МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32041— 2012

КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Метод определения содержания сырой золы, кальция и фосфора с применением спектроскопии в ближней инфракрасной области

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности» (ОАО «ВНИИКП»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (ТК 004)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 3 декабря 2012 г. № 54–П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 июня 2013 г. № 301–ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32041–2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2014 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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.

© Стандартинформ, 2014

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Метод определения содержания сырой золы, кальция и фосфора с применением спектроскопии в ближней инфракрасной области

Compound feeds, feed raw materials.
Method for determination of crude ash, calcium
and phosphorus content by means of NIR-spectroscopy

Дата введения —2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на все виды комбикормов и комбикормового сырья (за исключением сырья минерального происхождения) и устанавливает метод определения содержания сырой золы, кальция и фосфора с применением спектроскопии в ближней инфракрасной области.

Метод применим для анализа проб с содержанием сырой золы от 0,1 % до 40,0 %, кальция 0,5 % до 15,0 % и фосфора от 0,2 % до 10,0 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 7631–2008 Рыба, нерыбные объекты и продукция из них. Методы определения органолептических и физических показателей

ГОСТ 13496.0–80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

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

ГОСТ 13979.0–86 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 17681–82 Мука животного происхождения. Методы испытаний

ГОСТ 20083–74 Дрожжи кормовые. Технические условия

ГОСТ 26226–95 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения сырой золы

ГОСТ 26570–95 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения кальция

ГОСТ 26657–97 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания фосфора

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

ГОСТ 31218–2003 (ИСО 6498:1998) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытуемых проб

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 ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующими определением:

3.1 **сырая зола:** Минеральные вещества, остающиеся после сжигания анализируемой пробы.

4 Сущность метода

Сущность метода заключается в измерении интенсивности отраженного от анализируемой пробы излучения в ближней инфракрасной области спектра, определении содержания сырой золы, кальция и фосфора по градуировочным уравнениям, полученным по результатам измерений интенсивности отраженного излучения от образцов с известными значениями определяемых показателей, установленными стандартными химическими методами.

5 Условия проведения измерений

При подготовке и проведении измерений в помещении лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающей среды . . . . . от 15 °С до 30 °С;
относительная влажность воздуха . . . . . от 20 % до 90 %;
напряжение питающей сети . . . . . (220 ± 15) В;
частота переменного тока . . . . . (50 ± 2) Гц.

6 Средства измерений и вспомогательное оборудование

Используют следующее лабораторное оборудование:

Анализатор инфракрасный (ИК-анализатор) для измерения интенсивности отражения излучения от анализируемой пробы в ближней инфракрасной области (от 800 до 2500 нм) с индикацией результатов на экране персонального компьютера или дисплее прибора;

емкости стеклянные или пластиковые с герметично закрывающимися крышками вместимостью 200–250 см3;

шпатель.

7 Отбор проб

7.1 Отбор проб – по ГОСТ 7631, ГОСТ 13496.0, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 13979.0, ГОСТ 17681, ГОСТ 20083, ГОСТ 27668.

7.2 Масса лабораторной пробы должна быть не менее 250 г.

8 Подготовка к измерению

8.1 Подготовка проб

Подготовка проб - по ГОСТ 31218.

Необходимо точно соблюдать методику измельчения проб, так как размер частиц существенно влияет на результат измерений.

Измельченную пробу переносят в плотно закрывающуюся емкость и, после ее охлаждения до комнатной температуры, используют для снятия спектра. При необходимости пробу хранят в герметично закрытой стеклянной или пластиковой емкости в сухом темном месте в течение рекомендуемого срока хранения для анализируемого продукта. Пробы муки животного происхождения, кормовой муки из рыбы и морепродуктов, травяной муки, жмыхов, шротов, а также комбикормов с высоким содержанием этих видов сырья хранят в холодильнике.

8.2 Подготовка ИК-анализатора к работе

Прибор включают и выводят на режим измерений в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

Перед проведением измерений поверхность измерительной кюветы или защитного стекла интегрирующей сферы прибора должна быть чистой.

8.3 Градуировка ИК-анализатора

8.3.1 Градуировка начинается с подготовки двух наборов образцов: основного градуировочного и дополнительного (для проверки градуировки).

Градуировочные наборы образцов для каждого вида сырья и комбикормов готовят отдельно.

Градуировочные образцы подбирают так, чтобы они были представительны по отношению к тем пробам, которые будут затем анализироваться с использованием полученных градуировочных уравнений.

Градуировочные образцы должны полностью охватывать весь диапазон возможных значений определяемых показателей и равномерно по нему распределяться, а также обязательно охватывать весь диапазон возможного содержания влаги в анализируемых пробах.

