ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

ЖЕМ, ҚҰРАМА ЖЕМ, ҚҰРАМАЖЕМ ШИКІЗАТЫ

Жақын инфрақызыл салада спектроскопияны қолданып, құрамынан шикі протеинді, шикі ұлпаны, шикі майды және ылғалды анықтау әдісі

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Метод определения содержания сырого протеина, сырой клетчатки, сырого жира и влаги с применением спектроскопии в ближней инфракрасной области

ҚР СТ ГОСТ Р 50817-2008

ГОСТ Р 50817-95 «Жем, құрама жем, құрамажем шикізаты. Жақын инфрақызыл салада спектроскопияны қолданып, құрамынан шикі протеинді, шикі ұлпаны, шикі майды және ылғалды анықтау әдісі» (IDT)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

ЖЕМ, ҚҰРАМА ЖЕМ, ҚҰРАМАЖЕМ ШИКІЗАТЫ

Жақын инфрақызыл салада спектроскопияны қолданып, құрамынан шикі протеинді, шикі ұлпаны, шикі майды және ылғалды анықтау әдісі

ҚР СТ ГОСТ Р 50817-2008

ГОСТ Р 50817-95 «Жем, құрама жем, құрамажем шикізаты. Жақын инфрақызыл салада спектроскопияны қолданып, құрамынан шикі протеинді, шикі ұлпаны, шикі майды және ылғалды анықтау әдісі» (IDT)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

Алғысөз

1 «Еуразиялық консалтинг консорциумы» ЖШС **ӘЗІРЛЕП ЕНГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің 2008 жылғы 26 қарашадағы № 600-од бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт ГОСТ Р 50817-95 «Жем, құрама жем, құрамажем шикізаты. Жақын инфрақызыл салада спектроскопияны қолданып, құрамынан шикі протеинді, шикі ұлпаны, шикі майды және ылғалды анықтау әдісі» Ресей Федерациясының ұлттық стандартымен бірдей. Бұл ретте Қазақстан Республикасы ұлттық экономикасының мұқтаждықтарын ескеретін қосымша талаптар көлбеу жазумен ерекшеленіп 5-бөлімде берілген.

4 Осы стандартта «Техникалық реттеу туралы» Қазақстан Республикасының заңының, «Жемнің және жемдік қоспалардың қауіпсіздік талаптары» техникалық регламентінің нормалары іске асырылды.

5 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ **2013 жыл**
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ **5 жыл**

6 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатынсыз ресми басылым ретінде Қазақстан Республикасы аумағында толықтай немесе бөлшектеліп басылып шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды

Мазмұны

1	Қолданылу саласы	1
2	Нормативтік сілтемелер	1
3	Әдістің мәні	2
4	Сынамаларды іріктеу	2
5	Аппаратура, материалдар	2
6	Сынауға дайындау	3
	6.1 Сынамаларды дайындау	3
	6.2 Аспаптарды градуирлеу	4
7	Сынақтар жүргізу	9
8	Нәтижелерді өңдеу	9
9	Аспаптың жұмысының және градуирлеу сипаттамаларының тұрақтылығы	10
10	Қауіпсіздік техникасы талаптары	11

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

ЖЕМ, ҚҰРАМА ЖЕМ, ҚҰРАМАЖЕМ ШИКІЗАТЫ

Жақын инфрақызыл салада спектроскопияны қолданып, құрамынан шикі протеинді, шикі ұлпаны, шикі майды және ылғалды анықтау әдісі

Енгізілген күні 2009-07-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт минерал текті жемдерді, күнжара мен шроттарды қоспағанда, өсімдік жемінің, құрама жемнің және құрамажем шикізатының барлық түрлеріне таралады және жақын инфрақызыл салада спектроскопияны қолданып, құрамынан шикі протеинді, шикі ұлпаны, шикі май мен ылғалды анықтау әдісін белгілейді.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартта мынадай стандарттарға сілтемелер пайдаланылды:

ГОСТ 4808-87 Шөп. Техникалық шарттар.

ГОСТ 7631-85 Балық, теңіздегі сүтқоректілер, теңіз омыртқасыздары және олардың өңделген өнімдері. Қабылдау ережелері, сапаны бағалаудың органолептикалық әдістері, зертханалық сынақтар үшін сынамаларды іріктеу әдістері.

ГОСТ 13496.0-80 Құрамажемдер, шикізат. Сынамаларды іріктеу әдістері.

ГОСТ 13496.2-91 Жем, құрама жем, құрамажем шикізаты. Шикі ұлпаны анықтау әдісі.

ГОСТ 13496.3-92 Құрама жем, құрамажем шикізаты. Ылғалды анықтау әдістері.

ГОСТ 13496.4-93 Жем, құрама жем, құрамажем шикізаты. Құрамынан азотты және шикі протеинді анықтау әдістері.

ГОСТ 13496.15-97 Жем, құрама жем, құрамажем шикізаты. Шикі майды анықтау әдісі.

ГОСТ 13586.3-83 Астық. Қабылдау ережелері және сынамаларды іріктеу әдістері.

ГОСТ 17681-82 Жануарлар текті ұн. Сынау әдістері.

ГОСТ 21769-84 Ағаш жасылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 23637-90 Пішіндеме. Техникалық шарттар.

ГОСТ 23638-90 Көк шөп сүрлемі. Техникалық шарттар.

Ресми басылым

ГОСТ 27262-87 Өсімдік текті жем. Сынамаларды іріктеу әдістері.

ГОСТ 27548-97 Өсімдік жемі. Ылғалдың болуын анықтау әдістері.

ГОСТ 27668-88 Ұн және кебек. Қабылдау және сынамаларды іріктеу әдістері.

ГОСТ 28498-90 Сұйықтыққа арналған шыны термометрлер. Жалпы техникалық талаптар. Сынау әдістері.

3 Әдістің мәні

Әдістің мәні сынаманы ауа-құрғақ күйге дейін кептіруден, оны белгіленген өлшемдегі бөлшектерге дейін уатудан, өлшеу жүйесі көмегімен спектрдің жақын инфрақызыл саласында уатылған сынамадан түсетін сәуленің диффуздық көрінісінің қарқындылығын өлшеуден, спектрлік деректерді математикалық өңдеуден және анықталатын құрамбірліктердің стандарттық химиялық әдістерді пайдаланып белгіленген белгілі мәндерімен үлгілерді өлшеу деректері бойынша алынған градуирлеу теңдеуі бойынша талдау нәтижелерін есептеуден тұрады.

4 Сынамаларды іріктеу

Сынамаларды іріктеу - ГОСТ 7631, ГОСТ 13496.0, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 17681, ГОСТ 21769, ГОСТ 27262, ГОСТ 27668 бойынша.

5 Аппаратура, материалдар

5.1 Сынақтар жүргізу үшін мынадай аппаратура мен материалдар қолданылады:

- жақын инфрақызыл салада сәулеленудің көріну қарқындылығын өлшеуге арналған инфрақызыл талдағыш;
- тиісті бағдарламалық қамтамасыз етумен жабдықталған, спектрлік ақпаратты (микро-ЭВМ, ПЭВМ және т.б.) өңдеуге арналған есептеу құрылғысы;
- ИПР-2 маркалы немесе ұқсас маркалы өсімдік сынамаларын ұсақтағыш;
- "Циклон" QC-114, QC-124 типті зертханалық диірмен, МРП-2, ЭМ-3А типті электр диірмендер, тұрмыстық электр кофе ұсатқыш;
- тесіктерінің диаметр 1,0 мм елеуіш;
- СК-1 жем сынамаларын кептіргіш немесе температураны ұстау қателігі ± 5 °С артық емес зертханалық кептіргіш шкаф немесе ұқсас техникалық сипаттамалары бар кептіргіш және шкаф;
- сиымдылығы 100 до 200 $см^3$, қақпақпен тығыз қиюластырылған немесе бұрап жабылған шыны немесе пластмасса банка;
- термометр ГОСТ 28498 бойынша;

- сағат.

5.2 Мемлекеттік метрологиялық бақылау жасау саласында қолданылатын өлшеу құралдары өндірістен немесе жөндеуден шығару кезінде, пайдалану және импорт бойынша кіргізу кезінде олардың типін бекіткеннен кейін және метрологиялық аттестаттаудан кейін және мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесінің тізілімінде тіркегеннен кейін салыстырып тексеруге жатады.

6 Сынауға дайындау

6.1 Сынамаларды дайындау

Шөптің, сүрлемнің, көк жемінің орташа сынамасын 1-ден 3 см дейінгі ұзындықпен кесіп уатады. Кварттау әдісімен салмағы кептіргеннен кейін 50 г кем болмауға тиісті орташа сынаманың бір бөлігін бөліп алады. сынамаларды кептіру ауа-құрғақ күйдің 60 °С-тан 65 °С дейінгі температурасында құрғату шкафында жүргізіледі.

Градуирлеу топтамасына осындай тәсілмен кептірілген сынамаларды міндетті қосқан жағдайда, басқа да кептіру тәсілдерін пайдалануға (сынаманы кептіру шкафына алдын ала бекіткеннен кейін, көк массаның ылғалөлшегішін немесе миротолқынды пешті, лиофилизациялауды және т.б. пайдаланып) жол беріледі.

Ауа-құрғақ сынамасын кептіргеннен кейін сынаманы диірменде ұнтайды. Құрамажемдер мен шикізаттың сынамаларын алдын ала кептірмей уатады. Жемдердің барлық түрлерінің үлгілерін бөлшектері тесіктерінің диаметрі 1 мм елеуіштен өткенге дейін уатады.

Қолда бар жабдыққа және жемнің түріне байланысты уатудың мынадай нұсқаларын пайдаланады:

- бірінші МРП-2 маркалы және елеуіштермен жабдықталмаған ұқсас басқа маркалы диірменде уатады, содан кейін елеуішпен елейді. Қайшымен немесе келіде қолмен уатқаннан кейін елеуіштегі уатылуы қиын қалдықты еленген бөлікке қосады да мұқият араластырады;
- бірінші МРП-2 маркалы және елеуіштермен жабдықталмаған ұқсас басқа маркалы диірменде 30 с бойы уатады, содан кейін елеуіштермен жабдықталған диірмендерде, мысалы ОС-114 маркалы диірмендерде уатады;
- бірден талап етілетін диаметрлі тесіктері бар елеуіштермен жабдықталған диірмендерде уатады.

Уатылған сынаманы шыны немесе пластмасса банкаға немесе полиэтилен үлдірден жасалған пакетке ауыстырады және 5 °С артық емес түрленуге тиісті қоршаған орта температурасына қол жеткеннен кейін спектрді алу үшін пайдаланылады. Қажет жағдайда сынаманы көрсетілген контейнерлерге салып тығыздап жабылған күйінде құрғақ қараңғы жерге

сақтайды. Ет-сүйекті және балық ұнының, сондай-ақ құрамында осындай шикізат түрлері бар құрамажемдердің үлгілерін тұрмыстық тоңазытқышта сақтайды.

Талдау үшін сасыған, көгерген, борсыған және көңірсіген иісі бар үлгілерді, сондай-ақ құрамында тұз қышқылында ерімейтін ГОСТ 4808, ГОСТ 23637 және ГОСТ 23638 көрсетілген нормалардан асатын мөлшерде күл бар сынамаларды пайдалануға рұқсат етілмейді.

6.2 Аспаптарды градуирлеу

6.2.1 Аспапты градуирлеу математикалық статистика әдістерін пайдалана отырып, үлгілердің градуирлеу топтамасымен аталатын үлгілер жинағының спектрлерін алудан; осы үлгілерді стандартты химиялық әдістермен талаудан; анықталатын құрамбірліктің құрамын спектрлік деректермен байланыстыратын теңдеуді алудан тұрады.

6.2.2 Градуирлеу үлгілерін кейіннен алынған градуирлеу теңдеуін пайдаланып талданатын үлгілерге қатысты көрнекті болатындай етіп іріктеп алады.

Градуирлеу топтамасының үлгілері анықталатын құрмбірліктердің ықтимал мәндерінің барлық ауқымы толығымен қамтылуға және ол бойынша біркелкі таралуға тиіс, сондай-ақ сынамалардың ылғалдану мүмкіндігін, сондай-ақ оларды ылғалдың болу деңгейлері ауа-құрғақ күйдегіге қарағанда төмен болған кезде талдауды ескере отырып, талданатын материалда ылғалдың болу ауқымының барлығын қамтуға тиіс.

Өсімдік жемдерін талдау кезінде градуирлеу топтамасының үлгілері өсіп жетілу орындарының әр түрлілігіне, дақылдарды өсіру және жемдер дайындау технологияларына, өсімдіктердің түр құрамына және даму фазасына байланысты болатын, материалдың физикалық-химиялық қасиеттерін түрлендіруді көрсетуге тиіс.

