ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОРМА РАСТИТЕЛЬНЫЕ И КОМБИКОРМА

Метод определения содержания обменной энергии с применением спектроскопии в ближней инфракрасной области

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом кормов им. В.Р. Вильямса

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 4 «Комбикорма, БВД, премиксы»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 26 марта 1997 г. № 101

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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОРМА РАСТИТЕЛЬНЫЕ И КОМБИКОРМА

Метод определения содержания обменной энергии с применением спектроскопии в ближней инфракрасной области

Fodders and mixed fodders. Spectroscopy in near infra-red region method for determination of metabolic energy

Дата введения 1998—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на сено, сенаж, силос, комбикорма для птиц и крупного рогатого скота и устанавливает метод определения содержания обменной энергии с применением спектроскопии в ближней инфракрасной области.

Сущность метода заключается в высушивании пробы до воздушно-сухого состояния, измельчении ее до установленного размера частиц, измерении интенсивности диффузного отражения излучения в ближней инфракрасной области спектра от измельченной пробы с помощью измерительной системы, математической обработке спектральных данных и вычислении результата анализа по градуировочному уравнению, полученному по данным измерений образцов с известными значениями содержания обменной энергии, установленными с использованием показателей химического состава.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 4808—87 Сено. Технические условия

ГОСТ 13496.0—80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 13496.2—91 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения сырой клетчатки

ГОСТ 13496.4—93 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания азота и сырого протеина

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

ГОСТ 23637—90 Сенаж. Технические условия

ГОСТ 23638—90 Силос из зеленых растений. Технические условия

ГОСТ 26226—84 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Метод определения сырой золы

ГОСТ 27262—87 Корма растительного происхождения. Методы отбора проб

3 Аппаратура, материалы

3.1 Инфракрасный анализатор «Инфрапид-61» (Венгрия), «Инфраматик-800» (Швеция), «Инфралайзер-450» (фирма Бран-Люббе) и другие аналогичные приборы.

Измельчитель проб растений марки ИПР-2 или аналогичных марок.

Мельница лабораторная типов «Циклон», QC-114, QC-124; электрические мельницы типов МРП-2, ЭМ-3А, бытовые электрокофемолки.

Сита с отверстиями диаметром 1 мм.

Издание официальное

Сушилка проб кормов СК-1 или шкаф сушильный лабораторный СЭШ-3М с погрешностью поддержания температуры не более 2 °С или сушилка и шкаф с аналогичными техническими характеристиками.

Банки стеклянные или пластмассовые с притертой или завинчивающейся крышкой вместимостью 100—200 $см^3$.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже вышеуказанных.

4 Подготовка к испытанию

4.1 Отбор проб — по ГОСТ 13496.0, ГОСТ 27262.

4.2 Подготовка проб

Среднюю пробу сена, сенажа и силоса измельчают на отрезки длиной 1—3 см. Методом квартования выделяют часть средней пробы, масса которой после высушивания должна быть не менее 50 г. Высушивание проб проводят в сушильном шкафу при температуре 60—65 °С до воздушно-сухого состояния.

Допускаются другие способы сушки (после предварительной фиксации пробы в сушильном шкафу с использованием влагомера зеленой массы или микроволновой печи, лиофилизация и т.д.) при условии обязательного включения в градуировочную партию проб, высушенных этими способами.

После высушивания воздушно-сухую пробу размалывают на мельнице. Пробы комбикормов размалывают без предварительного подсушивания. Пробы всех видов кормов измельчают до прохода частиц через сито диаметром отверстий 1,0 мм.

В зависимости от имеющегося оборудования и вида корма используют следующие варианты измельчения:

- сначала размалывают на мельнице марки МРП-2 или других аналогичных марок, не снабженных ситами, и затем просеивают через сито. Трудноизмельчимый остаток на сите после ручного измельчения ножницами или в ступке добавляют к просеянной части и тщательно перемешивают;
- сначала размалывают на мельнице марки МРП-2 или других аналогичных марок, не снабженных ситами, в течение 30 с, а затем — на мельнице, снабженной ситами;
- сразу размалывают на мельнице, снабженной ситами с требующимся диаметром отверстий.

Размолотую пробу переносят в стеклянную или пластмассовую банку или пакет из полиэтиленовой пленки и используют для снятия спектра после достижения ею температуры окружающей среды. При необходимости пробу хранят в плотно закрытом виде в сухом темном месте. Пробы комбикормов, содержащих скоропортящиеся виды сырья, — мясокостную и рыбную муку, хранят в бытовом холодильнике.