8.3.1.1 Количество проб для получения градуировочного уравнения, предназначенного для анализа образцов с неоднородным видовым составом и различной технологией производства, должно быть не менее 90, для анализа более однородных образцов можно использовать меньшее количество проб. Но во всех случаях количество проб должно быть достаточным для получения градуировочного уравнения, отвечающего требованиям 8.3.6 и раздела 11 настоящего стандарта.

8.3.1.2 Образцы для проверки градуировочного уравнения не должны входить в основной набор градуировочных образцов. Количество образцов для проверки градуировочного уравнения должно быть не менее 10.

Подготовку и анализ проверочных образцов проводят в тех же условиях, которые использовались для градуировки.

8.3.2 Градуировочные образцы должны быть проанализированы стандартными химическими методами: определение содержания сырой золы – по ГОСТ 26226, кальция – по ГОСТ 26570, фосфора – по ГОСТ 26657.

Испытания выполняют в двух параллельных определениях. При этом обязательно осуществляют контроль точности результатов в соответствии с требованиями вышеуказанных стандартов. Если такие требования не удовлетворяются, результат отбрасывают и испытания повторяют. Для расчета уравнений берут среднеарифметические значения результатов испытаний.

8.3.3 Снятие спектров градуировочных образцов проводят согласно инструкции к прибору. При этом особое внимание уделяют чистоте оптики, встроенного стандарта и измерительной кюветы. Кювету тщательно очищают перед каждым измерением.

Процесс снятия спектров заключается в следующем: тщательно очищенную кювету на специальной подставке, входящей в комплект ИК-анализатора, с помощью шпателя плотно заполняют тщательно перемешанной анализируемой пробой. Избегают резких движений с заполненной кюветой и ее встряхивания. Не допускается насыпать пробу из сосуда, так как это приводит к гравитационному разделению фракций и уменьшает точность определения. Измерения выполняют сразу после заполнения кюветы. Каждую порцию анализируемой пробы загружают в прибор для измерений однократно.

8.3.4 Результаты химических анализов вводят в компьютер в расчете на абсолютно сухое или воздушно-сухое вещество. Полученные результаты также будут представлены в расчете на абсолютно сухое вещество или на воздушно-сухое вещество соответственно.

8.3.5 Расчет градуировочных уравнений проводят в соответствии с инструкцией к ИК-анализатору. При этом данные, значительно отклоняющиеся от линии регрессии, должны быть исключены из расчетов после выявления причин отклонения. Причинами могут быть ошибки при выполнении химических анализов, при введении данных в компьютер, при снятии спектров. При исключении этих ошибок причиной может быть отличие спектров таких образцов от основной партии. В таком случае в основную партию включают дополнительно не менее 20 подобных образцов.

Полученное при дальнейшем расчете уравнение должно удовлетворять требованиям 8.3.6 и раздела 11. В противном случае такие образцы исключают из градуировочного набора и из них формируют новый набор образцов для расчета соответствующего ему градуировочного уравнения.

Однократно выполненная градуировка применима до тех пор, пока она по точности удовлетворяет требованиям 8.3.6 и раздела 11.

8.3.6 Проверка правильности градуировки

Проверку правильности градуировки проводят непосредственно после выполнения градуировки, а в дальнейшем – не реже 1 раза в год по образцам, подготовленным по 8.3.1.2.

Рассчитывают расхождение между значениями показателей, полученными на ИК-анализаторе и стандартным химическим методом. Среднее значение отклонения, ΔX, %, вычисляют по формуле

$$\Delta X = \frac{\sum_{i=1}^{n} \left| X_{i\text{ЕЁ}} - \tilde{O}_{i\text{NO}} \right|}{n}, \qquad (1)$$

где $X_{i_{ИК}}$ – значение показателя, полученное на ИК-анализаторе, %;

$X_{i_{СТ}}$ – значение показателя, полученное стандартным химическим методом, %;

n – количество образцов, использованных для проверки градуировки.

Значение ΔX не должно превышать предела воспроизводимости стандартного химического метода.

Если это условие не соблюдается, то увеличивают количество градуировочных образцов или градуировку выполняют заново.

В случае если градуировочное уравнение признано неприемлемым, необходимо выявить причины, проанализировать их и исправить. Причинами могут быть случайные ошибки при выполнении испытания стандартным химическим методом и недостаточное количество представительных градуировочных образцов для конкретного показателя.

8.3.7 Градуировочное уравнение, полученное на одном приборе, может быть использовано для испытаний на других приборах той же модели после его оценки и корректировки.

Для этого набор из не менее 20 образцов, не использованных при градуировке, подбирают в соответствии с 8.3.1.1, готовят и анализируют аналогично градуировочным образцам (8.3.2, 8.3.3).