Құрама жем мен шикізатты талдау кезінде градуирлеу топтамасының үлгілері шикізат түрлеріндегі, оның түсу көздеріндегі және жемдерді дайындау технологияларындағы ерекшеліктерге байланысты материал қасиеттерінің түрлендірілуі де көрсетілуге тиіс.

Үлгілердің градуирленген топтамаларын жемнің (мысалы, шөп, консервіленген жем, жасанды кептірілген жем), құрама жемнің (жануарлардың жекелеген түрлері үшін) және шикізаттың әрбір түрі үшін жеке дайындайды. 6.2.10 және 8-бөлімнің талаптарына сәйкес келген жағдайда жемдер топтары үшін бірыңғай градуирлеу теңдеулерін құруға рұқсат етіледі.

Үлгілерді жеткілікті үлкен популяциядан, дербес компьютерлермен басқарылатын талдағыштарда жұмыс істеу кезінде, градуирлеу үлгілерін аспаптармен бірге жеткізілетін арнайы программалық қамтамасыз етуді

пайдаланып, үлгілердің спектрлік деректерін өңдеу арқылы таңдауға болады.

Түрленетін түрлі құрамымен, жем өндірісі және сынама дайындау технологиясымен үлгілерді талдауға арналған градуирлеу теңдеуін алуға арналған сынамалардың саны 90 – 100 кем болмауға тиіс, ал үлгілердің біртекті популяциясын (мысалы, бір дақылды, жемнің бір түрін, сынама дайындаудың бір тәсілін және т.б.) талдауға арналған градуирлеу теңдеуін алу үшін сынамалардың аз санын пайдалануға болады. Бірақ барлық жағдайларда да сынамалардың саны 6.2.10 және 8-бөлім талаптарына жауап беретін градуирлеу теңдеуін алу үшін жеткілікті болуға тиіс.

6.2.3 Градуирлеуге арналған үлгілерін талдауға арналған үлгілерде сияқты дәл сондай тәсілдермен және сондай жабдықтың көмегімен спектрлік талдауға дайындайды. Егер спектрлік талдауға сынама дайындау технологиясы әр түрлі болса, онда градуирлеу топтамасына алынатын градуирлеу теңдеуі 6.2.10 және 8-бөлім талаптарын қанағаттандыратын жағдайда барлық күтілген тәсілдермен дайындалған үлгілерді қосады. Кері жағдайда сынамаларды талдауға дайындаудың әрбір тәсілі үшін жеке градуирлеу тәсілін алады.

6.2.4 Сынамалардың градуирлеу топтамасының үлгілерін химиялық талдау екі еселі қайталаумен орындалады.

Құрамынан шикі протеин ГОСТ 13496.4 бойынша анықталады.

Құрамынан шикі ұлпа ГОСТ 13496.2 бойынша анықталады.

Құрамынан шикі май ГОСТ 13496.15 бойынша анықталады.

Құрамынан ылғал мен гигроылғал ГОСТ 13496.3 және ГОСТ 27548 бойынша анықталады.

6.2.5 Градуирлеу үлгілерінің спектрлерін алу аспаптарға берілген нұсқауларға сәйкес жүргізіледі. Оптиканың қоса орнатылған стандарттың және өлшеу астаушасының тазалығына ерекше назар аударылады. Астаушаны және астаушаның терезесін әрбір өлшеу алдында мұқият тазалайды. Сынаманы астаушаға аударар алдында оның қатпарлануын болдырмай мұқият араластыра отырып астаушаға сынама толтыру техникасының біркелкілігі қамтамасыз етіледі. Сынама толтырылған астаушаны сілкіленбеуін және кенет қозғалып кетпеуін көздейді. Егер есептегіш құрылғының мүмкіндігі болса, әрбір үлгі үшін толтырылған астаушаның спектрін бір рет өлшей отырып, астаушаны екі рет толтырады. Бір өлшеу циклінен асатын уақыт кезеңі ішінде аспапта болған материалға өлшеу жүргізілмейді.

6.2.6 Градуирлеу кезінде үлгі ретінде (1) формуласы пайдаланылады:

$$Y=b_o+b_1x_1+ b_2x_2+,\ldots, b_nx_n, \quad (1)$$

мұнда b_o, ..., b_n — статистикалық әдістермен анықталатын константтар;

x_1, ..., x_n — тәуелсіз ауыспалылар, олар ретінде 1 толқын ұзындығы кезендегі оптикалық мәндер немесе олардың түрлену нәтижелері пайдаланылады. Осы жағдайда оптикалық тығыздық деп (D) (2) формуласы бойынша көріну коэффициентінің кері мәнінің ондық логарифмі ұғынылады:

$$D = \log (I/R) \qquad (2)$$

мұнда R — (3) формуласы бойынша есептелетін көріну коэффициенті:

$$R=I/I_o \qquad (3)$$

мұнда I_o — берілген толқын ұзындығы кезінде аспапқа қоса орнатылған шағылыстырғыштан түсетін сәуленің қарқындылығы;

I — толқынның сол ұзындығы кезінде сынамадан түсетін сәуленің қарқындылығы.

Тәуелсіз айнымалылар ретінде сондай-ақ оптикалық тығыздықтың мынадай математикалық өзгерістерінің нәтижесінде алынатын мәндер пайдаланылады:

- толқындардың екі ұзындығы кезінде оптикалық тығыздық мәндерінің әр түрлілігі;
- толқындардың екі ұзындығы кезінде оптикалық тығыздық мәндерінің қатынасы;
- оптикалық тығыздықтың бірінші және екінші туындылары.

Сондай-ақ бұл ретте алынған градуирлеу теңдеуі 6.2.10 талаптарын қанағаттаныратын жағдайда, өзгерістердің басқа түрлеріне рұқсат етіледі.

Градуирлеу теңдеуінің константт мәндерін алу үшін көптеген регрессиялық талдау әдісін, басты құрамбірліктерде талдауды және бөлшек (жеке) ең аз шаршылар әдісін пайдаланады.

Градуирлеу теңдеуіндегі айнымалылардың саны 1 + N /10 артық болмауға тиіс, мұнда N – көптеген желілік регрессия әдісін пайдалану кезіндегі градуирлеу топтамасындағы үлгілердің саны. Басты құрамбірліктерді және бөлшек (жеке) ең аз шаршыларды талдау әдісін пайдалану кезінде айнымалылардың саны 3 + N/10 аспауға тиіс.

Дербес компьютерлермен басқарылатын инфрақызыл талдағыштар үшін градуирлеу теңдеулерін есептеу кезінде аспаппен бірге жеткізілетін арнайы программалық қамтамасыз ету пайдаланылады. Егер инфрақызыл талдағыштың есептегіш құрылғысының мүмкіндігі көптеген регрессия теңдеуінің константы есебімен шектелсе және ол талдау үшін толқындардың оңтайлы ұзындықтарын және спектрлік деректерді түрлендіру тәсілдерін табуға мүмкіндік бермесе, қажетті ақпаратты аса қуатты компьютерлердің және тиісті программалық қамтамасыз етудің көмегімен алады. Осындай мүмкіндік болмаған жағдайда толқындардың ұзындықтарының ұсынылатын мәндерін және В қосымшасында берілген

спектрлік деректердің математикалық түрлену тәсілдерін пайдаланады. Бұл жағдайда толқындардың ұсынылатын ұзындықтарын және спектрлік деректердің математикалық түрлену тәсілін градуирлеу үлгілерінің спектрлерін алар алдында аспапқа енгізеді.

6.2.7 Градуирлеу теңдеуі константын есептеу кезінде сынамаларды химиялық талдау нәтижелерін құрғақ немесе ауа-құрғақ затқа есебімен енгізеді. Бірінші жағдайда сондай-ақ алынған теңдеулерді пайдаланып, аспапта талдау нәтижелері құрғақ затқа есебімен болады. Екінші жағдайда теңдеулердің константын есептеу үшін құрамбірліктердің ауа-құрғақ затта болуы туралы деректерді сканирленетін сынамамен ондағы сынаманы тікелей сканирлеу алдында анықталған гигроылғалдың болуына сүйеніп есептейді. Бұл ретте градуирлеу теңдеулерін пайдаланып, аспаппен жасалған талдау нәтижелері сондай-ақ өнімнің ауа-құрғақ күйіне жатқызылады.

6.2.8 Градуирлеу теңдеулерінің константын есептеу кезінде кейбір үлгілер үшін регрессия сызығынан біраз ауытқитын деректер ауытқу себептерін мұқият анықтағаннан кейін есептерден алынып тасталады. Ауытқу себебі спектрлерді алу кезіндегі немесе химиялық талдауларды орындау кезіндегі немесе талдаулар нәтижелерін компьютерге енгізу кезіндегі қателіктер болуы мүмкін. Егер осындай қателер болмаса, ауытқу себебі берілген үлгілердің спектрінің градуирлеу популяциясы үлгілерінің спектрлерінен біраз айырмашылығы болуы мүмкін. Бұл жағдайда градуирлеу топтамасына тағы да бірнеше осыған ұқсас үлгілер қосылады. Осы кезде алынған теңдеу 6.2.10 және 8-бөлімнің талаптарын қанағаттандыруға тиіс. Олай болмаған жағдайда спектрлері градуирлеу топтамасының үлгілерінің спектрлерінен біраз ерекшеленетін үлгілерден жеке градуирлеу топтамасы қалыптасады. ПЭВМ басқарылатын аспаптармен жұмыс істеу кезінде, осындай үлгілер аспаппен жеткізілетін арнайы программаларды пайдалану арқылы анықтала алады.

6.2.9 Бір аспаппен алынған градуирлеу теңдеуі оны бағалағаннан кейін және, егер қажет болса, 6.2.10 талаптары бойынша берілген аспап үшін түзеткеннен кейін сол үлгідегі басқа аспаптарда талдау үшін пайдаланыла алады.

6.2.10 Берілген аспаппен алынған немесе басқа аспаптан ауыстырылған градуирлеу теңдеуі міндетті бағалаудан өтуге тиіс. Ол үшін градуирлеу кезінде пайдаланылмаған, градуирлеу топтамасының үлгілеріне, сондай-ақ талдау үшін аспап градуирленетін үлгілерге қатысы бойынша көрнекті кемі 20 үлгіден тұратын топтаманы іріктеп алады. Сынамалар құрамбірлік құрамының бүкіл ауқымын қамтуға тиіс және ол бойынша біркелкі жайылуға тиіс. Талдауға дайындауды, химиялық талдауларды, осы сынамалардың инфрақызыл сәулесінің қарқындылығын өлшеу градуирлеулер сияқты жүргізіледі.

Химиялық (у) және инфрақызыл (х) әдістермен алынған нәтижелерді талдау негізінде орташа айырмашылық $\bar{d}$ немесе (4) формула бойынша ығысу есептеледі:

$$\bar{d} = \frac{\sum(x_i - y_i)}{n}, \quad (4)$$

мұнда x_i — инфрақызыл әдіспен і-лі үлгіні талдау нәтижесі;

y_i — стандартты әдіспен і-лі үлгіні талдау нәтижесі;

n — салыстырылатын сынамалардың саны.

Осыдан кейін градуирлеу теңдеуінің еркін мүшесінің - b_o-дан $\bar{d}$ орташа айырмашылығын есептеп ығысуға түзету енгізеді.

Талдаулар дәлдігін тексеру үшін инфрақызыл және стандартты әдістермен (ығысуға түзету енгізгеннен кейін) алынған нәтижелер арасындағы айырмашылықтардың орташа шаршылы ауытқуы есептеледі, S_d (5) формуласы бойынша есептеледі:

$$S_d = \sqrt{\frac{\Sigma d_i^2}{n-1}} \quad (5)$$

мұнда $d_i = x_i - y_i$.

Егер 20 сынамалардан тұратын бір топтаманы талдау нәтижелері салыстырылады, S_d мәні шикі протеин үшін 1,0 %, шикі ұлпа үшін 2,0 %, шикі май үшін 0,5 % және ылғал мен гигроылғал үшін 0,3 % аспауға тиіс.

Егер сынамалардың үлкен саны үшін нәтижелер салыстырылатын болса, көрсетілген мәндер салыстырмалы мәндердің 25 %-на төмендетіледі (мысалы, S_d шикі протеин үшін 0,8 % тең болады).

Егер алынған нәтижелердің дәлдігі көрсетілген шектерден шығатын болса, түрдің стандарттық және инфрақызыл әдістермен алынған нәтижелері арасындағы регрессия теңдеуі (6) формула бойынша есептеледі:

$$y = a + bx, \quad (6)$$

мұнда у – химиялық әдісті талдау нәтижесі;

х – инфрақызыл әдіспен талдау нәтижесі;

а және b – теңдеу константтары.

Осыдан кейін бос мүшесін қоса (b_o) барлық коэффициенттерді b мәніне көбейту арқылы және а мәнін b_o-ға қосу арқылы градуирлеу теңдеуіне түзету енгізеді. Түзетілген теңдеуді пайдаланып, 6.2.10 жазылған іс-әрекеттерді тағы да қайталайды және, егер бұл ретте S_d көрсетілген шектерден асатын болса, аспап қайтадан градуирленуге тиіс.

7 Сынақтар жүргізу

Сынамаларды жүргізу сыналатын сынаманың спектрін алудан тұрады. Берілген градуирлеу теңдеуін пайдаланып, инфрақызыл талдағышының есептегіш құрылғысы мәні экранға жарық арқылы шығатын және, қажеттігіне қарай, баспаға шығатын анықталатын құрамбірліктердің болуы есептеледі.

Дербес компьютерлермен басқарылатын инфрақызыл талдағыштарда сынамаларды талдауды аспаппен бірге жеткізілетін арнайы программаны пайдаланып жүргізеді. Басқа аспаптарда, мысалы, «Инфрапид 61» аспабында жұмыс істеу кезінде аспапқа градуирлеу теңдеулерінің константтарын және оларға сәйкес келетін толқын ұзындықтарын, сондай-ақ спектрлік деректердің түзілу тәсілін енгізеді.

Сыналатын сынамалардың спектрлері 6.2.5 белгіленгендей етіп алады.

8 Нәтижелерді өңдеу

Сынаудың соңғы нәтижесі ретінде астауды сынамамен екі рет толтыру арқылы орындалған екі параллель анықтаманың орташа арифметикалық мәні қабылданады. Нәтиже екінші ондық белгіге дейін есептеледі және бірінші ондық белгіге дейін дөңгелектейді.

Параллель анықтамалардың нәтижелері арасындағы жол берілетін алшақтықтар абсолют өрнекте шикі протеин және шикі ұлпа үшін - 1,0 %, шикі май үшін - 0,3 %, ылғал үшін 0,3 % аспауға тиіс.

Аспаптан талдау нәтижелерін ауа-құрғақ затқа есептегенде алынған жағдайда, пайызбен берілген құрғақ заттағы X анықталатын құрамбірліктердің массалық үлесі (7) формуласы бойынша есептеледі:

$$X = \frac{X_1 \cdot 100}{100 - W}, \qquad (7)$$

мұнда X_1 – сыналатын ауа-құрғақ сынамадағы құрамбірліктің массалық үлесі, %;

W – сыналатын сынамадағы гигроылғалдың массалық үлесі, %.

Сериялық талдаулар барысында нәтижелердің дұрыстығын таңдап бақылау үшін сынамалардың бір бөлігін стандарттық химиялық және инфрақызыл әдістермен талдайды. Бұл сынамаларды олар кәсіпорында шығарылатын немесе пайдаланылатын құрама жемдердің түрлері, рецептері бойынша талданатын жинақты білдіретіндей етіп, бұл ретте шикізаттың түсу көздерін өзгертуді, бір ингредиенттерді екіншісіне ауыстыруды есепке ала отырып, шөп жемдері болған жағдайда – жемдік пайдаланылатын жерлердің және жемдердің түрлерін, тыңайтқыштар беру

нұсқаларын, жемдерді дайындау технологияларын таңдап алады. Таңдап алынған сынамалардың саны талданатын үлгілердің жалпы санынан 10 % кем болмауға тиіс. Таңдап алынған үлгілерге химиялық талдаулар жүргізу кезінде нәтижелердің дұрыстығы бақыланады.

Химиялық және инфрақызыл әдістермен ($D_{аб с}$) алынған нәтижелер арасындағы алшақтықтар мынадай мәндерден аспауға тиіс:

$D_{аб с} = 1,095 + 0,032 \overline{X}$ - шикі протеин үшін;

$D_{аб с} = 2,16 + 0,038 \overline{X}$ - шикі ұлпа үшін;

$D_{аб с} = 0,641 + 0,055 \overline{X}$ - шикі май үшін,

мұнда $\overline{X}$ - химиялық әдіспен орындалған екі параллель анықтаманың нәтижелерінің орташа арифметикалық мәні.

Химиялық әдістермен талданатын сынамалардың саны 3 – 5 тең болған кезде белгіленген рұқсаттардан асатын алшақтықтардың болуына рұқсат етілмейді; сынамалардың саны 7 – 10 тең болған кезде бір сынама үшін және сынамаларың саны 11 – 15 тең болған кезде екі сынама үшін белгіленген рұқсаттарды арттыруға жол беріледі.

9 Аспаптың жұмысының және градуирлеу сипаттамаларының тұрақтылығы

9.1 ПЭВМ басқарылатын инфрақызыл талдағыштарды диагностикалау аспаппен бірге жинақ ішінде жеткізілетін арнайы программалық қамтамасыз етуді және бақылау үлгісін пайдаланып, аспаптарға берілген нұсқаулар бойынша жүргізіледі.

9.2 Кәсіпорында «Инфрапид 61» аспабының тұрақтылығына ағымдағы бақылау жасау үшін жиектері бойымен және градуирлеу ауқымының ортасына (мысалы, 20, 27 және 35 %) ішінде шикі ұлпа бар үш бақылау үлгісін (БҮ) дайындайды. Барынша жиі талданатын түрлердің қатарынан жемдік шөптер . БҮ үшін бастапқы бақылау ретінде қызмет атқарады. БҮ салмағы шамамен ауа-құрғақ заттың 0,5 кг құрайды. Сынамаларды дайындау 6.1 жазылған сияқты жүргізіледі. Дайындалған үлгілерді қымтақ ыдысқа салып 20 ± 2 °С температурада қараңғы жерде сақтайды.

Күн сайын қатардағы сынамаларды талдау барысында 7- бөлімде көрсетілгендей шикі ұлпаның болуына БҮ талдайды. Ағымдағы күннің нәтижесі мен алдындағы күндер ішіндегі орташа арифметикалық нәтиже арасындағы рұқсат етілетін алшақтық 1,5 % аспауға тиіс.

9.3 Бір күні өткізілген градуирлеу ол әлдік бойынша 6.2.10 және 8-бөлімнің талаптарына қанағаттандырып тұрғанда қолданыла береді. Бірақ жыл сайын 6.2.10 талаптарына сәйкес, дұрысырақ жаңа мезгіл өнімінің үлгілерін талдау басында градуирлеуді бағалау және түзету ұсынылады.