Не допускается использовать для анализов пробы с затхлым, плесневелым, гнилостным и горелым запахом, а также пробы с содержанием золы, нерастворимой в соляной кислоте, превышающим нормы, указанные в стандартах на соответствующий вид корма.

4.3 Градуировка приборов

4.3.1 Градуировка прибора заключается в снятии спектров набора проб, называемого градуировочной партией проб; анализе этих проб стандартными химическими методами и вычислении содержания в них обменной энергии; получении уравнения, связывающего содержание обменной энергии со спектральными данными, пользуясь методами математической статистики.

4.3.2 Градуировочные пробы подбирают так, чтобы они были представительны по отношению к пробам, которые затем будут анализировать с использованием полученного градуировочного уравнения. Пробы градуировочной партии должны полностью охватывать весь диапазон возможных значений определяемых компонентов и быть равномерно по нему распределены, а также весь диапазон содержания влаги в анализируемом материале, учитывая возможность переувлажнения проб, а также их анализа при уровнях содержания влаги ниже, чем в воздушно-сухом состоянии.

Градуировочные партии проб для каждого вида корма (сена, сенажа, силоса), комбикорма (для отдельных видов животных) готовят отдельно. Допускается составление единых градуировочных уравнений для группы растительных кормов при условии, что они будут соответствовать требованиям 4.3.9 и раздела 6.

При работе на анализаторах, управляемых персональными компьютерами, из достаточно большой популяции проб градуировочные пробы можно выбрать, используя специальное программное обеспечение, поставляемое с приборами, путем обработки спектральных данных проб.

Количество проб для получения градуировочного уравнения, предназначенного для анализа сравнительно неоднородной популяции проб (например, с различным видовым составом, сроков и технологий заготовки кормов и т.д.), должно быть не менее 90—100 шт., а для получения градуировочного уравнения, предназначенного для анализа более однородной популяции проб (например, одного вида корма, сроков и технологии заготовки и т.д.), можно использовать меньшее количество проб. Но во всех случаях количество проб должно быть достаточным для получения градуировочного уравнения, отвечающего требованиям 4.3.9 и раздела 6.

4.3.3 Пробы, предназначенные для градуировки, готовят к спектральному анализу теми же способами и с помощью того же оборудования, что и анализируемые. Если технология пробоподготовки к спектральному анализу предполагается различной, то в градуировочную партию включают пробы, подготовленные всеми ожидаемыми способами, при условии, что получаемое градуировочное уравнение будет удовлетворять требованиям 4.3.9 и раздела 6. В противном случае для каждого способа подготовки проб к анализу получают отдельное градуировочное уравнение.

4.3.4 Химические анализы проб градуировочной партии проводят дважды (два раза).

Содержание сырого протеина определяют по ГОСТ 13496.4.

Содержание сырой клетчатки определяют по ГОСТ 13496.2.

Содержание сырого жира определяют по ГОСТ 13496.15.

Содержание сырой золы определяют по ГОСТ 26226.

Используя результаты химических анализов, определяют содержание обменной энергии в пробах градуировочной партии.

Содержание обменной энергии в сене определяют по ГОСТ 4808, в сенаже — по ГОСТ 23637, в силосе — по ГОСТ 23638.

Содержание обменной энергии в комбикормах для птиц ОЭ, ккал в 100 г сухого вещества определяют в соответствии с методическими рекомендациями [1] по формуле

$$ОЭ = 331{,}53 + 1{,}002\ СП + 3{,}855\ СЖ - 3{,}315\ СК - 3{,}315\ СЗ, \quad (1)$$

где $СП$ — массовая доля сырого протеина в сухом веществе, %;

$СЖ$ — массовая доля сырого жира в сухом веществе, %;

$СК$ — массовая доля сырой клетчатки в сухом веществе, %;

$СЗ$ — массовая доля сырой золы в сухом веществе, %.

Содержание обменной энергии может быть выражено в МДж/кг, для чего результаты, полученные по формуле (1), умножают на коэффициент 0,042.

Содержание обменной энергии в комбикормах для жвачных животных определяют в соответствии с методическими рекомендациями [2] по формуле

$$ОЭ = 14{,}00 + 0{,}17\ СЖ - 0{,}02\ СП - 0{,}09\ СК - 0{,}14\ СЗ, \quad (2)$$

где $ОЭ$ — обменная энергия в сухом веществе корма, МДж/кг; остальные обозначения те же, что и в формуле (1).

