ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57543— 2017

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

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

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности» (АО «ВНИИКП»), Обществом с ограниченной ответственностью «ЛЮМЭКС-МАРКЕТИНГ» (ООО «ЛЮМЭКС-МАРКЕТИНГ»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 004 «Комбикорма, белково-витаминно-минеральные концентраты, премиксы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 18 июля 2017 г. № 697-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2017

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 2
4 Сущность метода . . . 2
5 Требования безопасности . . . 2
6 Требования к квалификации оператора . . . 2
7 Условия проведения испытаний . . . 2
8 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы . . . 2
9 Отбор проб . . . 3
10 Подготовка к проведению испытаний . . . 3
10.1 Подготовка проб . . . 3
10.2 Подготовка БИК-анализатора к работе . . . 3
10.3 Градуировка БИК-анализатора . . . 3
11 Выполнение измерений . . . 4
12 Обработка результатов измерений . . . 4
13 Контроль результатов испытаний . . . 5

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

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

Feedstuffs, compound feeds, feed raw materials. Method for determination of crude protein, crude fiber, crude fat and moisture using spectroscopy in the near-in-infrared region measurement mode transmission spectra

Дата введения — 2018—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на корма, комбикорма и комбикормовое сырье и устанавливает метод определения содержания сырого протеина, сырой клетчатки, сырого жира и влаги с применением спектроскопии в ближней инфракрасной (далее — БИК) области в режиме измерения спектров пропускания.

Настоящий стандарт не распространяется на корма минерального происхождения, жмыхи и шроты.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ ISO 6497 Корма. Отбор проб

ГОСТ ISO 6498 Корма, комбикорма. Подготовка проб для испытаний

ГОСТ 13586.5 Зерно. Метод определения влажности

ГОСТ 31675 Корма. Методы определения содержания сырой клетчатки с применением промежуточной фильтрации

ГОСТ 32044.1 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Определение массовой доли азота и вычисление массовой доли сырого протеина. Часть 1. Метод Къельдаля

ГОСТ 32905 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Метод определения содержания сырого жира

ГОСТ Р 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2012 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 51848 Продукция комбикормовая. Термины и определения

ГОСТ Р 54951 Корма для животных. Определение содержания влаги

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов, в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого документа с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого документа с указанным выше годом

Издание официальное

утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р 51848.

4 Сущность метода

Сущность метода заключается в регистрации спектра пропускания анализируемой пробы в ближней инфракрасной области и автоматическом расчете значений массовых долей сырого протеина, сырого жира, сырой клетчатки и влаги с помощью градуировочных моделей, полученных с использованием образцов, для которых значения указанных выше показателей определены стандартизованными методами.

5 Требования безопасности

При выполнении измерений необходимо соблюдать требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004, требования электробезопасности по ГОСТ Р 12.1.019 и требования, изложенные в руководстве по эксплуатации на БИК-анализатор.

6 Требования к квалификации оператора

К выполнению испытаний и обработке их результатов допускают специалиста, прошедшего инструктажи на рабочем месте по электробезопасности, по противопожарной безопасности, ознакомившегося с руководством по эксплуатации анализатора, освоившего метод в процессе обучения и имеющего навык работы с персональным компьютером на уровне пользователя.

7 Условия проведения испытаний

При подготовке и проведении испытаний должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды . . . . . от 15 °С до 35 °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . не более 80 %;
- атмосферное давление . . . . . от 84,0 до 106,7 кПа;
- напряжение в сети. . . . . от 198 до 242 В.

В помещении, где проводят измерения, не должно быть механических вибраций, сильных электрических и магнитных полей, пыли, паров кислот и щелочей.

8 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

БИК-анализатор* для измерений спектров пропускания в области спектра от 8700 до 13200 $см^{-1}$ с разрешением не хуже 16 $см^{-1}$, снабженный программным обеспечением, предназначенным для сбора и обработки измерительной информации.

Набор измерительных кювет с длиной оптического пути от 1,5 до 30 мм (в зависимости от объекта анализа и комплектации).

Шпатель.

Воронка для заполнения измерительных кювет.

Кисточка или ткань хлопчатобумажная.

Мельница лабораторная любого типа.

Герметично закрывающиеся полиэтиленовые пакеты или стеклянные (пластиковые) емкости (контейнеры) вместимостью не менее 200 $см^3$.

---

* Например, «ИнфраЛЮМ ФТ-10» и «ИнфраЛЮМ ФТ-12». Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой указанных приборов.

9 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ ISO 6497 или нормативным документам на отбор проб конкретной продукции.

10 Подготовка к проведению испытаний

10.1 Подготовка проб к испытанию

Подготовка проб к испытанию — по ГОСТ ISO 6498.

Если анализируемые пробы хранят в холодильнике, то перед измерением их выдерживают не менее 2 ч до достижения пробами температуры помещения.

Пробы цельного зерна очищают от сорной примеси. Остальные пробы перед измерениями размалывают на лабораторной мельнице.

10.2 Подготовка БИК-анализатора к работе

БИК-анализатор подготавливают к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

Измерительную кювету перед каждым заполнением тщательно очищают с помощью кисточки или сухой хлопчатобумажной ткани.

10.3 Градуировка БИК-анализатора

10.3.1 Общие положения

Градуировка БИК-анализатора заключается в подборе градуировочного набора и дополнительного набора образцов для проверки градуировки, анализе образцов обоих наборов стандартизованными методами, регистрации спектров пропускания образцов, расчете градуировочной модели и проверке полученной градуировочной модели.

10.3.2 Подбор градуировочного набора

Градуировочные наборы образцов для каждого вида продукции готовят отдельно.

Образцы для градуировки должны отвечать требованиям нормативных документов на соответствующие виды продукции.

Образцы для градуировки подбирают так, чтобы они были представительными по отношению к анализируемым пробам.

Значения определяемых показателей в образцах для градуировки должны охватывать весь диапазон возможных значений и равномерно распределяться по этому диапазону. Желательно, чтобы в градуировочный набор были включены образцы со значениями показателей, выходящими за границы диапазонов показателей на 10 %—15 % относительно пограничных значений.

Отбор и подготовка образцов для градуировки осуществляется по разделу 9 и 10.1.

Количество образцов градуировочного набора должно быть не менее 40.

10.3.3 Подбор дополнительного набора образцов для проверки градуировки

Требования к образцам дополнительного набора аналогичны требованиям к образцам для градуировки БИК-анализатора (см. 10.3.2). Образцы дополнительного набора не должны входить в градуировочный набор.

Количество образцов дополнительного набора должно быть не менее 10.

10.3.4 Анализ образцов стандартизованными методами

Образцы градуировочного и дополнительного наборов анализируют стандартизованными методами:

- массовой доли сырого протеина — по ГОСТ 32044.1;
- массовой доли сырого жира — по ГОСТ 32905;
- массовой доли влаги — по ГОСТ Р 54951 и ГОСТ 13586.5;
- массовой доли сырой клетчатки — по ГОСТ 31675.

Результат, установленный стандартизованным методом, принимают в качестве опорного значения показателя в образце.

Результаты анализа оформляют протоколами испытаний. Протоколы хранят в течение всего периода использования созданной градуировки, но не менее одного года.

10.3.5 Регистрация спектров пропускания образцов градуировочного и дополнительного наборов

Образец, подготовленный по 10.1, тщательно перемешивают шпателем, при этом контейнер с образцом необходимо держать под углом 45°. Заполняют измерительную кювету образцом так, чтобы он был равномерно распределен по всему объему, с помощью воронки для заполнения измерительных кювет. Не допускается насыпать образец в измерительную кювету прямо из контейнера, так как это может привести к его фракционированию. Избегают встряхивания и резких движений с заполненной измерительной кюветой.

Регистрируют спектр пропускания каждого образца три раза в соответствии с руководством по эксплуатации БИК-анализатора сразу же после заполнения измерительной кюветы, причем при повторной регистрации спектра измерительную кювету заполняют образцом заново.

10.3.6 Расчет градуировочной модели

Обработка спектров и расчет градуировочной модели для каждого определяемого показателя проводят согласно руководству по эксплуатации БИК-анализатора и руководству пользователя программного обеспечения с использованием методов обработки многомерных данных.