10 Қауіпсіздік техникасы талаптары

Кептірілген сынамаларды ұсақтау және астаушаға сынама толтыру бойынша жұмыстар сору шкафында жүргізіледі.

Өсімдіктер сынамаларын ұсатқышпен және диірменмен қауіпсіз жұмыс істеу ережелерін, сондай-ақ электр аспаптарымен жұмыс істеудің негізгі ережелерін сақтау қажет.

ӘОЖ 636.084/.087:636.085.32:535.33/.34:006.354 **МСЖ 65.120**

Түйінді сөздер: жем, талдау, шикі протеин, шикі ұлпа, шикі май, ылғал, жақын инфрақызыл саладағы спектроскопия, инфрақызыл талдағыш, талдау дәлдігі

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Метод определения содержания сырого протеина, сырой клетчатки, сырого жира и влаги с применением спектроскопии в ближней инфракрасной области

СТ РК ГОСТ Р 50817-2008

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» (IDT)

Издание официальное

Комитет по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан (Госстандарт)

Астана

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН ТОО «Евразийский консалтинговый консорциум»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 26 ноября 2008 года № 600-од.

3 Настоящий стандарт идентичен национальному стандарту Российской Федерации 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». При этом дополнительные положения, учитывающие потребности национальной экономики Республики Казахстан, приведены в разделе 5, которые выделены курсивом

4 В настоящем стандарте реализованы нормы Закона Республики Казахстан «О техническом регулировании», Технического регламента «Требования безопасности кормов и кормовых добавок»

5 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ **2013 год**
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ **5 лет**

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

Содержание

1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Сущность метода	2
4	Отбор проб	2
5	Аппаратура, материалы	2
6	Подготовка к испытанию	3
	6.1 Подготовка проб	3
	6.2 Градуировка приборов	4
7	Проведение испытания	9
8	Обработка результатов	9
9	Стабильность работы прибора и градуировочных характеристик	10
10	Требования техники безопасности	11

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Метод определения содержания сырого протеина, сырой клетчатки, сырого жира и влаги с применением спектроскопии в ближней инфракрасной области

Дата введения 2009-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на все виды растительных кормов, комбикорма и комбикормовое сырье, за исключением кормов минерального происхождения, жмыхов и шротов и устанавливает метод определения содержания сырого протеина, сырой клетчатки, сырого жира и влаги с применением спектроскопии в ближней инфракрасной области.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 4808-87 Сено. Технические условия.

ГОСТ 7631-85 Рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные и продукты их переработки. Правила приемки, органолептические методы оценки качества, методы отбора проб для лабораторных испытаний.

ГОСТ 13496.0-80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб.

ГОСТ 13496.2-91 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Метод определения сырой клетчатки.

ГОСТ 13496.3-92 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения влаги.

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 сырого жира.

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

ГОСТ 17681-82 Мука животного происхождения. Методы испытаний.

ГОСТ 21769-84 Зелень древесная. Технические условия.

ГОСТ 23637-90 Сенаж. Технические условия.

ГОСТ 23638-90 Силос из зеленых растений. Технические условия.

ГОСТ 27262-87 Корма растительного происхождения. Методы отбора проб.

Издание официальное

ГОСТ 27548-97 Корма растительные. Методы определения содержания влаги.

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

ГОСТ 28498-90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний.

3 Сущность метода

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 результатов анализов по градуировочному уравнению, полученному по данным измерений образцов с известными значениями определяемых компонентов, установленными с использованием стандартных химических методов.

4 Отбор проб

Отбор проб - по ГОСТ 7631, ГОСТ 13496.0, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 17681, ГОСТ 21769, ГОСТ 27262, ГОСТ 27668.

5 Аппаратура, материалы

5.1 Для проведения испытаний применяют следующие аппаратуру и материалы:

- инфракрасный анализатор для измерения интенсивности отражения излучения в ближней инфракрасной области;
- счетное устройство для обработки спектральной информации (микро-ЭВМ, ПЭВМ и т.д.), снабженное соответствующим программным обеспечением;
- измельчитель проб растения марки ИПР-2 или соломорезка марки ИСР-1 или аналогичных марок;
- мельница лабораторная типов "Циклон" QC-114, QC-124, электрические мельницы типов МРП-2, ЭМ-3А, бытовые электрокофемолки;
- сита с отверстиями диаметром 1,0 мм;
- сушилка проб кормов СК-1 или шкаф сушильный лабораторный с погрешностью поддержания температуры не более ± 5 °С или сушилка и шкаф с аналогичными техническими характеристиками;
- банки стеклянные или пластмассовые с притертой или завинчивающейся крышкой вместимостью от 100 до 200 $см^3$.

- термометр по ГОСТ 28498;
- часы.

5.2 Средства измерений, применяемые в сфере осуществления государственного метрологического контроля, подлежат поверке при выпуске из производства или ремонта, эксплуатации и ввозе по импорту после утверждения их типа или метрологической аттестации и регистрации в реестре государственной системы обеспечения единства измерений.

6 Подготовка к испытанию

6.1 Подготовка проб

Среднюю пробу сена, силоса, зеленых кормов измельчают на отрезки длиной от 1 до 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 от 60 °С до 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 и сырья размалывают без предварительного подсушивания. Образцы всех видов кормов измельчают до прохода частиц через сито диаметром отверстий 1 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 измельчают на мельнице марки МРП-2 или других аналогичных марок, не снабженных ситами, в течение 30 с, а затем размалывают на мельницах, снабженных ситами, как, например, марки ОС-114;
- сразу размалывают на мельницах, снабженных ситами с требующимся диаметром отверстий.

Размолотую пробу переносят в стеклянную или пластмассовую банку или в пакет из полиэтиленовой пленки и используют для снятия спектра после достижения ею температуры окружающей среды, которая должна варьировать не более чем на 5 °С. При необходимости пробу хранят в

указанных контейнерах в плотно закрытом виде в сухом темном месте. Образцы мясокостной и рыбной муки, а также комбикормов, содержащих эти виды сырья, хранят в бытовом холодильнике.

Не допускается использование для анализов образцов с затхлым, плесневелым, гнилостным и горелым запахом, а также проб, содержащих золу, не растворимую в соляной кислоте, в количествах, превышающих нормы, указанные в ГОСТ 4808, ГОСТ 23637 и ГОСТ 23638.

6.2 Градуировка приборов

6.2.1 Градуировка прибора заключается в снятии спектров набора образцов, называемого градуировочной партией образцов; анализе этих образцов стандартными химическими методами; получении уравнения, связывающего содержание определяемого компонента со спектральными данными, пользуясь методами математической статистики.

6.2.2 Градуировочные образцы подбирают так, чтобы они были представительны по отношению к образцам, которые затем будут анализироваться с использованием полученного градуировочного уравнения.

Образцы градуировочной партии должны полностью охватывать весь диапазон возможных значений определяемых компонентов и равномерно по нему распределены, а также весь диапазон содержания влаги в анализируемом материале, учитывая возможность переувлажнения проб, а также их анализ при уровнях содержания влаги ниже, чем в воздушно-сухом состоянии.

При анализе растительных кормов образцы градуировочной партии должны отражать варьирование физико-химических свойств материала, обусловленное различиями места произрастания, технологий выращивания культур и заготовки кормов, видовым составом растений и фазой развития.

При анализе комбикормов и сырья образцы градуировочной партии должны также отражать варьирование свойств материала, связанное с различиями в видах сырья, источниках его поступления и технологиях приготовления кормов.

Градуировочные партии образцов для каждого вида корма (например, сена, консервированных кормов, искусственно-высушенных кормов), комбикорма (для отдельных видов животных) и сырья готовят отдельно. Допускается составление единых градуировочных уравнений для группы кормов, при условии, что они будут соответствовать требованиям 6.2.10 и раздела 8.

При работе на анализаторах, управляемых персональными компьютерами, из достаточно большой популяции образцов градуировочные образцы можно выбрать, используя специальное

программное обеспечение, поставляемое с приборами, путем обработки спектральных данных образцов.

Количество проб для получения градуировочного уравнения, предназначенного для анализа образцов с варьирующим видовым составом, технологией производства кормов и пробоподготовки, должно быть не менее 90 - 100, а для получения градуировочного уравнения, предназначенного для анализа более однородной популяции образцов (например, одной культуры, одного вида корма, одного способа пробоподготовки и т.д.), можно использовать меньшее количество проб. Но во всех случаях количество проб должно быть достаточным для получения градуировочного уравнения, отвечающего требованиям 6.2.10 и раздела 8.

6.2.3 Образцы, 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 образцы, подготовленные всеми ожидаемыми способами при условии, что получаемое градуировочное уравнение будет удовлетворять требованиям 6.2.10 и раздела 8. В противном случае для каждого способа подготовки проб к анализу получают отдельное градуировочное уравнение.

6.2.4 Химические анализы образцов градуировочной партии проб выполняют в двукратной повторности.

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 влаги и гигровлаги определяют по ГОСТ 13496.3 и ГОСТ 27548.

6.2.5 Снятие спектров градуировочных образцов проводят согласно инструкции к приборам. Уделяют особое внимание 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 кюветы, не допуская при этом ее расслоения. Избегают встряхивания и резких движений с заполненной кюветой. Измерения выполняют сразу после заполнения кюветы. Если позволяют возможности вычислительного устройства, для каждого образца проводят двукратное заполнение кюветы при однократном измерении спектра заполненной кюветы. Не проводят измерения на материале, который находился в приборе в течение периода времени, превышающего один измерительный цикл.

6.2.6 В качестве модели при градуировке используют формулу (1):

$$Y=b_o+b_1x_1+ b_2x_2+,\ldots, b_nx_n, \quad (1)$$

где b_o, ..., b_n— константы, определяемые статистическими методами;

x_1, ..., x_n — независимые переменные, в качестве которых используют значения оптической плотности при длинах волн 1, ..., n или результаты их преобразований. Под оптической плотностью (D) в данном случае понимается десятичный логарифм обратного значения коэффициента отражения по формуле (2):

$$D = \log (I/R) \quad (2)$$

где R — коэффициент отражения, вычисляемый по формуле (3):

$$R=I/I_o \quad (3)$$

где I_o — интенсивность излучения, отраженного встроенным в прибор отражателем при данной длине волны;

I — интенсивность излучения, отраженного пробой при той же длине волны.

В качестве независимых переменных также используют значения, получаемые в результате следующих математических преобразований оптической плотности:

- разность значений оптической плотности при двух длинах волн;
- отношение значений оптической плотности при двух длинах волн;
- первая и вторая производные оптической плотности.

Допускаются также другие виды преобразований при условии, что получаемое при этом градуировочное уравнение будет удовлетворять требованиям 6.2.10.

Для получения значений констант градуировочного уравнения используют метод множественного регрессионного анализа, анализ на главных компонентах и метод дробных (частных) наименьших квадратов.

Число переменных в градуировочном уравнении должно быть не более 1 + N /10, где N — количество образцов в градуировочной партии при использовании метода множественной линейной регрессии. При использовании метода анализа главных компонент и дробных (частных) наименьших квадратов число переменных не должно превышать 3 + N/10.

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, необходимую информацию получают с помощью более мощных компьютеров и соответствующего программного обеспечения. При отсутствии такой возможности используют рекомендуемые значения длин волн и способы

математического преобразования спектральных данных, приведенные в приложении. В этом случае рекомендуемые длины волн и способ математического преобразования спектральных данных вводят в прибор перед снятием спектров градуировочных образцов.

6.2.7 При вычислении констант градуировочного уравнения результаты химических анализов проб вводят в расчете на сухое или воздушно-сухое вещество. В первом случае результаты анализов на приборе с использованием полученных уравнений также будут в расчете на сухое вещество. Во втором случае для вычисления констант уравнений данные о содержании компонентов в воздушно-сухом веществе сканируемой пробы вычисляют, исходя из содержания в ней гигровлаги, определенной непосредственно перед сканированием пробы. При этом результаты анализов на приборе с использованием градуировочных уравнений также будут отнесены на воздушно-сухое состояние продукта.

6.2.8 При вычислении констант градуировочных уравнений данные для некоторых образцов, 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 образцов от спектров образцов градуировочной популяции. В этом случае в градуировочную партию включают еще несколько подобных образцов. Полученное при этом уравнение должно удовлетворять требованиям 6.2.10 и раздела 8. В противном случае из образцов, спектры которых значительно отличаются от спектров образцов градуировочной партии, формируют отдельную градуировочную партию. При работе на приборах, управляемых ПЭВМ, такие образцы могут быть выявлены путем использования специальных программ, поставляемых с прибором.

6.2.9 Градуировочное уравнение, полученное на одном приборе, может быть использовано для анализов на других приборах той же модели после его оценки и, если это необходимо, корректировки для данного прибора согласно требованиям 6.2.10.

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

На основании сравнения результатов, полученных химическим (y) и инфракрасным (x) методами, вычисляют среднюю разность $\bar{d}$, или смещение по формуле (4):

$$\bar{d} = \frac{\sum(x_i - y_i)}{n}, \quad (4)$$

где x_i — результат анализа i-того образца инфракрасным методом;

y_i — результат анализа i-того образца стандартным методом;

n — количество сравниваемых проб.

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

Для проверки точности анализов вычисляют среднее квадратическое отклонение разностей между результатами, полученными инфракрасным и стандартными методами (после внесения поправки на смещение), S_d вычисляют по формуле (5):

$$S_d = \sqrt{\frac{\Sigma d_i^2}{n-1}} \quad (5)$$

где $d_i = x_i — y_i$.

Если сравниваются результаты анализа одной партии из 20 проб, значение S_d не должно превышать 1,0 % для сырого протеина, 2,0 % для сырой клетчатки, 0,5 % для сырого жира и 0,3 % для влаги и гигровлаги.

Если сравниваются результаты для большего количества проб, указанные значения снижаются на 25 % относительных (например, S_d для сырого протеина становится равным 0,8 %).

Если точность полученных результатов выходит за указанные пределы, вычисляют уравнение регрессии между результатами, полученными стандартным и инфракрасным методами вида по формуле (6):

$$y = a + bx, \quad (6)$$

где y - результат анализа химическим методом;

x - результат анализа инфракрасным методом;

a и b - константы уравнения.

После этого вносят поправку в градуировочное уравнение путем умножения всех коэффициентов, включая свободный член (b_o) на значение b и прибавления значения a к b_o. Используя исправленное уравнение, вновь повторяют действия, изложенные в 6.2.10 и, если при этом S_d превышает указанные пределы, прибор должен быть отградуирован заново.

7 Проведение испытания

Проведение испытания заключается в снятии спектра испытуемой пробы. Вычислительное устройство инфракрасного анализатора, используя заданные градуировочные уравнения, рассчитывает содержание определяемых компонентов, значение которого высвечивается на экране и может быть, при необходимости, выведено на печать.

На инфракрасных анализаторах, управляемых персональными компьютерами, анализ проб проводят, используя специальную программу, поставляемую с прибором. При работе на других приборах, например, на приборе "Инфрапид 61", в прибор вводят константы градуировочных уравнений и соответствующие им длины волн, а также способ преобразования спектральных данных.

Спектры испытуемых проб снимают, как и установлено в 6.2.5.

8 Обработка результатов

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

Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать для сырого протеина и сырой клетчатки — 1,0 %, сырого жира - 0,3 %, влаги - 0,3 % в абсолютном выражении.

Когда на приборе результаты анализа получают в расчете на воздушно-сухое вещество, массовую долю определяемых компонентов в сухом веществе X в процентах вычисляют по формуле (7):

$$X = \frac{X_1 \cdot 100}{100 - W}, \qquad (7)$$

где X_1 - массовая доля компонента в испытуемой воздушно-сухой пробе, %;

W - массовая доля гигровлаги в испытуемой пробе, %.

Для выборочного контроля правильности результатов в ходе серийных анализов часть проб анализируют стандартным химическим и инфракрасным методами. Эти пробы выбирают так, чтобы они представляли анализируемую совокупность по видам, рецептам комбикормов, выпускаемых или используемых на предприятии, учитывая при этом изменения источников поступления сырья, замену одних ингредиентов на другие; в случае травяных кормов — виды кормовых угодий и кормов, варианты внесения удобрений, технологий заготовки кормов. Число выбранных проб должно быть не менее 10 % от общего

количества анализируемых образцов. При проведении химических анализов выбранных образцов контролируют правильность результатов.

Расхождения между результатами, полученными химическим и инфракрасным методами ($D_{абс}$) не должны превышать следующих значений:

$D_{абс} = 1,095 + 0,032 \overline{X}$ - для сырого протеина;

$D_{абс} = 2,16 + 0,038 \overline{X}$ - для сырой клетчатки;

$D_{абс} = 0,641 + 0,055 \overline{X}$ - для сырого жира,

где $\overline{X}$ - среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных химическим методом.

При количестве анализируемых проб химическими методами, равном 3 - 5, не допускается наличие расхождений, превышающих установленные допуски; при количестве проб, равном 7—10, допускается превышение установленных допусков для одной пробы и при количестве проб, равном 11 - 15, — для двух проб.

9 Стабильность работы прибора и градуировочных характеристик

9.1 Диагностику инфракрасных анализаторов, управляемых ПЭВМ, проводят согласно инструкции к приборам, используя специальное программное обеспечение и контрольный образец, поставляемые в комплекте с прибором.

9.2 Для текущего контроля за стабильностью прибора "Инфрапид 61" на предприятии готовят три контрольных образца (КО) с содержанием сырой клетчатки по краям и в середине градуировочного диапазона (например, 20, 27 и 35 %). Исходным материалом для КО служат кормовые травы из числа наиболее часто анализируемых видов. Масса КО составляет около 0,5 кг воздушно-сухого вещества. Подготовку проб проводят, как изложено в 6.1. Приготовленные образцы хранят в герметичной таре в темном месте при температуре 20 ± 2 °С.

Ежедневно в ходе анализа рядовых проб анализируют КО на содержание сырой клетчатки, как указано в разделе 7. Допускаемые расхождения между результатом текущего дня и средним арифметическим результатом за предыдущие дни не должны превышать 1,5 %.

9.3 Однажды проведенная градуировка применима до тех пор, пока она по точности удовлетворяет требованиям 6.2.10 и раздела 8. Однако рекомендуется ежегодно проводить оценку и коррекцию градуировки в соответствии с требованиями 6.2.10, предпочтительно в начале анализа образцов урожая нового сезона.

10 Требования техники безопасности

Работы по измельчению высушенных проб и заполнению кюветы пробой проводят в вытяжном шкафу.

Необходимо соблюдать правила безопасной работы с измельчителем проб растений и мельницей, а также основные правила работы с электроприборами.

УДК 636.084/.087:636.085.32:535.33/.34:006.354 **МКС 65.120**

Ключевые слова: корма, анализ, сырой протеин, сырая клетчатка, сырой жир, влага, спектроскопия в ближней инфракрасной области, инфракрасный анализатор, точность анализов

Басуға _____ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана. Тапсырыс ____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 240074

gost.e-ecolog.ru