При необходимости содержание обменной энергии определяют в расчете на воздушно-сухое вещество $ОЭ_1$

в комбикормах для птиц по формуле

$$ОЭ_1 = 331{,}53 + 1{,}002\ СП + 3{,}855\ СЖ - 3{,}315\ СК - 3{,}315\ СЗ - 3{,}31\ W; \quad (3)$$

в комбикормах для жвачных животных по формуле

$$ОЭ_1 = 14{,}00 + 0{,}17\ СЖ - 0{,}02\ СП - 0{,}09\ СК - 0{,}14\ СЗ - 0{,}14\ W, \quad (4)$$

где W — массовая доля влаги, %; остальные обозначения те же, что и в формуле (1), но в этом случае значения массовых долей сырых питательных веществ ($СП$, $СЖ$, $СК$, $СЗ$) используют в расчете на воздушно-сухое вещество.

4.3.5 Спектры градуировочных проб снимают согласно инструкции к приборам. Особое внимание уделяют чистоте оптики, встроенного стандарта и измерительной кюветы. Кювету и окно кюветы тщательно очищают перед каждым измерением. Обеспечивают однообразие техники заполнения кюветы пробой, которую тщательно перемешивают перед загрузкой кювет, не допуская при этом ее расслоения. Избегают встряхивания и резких движений с заполненной кюветой. Если позволяют возможности вычислительного устройства, для каждой пробы проводят двухкратное заполнение кюветы при однократном измерении спектра заполненной кюветы.

При расчете градуировочных уравнений для инфракрасных анализаторов, управляемых персональными компьютерами, используют специальное программное обеспечение, поставляемое с прибором. Если возможности вычислительного устройства инфракрасного анализатора ограничены расчетом констант уравнения множественной регрессии и оно не позволяет найти оптимальные для анализа длины волн и способы преобразования спектральных данных, то необходимую информацию получают с помощью более мощных вычислительных устройств и соответствующего программного обеспечения.

4.3.6 При вычислении констант градуировочного уравнения значения содержания обменной энергии в пробах градуировочной партии вводят в расчете на сухое или воздушно-сухое вещество. В первом случае результаты анализа на приборе с использованием полученных уравнений также будут в расчете на сухое вещество. Во втором случае для вычисления констант уравнений данные о содержании обменной энергии в воздушно-сухом веществе сканируемой пробы вычисляют, исходя из содержания в ней гигроскопической влаги, определенной непосредственно перед сканированием пробы. При этом результаты анализа на приборе с использованием градуировочных уравнений также будут отнесены на воздушно-сухое состояние продукта.

4.3.7 При вычислении констант градуировочных уравнений данные для некоторых проб, значительно отклоняющиеся от линии регрессии, могут быть исключены из расчетов после тщательного выяснения причин отклонения. Причиной отклонения могут быть ошибки при снятии спектров или при выполнении химических анализов, или при введении результатов анализов в компьютер. Если такие ошибки исключены, причиной отклонения могут быть большие отличия спектра данных проб от спектров проб градуировочной популяции. В этом случае в градуировочную партию включают еще несколько подобных проб. Полученное при этом уравнение должно удовлетворять требованиям 4.3.9 и раздела 6. В противном случае из этих проб формируют отдельную градуировочную партию. При работе на приборах, управляемых компьютером, такие пробы могут быть выявлены путем использования специальных программ, поставляемых с прибором.

4.3.8 Градуировочное уравнение, полученное на одном приборе, может быть использовано для анализов на другом приборе той же модели после его оценки и, если это необходимо, корректировки для данного прибора согласно требованиям 4.3.9.

4.3.9 Градуировочное уравнение, полученное на данном приборе или перенесенное с другого прибора, подлежит обязательной оценке. Для этого подбирают партию из не менее 20 проб, не использованных при градуировке, но представительных по отношению к пробам градуировочной партии, а также к тем, для анализа которых градуируется прибор. Пробы должны охватить весь диапазон содержания обменной энергии и должны быть равномерно по нему распределены. Подготовку к анализу, химические анализы, расчеты по содержанию обменной энергии и измерение интенсивности отражения инфракрасного излучения этих проб проводят так же, как и градуировочных.

На основании сравнения результатов, полученных расчетным методом по данным результатов химических анализов (y) и инфракрасным методом (x), рассчитывают среднюю разность $\overline{d}$ или смещение по формуле

$$\overline{d} = \frac{\Sigma(x_i - y_i)}{n}, \qquad (5)$$

где x_i — результат анализа i-й пробы инфракрасным методом;

y_i — содержание обменной энергии в i-й пробе, полученное расчетным методом;

n — количество сравниваемых проб.