После выполнения всех испытаний сравнивают результаты, полученные на ИК-анализаторе и стандартным химическим методом, определяя среднюю разность (смещение), $\overline{d}$, по формуле

$$\overline{d} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} d_i \,, \tag{2}$$

где n – количество анализируемых проб;

d_i – разность между результатами испытания i-го образца на ИК-анализаторе (x_i) и стандартным химическим (y_i) методом, $d_i = (x_i - y_i)$.

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

Для оценки точности испытаний определяют среднеквадратическое отклонение разностей между результатами, полученными на ИК-анализаторе и химическим методом, $S_{\overline{d}}$, после внесения поправки на смещение по формуле

$$S_{\overline{d}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(d_i - \overline{d})^2}{n-1}} \,, \tag{3}$$

где n – количество анализируемых проб;

d_i – разность между результатами испытания i-го образца на ИК-анализаторе (x_i) и стандартным химическим (y_i) методом, $d_i = (x_i - y_i)$;

$\overline{d}$ – средняя разность (смещение).

Если сравнивают результаты испытаний одного набора из 20 проб, среднее квадратическое отклонение ($S_{\overline{d}}$) не должно превышать 0,80 % для сырой золы, 0,25 % для кальция и 0,11 % для фосфора.

Если точность полученных результатов выходит за указанные пределы, вычисляют уравнение регрессии между результатами, полученными стандартным химическим методом и на ИК-анализаторе.

$$y_i = a + bx_i \tag{4}$$

где y_i – результат анализа i-го образца стандартным химическим методом;

a и b – постоянные известные величины уравнения;

x_i – результат анализа i-го образца на ИК-анализаторе.

Затем вносят поправку в градуировочное уравнение, умножая все его коэффициенты, включая свободный член уравнения, на величину b и прибавляя величину a к свободному члену уравнения. Используя исправленное уравнение, вновь проводят его проверку.

Если при этом среднеквадратическое отклонение $S_{\overline{d}}$ выходит за указанные пределы, градуировку проводят заново.

9 Выполнение измерений

Выполнение измерений инфракрасным методом заключается в снятии спектра анализируемой пробы. Снятие спектров анализируемых проб проводят согласно инструкции к прибору. При этом особое внимание уделяют чистоте оптики, встроенного стандарта и измерительной кюветы.

Заполнение кюветы анализируемой пробой проводят по 8.3.3. Пробу необходимо помещать в измерительную кювету таким же образом, как это делалось при снятии спектров градуировочных образцов – плотность загрузки пробы в кювету оказывает большое влияние на интенсивность инфракрасных спектров.

10 Обработка результатов

Обработка результатов измерений производится автоматически. Содержание определяемых показателей считывают с дисплея ИК-анализатора и выводят на печать.

За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости 11.1 настоящего стандарта.

Полученный результат округляют до первого десятичного знака.

11 Контроль точности результатов измерений

11.1 Приемлемость результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости)

Абсолютное расхождение между результатами двух параллельных определений, 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 оборудовании в течение короткого промежутка времени при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать предела повторяемости (сходимости), r, приведенного в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Наименование показателя	Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений (предел повторяемости), r	Допускаемое расхождение между результатами определений в двух разных лабораториях (предел воспроизводимости), R
Массовая доля сырой золы	$0{,}028\,\bar{x}+0{,}110$	$0{,}056\,\bar{X}+0{,}220$
Массовая доля кальция	$0{,}044\,\bar{x}+0{,}060$	$0{,}088\,\bar{X}+0{,}120$
Массовая доля фосфора	$0{,}055\,\bar{x}+0{,}016$	$0{,}110\,\bar{X}+0{,}032$
Примечание - $\bar{x}$, $\bar{X}$ - среднеарифметические значения, полученные, соответственно, в условиях повторяемости и воспроизводимости, %.		

11.2 Приемлемость результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Абсолютное расхождение между результатами двух отдельных определений полученными одним и тем же методом на одной лабораторной пробе в разных лабораториях разными операторами на различных экземплярах оборудования при доверительной вероятности P=0,95, не должно превышать предела воспроизводимости, R, приведенного в таблице 1.

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает предел повторяемости, то определение повторяют, начиная с заполнения кюветы.

Если расхождение между результатами параллельных определений вновь превышает предел повторяемости, выясняют и устраняют причины плохой повторяемости результатов определений.

12 Требования безопасности при проведении работ

Требования электробезопасности при работе с приборами – по ГОСТ 12.2.007.0.

13 Требования к квалификации оператора

К проведению измерений допускаются лица, прошедшие соответствующий инструктаж и ознакомившиеся с руководством по эксплуатации ИК-анализатора и настоящим стандартом.

УДК 636.085.3:006.354 МКС 65.120

Ключевые слова: корма, комбикорма, комбикормовое сырье, ИК-анализатор, метод, массовая доля, сырая зола, кальций, фосфор, спектроскопия, ближняя инфракрасная область

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 35 экз. Зак. 1387.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru