проб типа АВУ-6С, обеспечивающий частоту встряхивания 200 колебаний в минуту.

Хроматограф жидкостный «Милихром» с УФ-детектором со спектральным диапазоном 190—360 нм, обеспечивающий одновременное измерение на не менее двух длинах волн, уровень шумов не более  $10^{-4}$  единиц оптической плотности (е. о. п.).

Спектрофотометр типа СФ-26, СФ-46 со спектральным диапазоном 186—1100 нм, основная погрешность измерений коэффициента пропускания не более 1 %, градуировки длин волн в УФ области — не более 0,1 нм.

Колонка аналитическая хроматографическая для высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) размером 80 × 2 мм, заполненная сорбентом диабонд С 16 с эффективностью не ниже 5000 теоретических тарелок (далее — т. т.).

Колонки хроматографические для жидкостной хроматографии (ЖХ) размером 100 × 5 мм с оттянутым концом и шарообразной верхней частью вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

Баллон с азотом.

Сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Испаритель ротационный марки ИР-2М или насос водоструйный.

Колбы мерные 1 (2)-25 (50, 100) — 2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные 1 (3)-25 (100, 250) по ГОСТ 1770.

Колбы 0-25 (50) -14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Пробирки типа П1 по ГОСТ 25336.

Пипетки 1-1-2-0,5 (1, 2, 5, 10) по ГОСТ 29227.

Колбы плоскодонные конические с притертыми стеклянными или полиэтиленовыми пробками вместимостью 500 см<sup>3</sup>.

Склянки из темного стекла с притертыми пробками.

Уголь активированный марки ФАС размером частиц от 0,08 до 0,10 мм по НД [1].

Фильтры бумажные обеззоленные марки ФОМ по НД [2].

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.

Метанол - яд по ГОСТ 6995.

Ацетонитрил для хроматографии с содержанием основного вещества не менее 99,5 % (оптическая плотность ацетонитрила при длине волны 210 нм относительно воды должна быть не более 0,3 е. о. п.)

Дезоксиниваленол (вомитоксин) кристаллический массовой долей основного вещества не менее 90 %.

Вода бидистиллированная электрическим сопротивлением не менее 12 МОм.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками, а также материалов и реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

#### 4 Подготовка к испытанию

4.1. Отбор проб по ГОСТ 13496.0, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 26312.1, ГОСТ 27668.

Масса средней пробы исследуемого продукта должна быть не менее 2 кг.

##### 4.2 Подготовка пробы к испытанию

Из средней пробы исследуемого продукта методом квартования выделяют часть пробы массой не менее 100 г и измельчают на лабораторной мельнице до такого состояния, чтобы она проходила без остатка через сито с отверстиями диаметром 1 мм. Выделенную часть размолотой пробы тщательно перемешивают.

Выделенную часть пробы муки используют для анализа без предварительного размалывания.

##### 4.3 Приготовление элюирующих растворов

Приготавливают смеси ацетонитрила и воды в объемных соотношениях: 0,05 : 1; 0,125 : 1; 0,5 : 1; 1 : 1.

##### 4.4 Приготовление исходного раствора дезоксиниваленола (вомитоксина)

Навеску кристаллического дезоксиниваленола (вомитоксина) массой  $(10 \pm 0,01)$  мг помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем раствора бидистиллированной водой до метки.

Для определения массовой концентрации дезоксиниваленола (вомитоксина) в исходном растворе 3 см<sup>3</sup> исходного раствора переносят в пробирку. Растворитель испаряют в токе азота или при вакууме с помощью водоструйного насоса при нагревании не выше 60 °С досуха. К остатку добавляют 3 см<sup>3</sup> метилового спирта и измеряют оптическую плотность полученного раствора на

спектрофотометре при длине волны 218 нм в кюветах толщиной просвечиваемого слоя 10 мм относительно метилового спирта.

Массовую концентрацию дезоксиниваленола (вомитоксина) в исходном растворе  $c_n$ , нг/мкдм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$c_n = \frac{D \cdot 296 \cdot 10^9}{4500 \cdot 10^6}, \quad (1)$$

где  $D$  — оптическая плотность исходного раствора дезоксиниваленола (вомитоксина), е. о. п.;

296 — молекулярная масса дезоксиниваленола (вомитоксина), г;

4500 — коэффициент молярной экстинкции дезоксиниваленола (вомитоксина), дм<sup>3</sup>/моль · см;

10<sup>9</sup> — коэффициент пересчета г в нг;

10<sup>6</sup> — коэффициент пересчета дм<sup>3</sup> в мкдм<sup>3</sup>.

#### 4.5 Приготовление градуировочных растворов дезоксиниваленола (вомитоксина)

В мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> переносят исходный раствор дезоксиниваленола (вомитоксина) в объемах, указанных в таблице 1. Объем жидкости в колбах доводят до метки дистиллированной водой.

Градуировочные растворы хранят в стеклянной посуде с притертой пробкой в темном месте при температуре около 0 °С не более года.

Таблица 1

Номер колбы	Объем исходного раствора дезоксиниваленола (вомитоксина), см <sup>3</sup>	Массовая концентрация дезоксиниваленола (вомитоксина) в градуировочном растворе, $c_i$ ( $i = 1, 2, 3$ ), нг/мкдм <sup>3</sup>	Масса дезоксиниваленола (вомитоксина), вводимая в хроматограф с градуировочным раствором, $m_i$ ( $i = 1, 2, 3$ ), нг
1	5	$c_1 = \frac{c_n \cdot 5}{100}$	$4c_1$
2	10	$c_2 = \frac{c_n \cdot 10}{100}$	$4c_2$
3	25	$c_3 = \frac{c_n \cdot 25}{100}$	$4c_3$

#### 4.6 Подготовка колонок для жидкостной хроматографии (ЖХ) для очистки экстракта

На дно двух хроматографических колонок (ЖХ) помещают промытые ацетонитрилом ватные тампоны. В одну колонку вносят (0,2 ± 0,05) г (далее колонка 1), в другую — (0,1 ± 0,05) г (далее колонка 2) активированного угля. Уплотняют при осторожном постукивании до высоты слоя, не изменяющейся при дальнейшем постукивании.

#### 4.7 Кондиционирование ВЭЖХ колонки

Перед первыми анализами колонку кондиционируют, проводя 3—4 холостых опыта, т. е. проводят градиентное элюирование по 5.3 без введения в колонку пробы.

#### 4.8 Градуировка прибора

Для градуировки прибора в колонку (ВЭЖХ) вводят по 4 мкдм<sup>3</sup> градуировочных растворов и проводят хроматографирование по 5.3. Каждый градуировочный раствор вводят 3 раза. Для каждого пика определяют время удерживания ( $t_i$ , мин), измеряют высоту пика ( $h_i$ , мм) или е. о. п.

По полученным результатам устанавливают время удерживания дезоксиниваленола (вомитоксина) и погрешность времени удерживания. Среднее время удерживания  $\bar{t}$ , мин, вычисляют по формуле

$$\bar{t} = \frac{\sum_{i=1}^n t_i}{n}, \quad (2)$$

где  $t_i$  — время удерживания для  $i$ -го градуировочного раствора, мин;

$n$  — количество введенных в хроматограф градуировочных растворов ( $n = 9$ ).

Среднее квадратическое отклонение значения времени удерживания  $S$ , мин, вычисляют по формуле

$$S = \sqrt{\sum_{i=1}^n (t_i - \bar{t})^2 / n - 1}. \quad (3)$$

Границы абсолютной погрешности значения времени удерживания  $\pm \Delta_t$ , мин, вычисляют по формуле

$$\Delta_t = S \cdot t, \quad (4)$$

где  $t$  — критерий Стьюдента для числа степеней свободы  $f = n - 1$  ( $P = 0,95$ ). Записывают интервал, в котором могут находиться с вероятностью  $P = 0,95$  значения времени удерживания дезоксиниваленола (вомитоксина) от  $(\bar{t} - \Delta_t)$  до  $(\bar{t} + \Delta_t)$ .

По результатам хроматографирования градуировочных растворов определяют значение градуировочного коэффициента. Для этого сначала вычисляют для каждого градуировочного раствора значение градуировочного коэффициента  $K_i$ , нг/мм или нг/е. о. п., по формуле

$$K_i = \frac{m_i}{h_i}, \quad (5)$$

где  $m_i$  — масса дезоксиниваленола (вомитоксина), введенная в хроматограф с  $i$ -ым градуировочным раствором, нг (по данным таблицы 1);

$h_i$  — высота пика  $i$ -го градуировочного раствора, мм или е. о. п.

Среднее арифметическое значение градуировочного коэффициента,  $\bar{K}$ , нг/мм или нг/е. о. п., вычисляют по формуле

$$\bar{K} = \frac{\sum_{i=1}^n K_i}{n}, \quad (6)$$

где  $n$  — количество градуировочных растворов, введенных в хроматограф ( $n = 9$ ).

Значение градуировочного коэффициента контролируют не реже одного раза в месяц. Для этого вводят в хроматограф один из градуировочных растворов и вычисляют для него градуировочный коэффициент  $K_i$ . Если при этом  $|K_i - \bar{K}| \leq 0,1 \bar{K}$ , прибор не подлежит переградуировке. В противном случае прибор должен быть отградуирован заново согласно 4.8.

## 5 Проведение испытания

5.1 Экстракция дезоксиниваленола (вомитоксина) из исследуемого продукта

Навеску исследуемого продукта массой  $(25 \pm 0,05)$  г помещают в колбу с притертой пробкой вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды и затем 105 см<sup>3</sup> ацетонитрила. Колбу закрывают пробкой и встряхивают на аппарате для встряхивания проб в течение 30 мин. После этого содержимое колбы фильтруют через бумажный складчатый фильтр в колбу с притертой пробкой.

### 5.2 Очистка экстракта

5 см<sup>3</sup> фильтрата (5.1) переносят в колонку 1 (ЖХ) (4.6) и элюируют в остродонную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> со скоростью не более 0,5 см<sup>3</sup>/мин. С целью ускорения элюирования можно проводить с помощью вакуума водоструйного насоса. Не допуская осушения сорбента, через колонку пропускают 15 см<sup>3</sup> ацетонитрила, собирая элюат в ту же остродонную колбу.

По окончании элюирования из колбы с помощью ротационного вакуумного испарителя при температуре не более 60 °С полностью отгоняют растворитель. К сухому остатку добавляют 1 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды. Колбу закрывают пробкой и ее стенки осторожно споласкивают находящейся в ней жидкостью. Содержимое колбы с помощью пипетки переносят в колонку 2 (4.6). Стенки колбы повторно обмывают 1 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды, которую также переносят в колонку 2. Колонку 2 промывают 2 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды и элюат отбрасывают.

Из колонки 2 дезоксиниваленол элюируют 7,5 см<sup>3</sup> ацетонитрила в остродонную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Собранный элюат упаривают досуха с помощью ротационного вакуумного

испарителя. Остаток растворяют в 0,2 см<sup>3</sup> метилового спирта. Полученный раствор используют для хроматографического анализа (далее — испытуемый раствор).

### 5.3 Выполнение измерений

#### 5.3.1 Условия проведения измерений

Измерения проводят в следующих условиях:

- а) разделение компонентов проводят на колонке размером 80 × 2 мм;
- б) сорбент — диабонд С 16 с эффективностью не менее 5000 т. т.;
- в) рабочие длины волн УФ-детектора — 230 и 276 нм (230 нм — опорная длина волны, 276 нм — длина волны для контроля чистоты экстракта);
- г) скорость элюирования — 100 мкдм<sup>3</sup>/мин.

Элюирование проводят в градиентном режиме. Для этого в шприце насоса готовят элюент с перформированным градиентом. Насос устанавливают в перевернутое положение и набирают последовательно:

- 600 мкдм<sup>3</sup> воды;
- 500 мкдм<sup>3</sup> раствора ацетонитрил-вода (0,05 : 1);
- 600 мкдм<sup>3</sup> раствора ацетонитрил-вода (0,125 : 1);
- 100 мкдм<sup>3</sup> раствора ацетонитрил-вода (0,5 : 1);
- 100 мкдм<sup>3</sup> раствора ацетонитрил-вода (1 : 1);
- 700 мкдм<sup>3</sup> ацетонитрила;
- д) объем анализируемого раствора — 4 мкдм<sup>3</sup>;
- е) чувствительность — 0,1 е. о. п. при 100 милливольтках шкалы самописца.

На приборе устанавливают следующие параметры:

- количество образцов — 3;
- объем ступеней, мкдм<sup>3</sup>: 1—600, 2—500, 3—600, 4—100, 5—100, 6—700;
- объем регенерации, мкдм<sup>3</sup> — 200, буфера — 15, пробы — 4, буфера — 10;
- расход элюента — 100 мкдм<sup>3</sup>/мин; скорость набора — 800 мкдм<sup>3</sup>/мин.

#### 5.3.2 Проведение измерений испытуемого раствора

Допускается проведение анализа методом внешнего стандарта.

Если прибор предварительно отградуирован по 4.8, в колонку хроматографа вводят три раза по 4 мкдм<sup>3</sup> испытуемого раствора, полученного по 5.2. По показаниям прибора при двух длинах волны — 230 и 276 нм оценивают чистоту испытуемого раствора согласно инструкции к прибору. Идентификацию пика дезоксиниваленола (вомитоксина) проводят по времени удерживания ( $t$ ), которое должно находиться в интервале, установленном при градуировке:  $(t - \Delta t) \leq t \leq (t + \Delta t)$ . Измеряют высоту пиков дезоксиниваленола (вомитоксина).

Если прибор предварительно не градуировали, в колонку хроматографа вводят три раза по 4 мкдм<sup>3</sup> испытуемого раствора и градуировочных растворов. Измеряют высоту пиков дезоксиниваленола (вомитоксина) испытуемого раствора и того градуировочного раствора, высота пиков которого наименее отличается от высоты пиков испытуемого раствора.

## 6 Обработка результатов

6.1 В том случае, когда одновременно с испытуемыми растворами хроматографируют и градуировочные растворы, массовую долю дезоксиниваленола (вомитоксина)  $X$ , нг/г, в испытуемой пробе вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_i \cdot h_{\text{обр.}} \cdot 0,2 \cdot 125 \cdot 1000}{h_i \cdot 4 \cdot 25 \cdot 5 \cdot 87}, \quad (7)$$

где  $m_i$  — масса дезоксиниваленола (вомитоксина), введенная в хроматограф с  $i$ -ым градуировочным раствором, высота пика которого наименее отличается от высоты пика испытуемого раствора, нг (определяется по данным таблицы 1);

$h_{\text{обр.}}$  — среднее арифметическое значение трех измерений высоты пиков испытуемого раствора, мм или е. о. п.;

$h_i$  — среднее арифметическое значение трех измерений высоты пиков  $i$ -го градуировочного раствора, мм или е. о. п.;

0,2 — объем испытуемого раствора дезоксиниваленола (вомитоксина) из образца, см<sup>3</sup>;

4 — объем испытуемого раствора, введенный в хроматограф, мкдм<sup>3</sup>;

- 125 — объем экстракта испытуемой пробы, см<sup>3</sup>;  
 5 — объем экстракта испытуемой пробы, взятый для очистки, см<sup>3</sup>;  
 25 — масса навески испытуемой пробы, г;  
 87 — степень извлечения дезоксиниваленола (вомитоксина) из пробы, %;  
 1000 — коэффициент пересчета см<sup>3</sup> в мкдм<sup>3</sup>.

6.2 Массовую долю дезоксиниваленола (вомитоксина)  $X$ , нг/г, в испытуемой пробе с использованием градуировочного коэффициента вычисляют по формуле

$$X = \frac{K \cdot h_{\text{обр.}} \cdot 0,2 \cdot 125 \cdot 1000}{4 \cdot 25 \cdot 5 \cdot 87}, \quad (8)$$

где  $K$  — градуировочный коэффициент, нг/мм или нг/е. о. п.

6.3 При анализе каждой испытуемой пробы выполняют два параллельных определения, начиная со взятия навески испытуемой пробы по 5.1.

Если расхождение между результатами параллельных определений не превышает  $|X_1 - X_2| \leq 0,01 d\bar{X}$ , где  $X_1$ ,  $X_2$  и  $\bar{X}$  — результаты первого и второго параллельных определений и их среднее арифметическое, соответственно, то среднее арифметическое  $\bar{X}$  принимают за результат анализа. В противном случае анализ повторяют. Значение норматива ( $d$ ) приведено в таблице 2.

По полученному результату анализа и значению относительной погрешности ( $\sigma$ , таблица 2) рассчитывают абсолютную погрешность  $\Delta$ , нг/г, по формуле

$$\Delta = 0,01 \cdot \sigma \cdot \bar{X}. \quad (9)$$

Результат анализа представляют в виде:  $(X \pm \Delta)$  нг/г при  $P = 0,95$ . Числовое значение результата анализа и его погрешность должны оканчиваться цифрой одного и того же разряда.

Т а б л и ц а 2 — Значение нормативов внутреннего оперативного контроля (ВОК) и характеристики погрешности анализа (для вероятности  $P = 0,95$ )

Диапазон массовой концентрации дезоксиниваленола (вомитоксина), нг/г	Границы относительной погрешности $\pm\sigma$	Значение норматива ВОК, %		
		сходимости ( $d$ ), $n = 2$	воспроизводимости ( $D$ ) $m = 2$	точности ( $K$ )
0,2—2,0 св. 2,0—4,0	25 21	24 20	36 30	36 30

## 7 Контроль точности анализов

Внутренний оперативный контроль (ВОК) точности анализов включает контроль сходимости, воспроизводимости и точности результатов анализов. При превышении нормативов ВОК точности проводят повторные анализы. При повторном превышении указанных нормативов анализы приостанавливают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

7.1 Сходимость параллельных определений контролируют для каждой анализируемой пробы согласно 6.3.

7.2 Для проведения ВОК воспроизводимости используют рабочие пробы. Пробу делят на две равные части и анализируют в соответствии с методикой, получая два результата анализа в разных лабораториях или в одной, причем в этом случае максимально варьируют условия проведения анализа, т. е. используют разные наборы мерной посуды, анализы выполняют в разные дни или два различных аналитика.

Воспроизводимость контрольных анализов, а также воспроизводимость результатов анализа рабочих проб, выполненных за период, в течение которого условия проведения анализа принимают за стабильные и соответствующие условиям проведения контрольных анализов, признают удовлетворительной, если  $|\bar{X}_1 - \bar{X}_2| \leq 0,01 D \bar{X}$ , где  $\bar{X}_1$ ,  $\bar{X}_2$  и  $\bar{X}$  — результаты анализа одной и той же пробы, полученные при варьирующих условиях в одной лаборатории или разных лабораториях, и их среднее арифметическое значение, соответственно;  $D$  — значение норматива ВОК воспроизводимости (таблица 2).



Периодичность проведения ВОК воспроизводимости не реже одного раза в две недели.

7.3 Для проведения ВОК точности используют рабочие пробы с известной добавкой дезоксиниваленола (вомитоксина). Пробу делят на две равные части, первую из которых анализируют в соответствии с методикой, а во вторую вводят известную добавку дезоксиниваленола (вомитоксина), а затем анализируют в соответствии с методикой. Добавка должна составлять 50—150 % содержания дезоксиниваленола (вомитоксина) в анализируемой пробе. Результаты получают по возможности в одинаковых условиях, т. е. их получает один аналитик с использованием одного набора мерной посуды, одной партии реактивов и т. д.

Точность контрольных анализов признают удовлетворительной, если  $|\bar{X}^1 - \bar{x} - C| \leq 0,01 \cdot K \cdot \bar{X}$ , где  $\bar{X}^1$ ,  $\bar{x}$  и  $C$  — результаты контрольных анализов пробы с известной добавкой, без добавки и значение добавки, соответственно;  $K$  — значение норматива ВОК точности при использовании метода добавок (таблица 2).

Контроль точности анализа проводят не реже одного раза в месяц, а также при смене реактивов и после длительного перерыва в работе.

7.4 Результаты ВОК заносят в специальный журнал контроля.

## ПРИЛОЖЕНИЕ А

(справочное)

### Библиография

- [1] ТУ 6—16—3096—89 Уголь активированный
- [2] ТУ 6—09—1678—86 Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты)

---

ОКС 65.120.19

С 19

ОКСТУ 9209, 9709, 9809

Ключевые слова: зерно, продукты переработки зерна, комбикорма, метод, дезоксиниваленол (вомитоксин), высокоэффективная жидкостная хроматография, экстракция, очистка, градуировочный раствор

---

## СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 23462—95	Продукция комбикормовой промышленности. Правила приемки. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение . . . . .	3
ГОСТ 26176—91	Корма, комбикорма. Методы определения растворимых и легкогидролизуемых углеводов . . . . .	9
ГОСТ 26177—84	Корма, комбикорма. Метод определения лигнина . . . . .	18
ГОСТ 26570—95	Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения кальция . . . . .	21
ГОСТ 26573.1—93	Премиксы. Методы определения витамина А . . . . .	37
ГОСТ 26573.2—85	Премиксы. Методы определения марганца . . . . .	51
ГОСТ 26573.3—85	Премиксы. Метод определения крупности . . . . .	55
ГОСТ 26657—97	Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания фосфора . . . . .	57
ГОСТ 28001—88	Зерно фуражное, продукты его переработки, комбикорма. Методы определения микотоксинов: Т-2 токсина, зеараленона (Ф-2) и охратоксина А . . . . .	69
ГОСТ 28254—89	Комбикорма, сырье. Методы определения объемной массы и угла естественного откоса . . . . .	79
ГОСТ 28396—89	Зерновое сырье, комбикорма. Метод определения патулина . . . . .	82
ГОСТ 28901—91 (ИСО 6490/2—83)	Корма для животных. Определение содержания кальция методом атомно-абсорбционной спектроскопии . . . . .	88
ГОСТ 28902—91 (ИСО 6491—80)	Корма для животных. Спектрофотометрический метод определения общего содержания фосфора . . . . .	93
ГОСТ 29113—91	Комбикорма, белково-витаминные добавки, карбамидный концентрат. Методы определения массовой доли карбамида . . . . .	97
ГОСТ 30502—97	Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Атомно-абсорбционный метод определения содержания магния . . . . .	103
ГОСТ 30503—97	Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Пламенно-фотометрический метод определения содержания натрия . . . . .	111
ГОСТ 30504—97	Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Пламенно-фотометрический метод определения содержания калия . . . . .	119
ГОСТ Р 50817—95	Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Метод определения содержания сырого протеина, сырой клетчатки, сырого жира и влаги с применением спектроскопии в ближней инфракрасной области . . . . .	129
ГОСТ Р 50852—96	Комбикорма, комбикормовое сырье. Метод определения содержания сырой золы, кальция и фосфора с применением спектроскопии в ближней инфракрасной области . . . . .	139
ГОСТ Р 50928—96	Премиксы. Методы определения витаминов А, D, Е . . . . .	147
ГОСТ Р 51038—97	Корма растительные и комбикорма. Метод определения содержания обменной энергии с применением спектроскопии в ближней инфракрасной области . . . . .	161
ГОСТ Р 51116—97	Комбикорма, зерно, продукты его переработки. Метод определения содержания дезоксиниваленола (вомитоксина) . . . . .	169

**КОМБИКОРМА**

**Часть 5**

**Корма. Комбикорма. Комбикормовое сырье. Премиксы**

**Методы анализа**

**БЗ 3—99**

Редактор *Т.П. Шашина*  
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*  
Корректор *Т.И. Кононенко*  
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 12.10.99. Подписано в печать 10.12.99. Формат 60×841/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 20,93. Уч.-изд. л. 17,50. Тираж 502 экз. Зак. 2277. Изд. № 2397/2. С4062.

---

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
Набрано в Издательстве на ПЭВМ  
Калужская типография стандартов, 248021, Калуга, ул. Московская, 256  
ПЛР № 040138