После этого вносят поправку на смещение, вычитая среднюю разность $\overline{d}$ из свободного члена градуировочного уравнения b_0.

Для проверки точности анализов вычисляют среднее квадратическое отклонение разностей между результатами S_d, полученными инфракрасным и расчетным методами (после внесения поправки на смещение), по формуле

$$S_d = \sqrt{\frac{\Sigma d_i^2}{n-1}}, \qquad (6)$$

где $d_i = x_i - y_i$.

Значения S_d не должны превышать для проб сена и сенажа 0,4 МДж/кг, силоса — 0,7 МДж/кг; для проб комбикормов — 2,5 % относительно среднего содержания обменной энергии в сравниваемой партии проб.

Если точность полученных результатов выходит за указанные пределы, получают уравнение регрессии между результатами, полученными двумя методами, вида

$$y = a + bx, \tag{7}$$

где y — результат определения расчетным методом;

x — результат определения инфракрасным методом;

a и b — константы уравнения.

После этого вносят поправку в градуировочное уравнение путем умножения всех коэффициентов, включая свободный член, на значение b и прибавления значения a к b_0. Используя исправленное уравнение, вновь повторяют действия, изложенные в 4.3.9 и, если при этом S_d превышает указанные пределы, прибор должен быть отградуирован заново.

5 Проведение испытания

Проведение испытания заключается в снятии спектра испытуемой пробы. Вычислительное устройство инфракрасного анализатора, используя заданные градуировочные уравнения, рассчитывает содержание обменной энергии, значение которого высвечивается на экране и может быть, при необходимости, выведено на печать. Анализ проб проводят, используя программы, поставляемые с прибором.

Спектры испытуемых проб снимают, как изложено в 4.3.5.

6 Обработка результатов

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, выполненных путем двухкратного заполнения кюветы пробой. Результат вычисляют до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 2 % относительно среднего арифметического значения двух параллельных определений.

Когда на приборе результаты анализа получают в расчете на воздушно-сухое вещество, содержание обменной энергии в сухом веществе X вычисляют по формуле

$$X = \frac{X_1 \cdot 100}{100 - W}, \tag{8}$$

где X_1 — содержание обменной энергии в испытуемой пробе в расчете на воздушно-сухое вещество;

W — массовая доля гигроскопической влаги в испытуемой пробе, %.

Для выборочного контроля правильности результатов в ходе серийных анализов отбирают часть проб, в которых содержание обменной энергии определяют расчетным методом на основании данных стандартных химических анализов по формулам 1—4. Расхождения между результатами ($D_{абс}$), полученными расчетным и инфракрасным методами, не должны превышать следующих значений:

$D_{абс} = 0{,}882 - 0{,}031\ y$ — для проб сена;

$D_{абс} = 0{,}429 + 0{,}016\ y$ — для проб сенажа;

$D_{абс} = 0{,}448 + 0{,}057\ y$ — для проб силоса,

где y — значение содержания обменной энергии, определенное расчетным методом, МДж/кг.

При анализе проб комбикормов $D_{абс}$ не должно превышать 5 % относительно значения содержания обменной энергии, определенного расчетным методом.

7 Стабильность работы прибора и градуировочных уравнений

7.1 Диагностику инфракрасных анализаторов проводят согласно инструкции к приборам, используя специальное программное обеспечение и контрольную пробу, поставляемую в комплекте с прибором.

7.2 Однажды проведенная градуировка применима до тех пор, пока она по точности удовлетворяет требованиям раздела 6. Однако рекомендуется не реже одного раза в год проводить оценку и коррекцию градуировочных уравнений в соответствии с требованиями 4.3.9.

8 Требования техники безопасности

8.1 Измельчение проб и заполнение кюветы измельченной пробой проводят в вытяжном шкафу.

8.2 Необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с электроприборами.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] Методические рекомендации по разработке производственной оценки качества кормов. — 1982, М., типография ВАСХНИЛ, 72 с

[2] Руководство по анализам кормов. — 1982, М., «Колос», 73 с

ОКС 65.120.19 С19 ОКСТУ 9709, 9209

Ключевые слова: корма, комбикорма, анализ, обменная энергия, формулы для расчета обменной энергии, спектроскопия в ближней инфракрасной области, инфракрасный анализатор, градуировочное уравнение, проба

gost.e-ecolog.ru