10.3.7 Проверка градуировочной модели

Проверяют градуировочную модель для каждого показателя, для чего регистрируют спектры пропускания образцов дополнительного набора (см. 10.3.3) в соответствии с 10.3.5 и вычисляют с помощью программного обеспечения значения показателя для каждого образца дополнительного набора, а затем — среднеквадратическое стандартное отклонение S_V значений показателя для образцов дополнительного набора от опорных значений (см. 10.3.4).

Градуировочная модель признается приемлемой, если значения S_V не превышают значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Наименование показателя	Допускаемые значения среднеквадратического стандартного отклонения S_V
Массовая доля сырого протеина	0,8
Массовая доля сырого жира	0,4
Массовая доля сырой клетчатки	0,5
Массовая доля влаги	0,4

Если рассчитанное значение среднеквадратического стандартного отклонения S_V выходит за указанный предел, то необходимо проанализировать причины неудовлетворительного результата и создать новую градуировочную модель по 10.3.6 на другом градуировочном наборе либо на существующем градуировочном наборе, дополненном новыми образцами.

11 Выполнение измерений

Выполнение измерений заключается в двукратной регистрации спектра пропускания анализируемой пробы в соответствии с руководством по эксплуатации БИК-анализатора в тех же условиях, в которых были зарегистрированы спектры образцов для градуировки и дополнительного набора. Для каждой регистрации спектра измерительную кювету заполняют пробой заново (см. 10.3.5).

12 Обработка результатов

Обработка результатов измерений производится автоматически с использованием градуировочных моделей, рассчитанных по 10.3.6. Значения определяемых показателей выводятся на дисплей компьютера, печать или сохраняются в файл отчета.

Вычисляют значения показателей, соответствующие двум зарегистрированным спектрам пропускания пробы, и рассматривают полученные значения как результаты двух параллельных определений.

За окончательный результат определения показателя принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости, приведенного в разделе 13. При невыполнении этого условия измерения повторяют, обращая особое внимание на правильность заполнения кюветы БИК-анализатора пробой.

Результат округляют до первого десятичного знака.

13 Контроль результатов испытаний

13.1 Абсолютное расхождение между результатами двух отдельных независимых испытаний, полученными одним и тем же методом на одной лабораторной пробе в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором на одном и том же экземпляре оборудования в течение короткого промежутка времени при доверительной вероятности $P = 0,95$, не должно превышать предела повторяемости r, приведенного в таблице 2.

Таблица 2

В процентах

Наименование показателя	Предел повторяемости (допускаемое расхождение результатов двух параллельных измерений) r	Критическая разность (допускаемое расхождение результатов, полученных в двух лабораториях)* $CD_{0,95}$
Массовая доля сырого протеина	0,7	1,4
Массовая доля сырого жира	0,3	0,6
Массовая доля сырой клетчатки	0,5	1,0
Массовая доля влаги	0,3	0,6
* Количество параллельных определений в каждой лаборатории равно двум. При другом количестве параллельных определений значение критической разности вычисляют согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6.		

13.2 Абсолютное расхождение между результатами двух отдельных испытаний, полученными одним и тем же методом на идентичной пробе в разных лабораториях разными операторами на различных экземплярах оборудования при доверительной вероятности $P = 0,95$, не должно превышать значения критической разности $CD_{0,95}$, приведенного в таблице 2.

Если абсолютное расхождение превышает значение критической разности, то могут быть использованы методы оценки совместимости результатов согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6—2012 (пункт 5.3.2).

13.3 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает контроль стабильности показателей повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6—2012 (пункт 6.2.2), а также контроль стабильности градуировочной модели, который проводят согласно 10.3.7 не реже одного раза в год с использованием дополнительного набора образцов, удовлетворяющих требованиям 10.3.3.

Если результаты контроля стабильности градуировочной модели не удовлетворяют требованиям 10.3.7 (в части норматива S_V), то создают новую градуировочную модель по 10.3.6 на другом градуировочном наборе либо на существующем градуировочном наборе, дополненном новыми образцами.

УДК 636.085.3:006.354 ОКС 65.120 С19

Ключевые слова: корма, комбикорма, комбикормовое сырье, ближняя инфракрасная область, спектроскопия, БИК-анализатор, спектр пропускания, сырой протеин, сырая клетчатка, сырой жир, влага, градуировочная модель

БЗ 8—2017/251

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 20.07.2017. Подписано в печать 27.07.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26. Тираж 26 экз. Зак. 1229.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru