



## **ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ**

### **ЖЕМ, ҚҰРАМА ЖЕМ, ҚҰРАМАЖЕМ ШИКІЗАТЫ**

**Жақын инфрақызыл салада спектроскопияны қолданып, құрамынан шикі протеинді, шикі ұлпанды, 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 ұлпанды, шикі майды және ылғалды анықтау әдісі» (ПДТ)**

### **Ресми басылым**

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

**Астана**



## **ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ**

### **ЖЕМ, ҚҰРАМА ЖЕМ, ҚҰРАМАЖЕМ ШИКІЗАТЫ**

**Жақын инфрақызыл салада спектроскопияны қолданып, құрамынан шикі протеинді, шикі ұлпанды, 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 ұлпанды, шикі майды және ылғалды анықтау әдісі» (IDT)

### **Ресми басылым**

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

**Астана**

**Алғысөз**

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

**2 Қазақстан Республикасы Индустря және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің 2008 жылғы 26 қарашадағы № 600-од бұйрығымен **БЕКІТІЛПЕР ҚОЛДАНЫСҚА ЕҢГІЗІЛДІ****

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

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

**5 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ  
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ**

**2013 жыл  
5 жыл**

**6 АЛҒАШ РЕТ ЕҢГІЗІЛДІ**

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустря және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатының 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 өндөу	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, құнжара мен шроттарды қоспағанда, өсімдік жемінің, құрама жемінің және құрамажем шикізатының барлық түрлеріне таралады және жақын инфрақызыл салада спектроскопияны қолданып, құрамынан шикі протеинді, шикі ұлпаны, шикі майды мен ылғалды анықтау әдісін белгілейді.

#### **2 Нормативтік сілтемелер**

Осы стандартта мынадай стандарттарға сілтемелер пайдаланылды:

ГОСТ 4808-87 Шөп. Техникалық шарттар.

ГОСТ 7631-85 Балық, теніздең сүткоректілер, теніз омыртқасыздары және олардың өндөлген 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.

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 Сұйықтықка 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 өндөуден және анықталатын құрамбірліктердің стандарттық химиялық әдістерді пайдаланып белгіленген белгілі мәндерімен үлгілерді өлшеу деректері бойынша алынған градуирлеу тендеуі 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 Сынектар 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.) өндеуге арналған есептеу құрылғысы;
- ИПР-2 маркалы немесе ұқсас маркалы өсімдік сынамаларын ұсактағыш;
- "Циклон" QC-114, QC-124 типті зертханалық диірмен, МРП-2, ЭМ-ЗА типті электр диірмендер, тұрмыстық электр кофе ұсатқыш;
- тесіктерінің диаметр 1,0 мм елеуіш;
- СК-1 жем сынамаларын кептіргіш немесе температураны ұстая категі  $\pm 5$  °C артық емес зертханалық кептіргіш шкаф немесе ұқсас техникалық сипаттамалары бар кептіргіш және шкаф;
- сиындылығы 100 до 200 см<sup>3</sup>, қақпакпен тығыз киуластырылған немесе бұрап жабылған шыны немесе пластмасса банка;
- термометр ГОСТ 28498 бойынша;

- сағат.

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

## 6 Сынауға дайындау

### 6.1 Сынамаларды дайындау

Шөптің, сурлемнің, 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 аяу-құрғақ күйдің 60 °С-тан 65 °С дейінгі температурасында құрғату шкафында жүргізіледі.

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

Аяу-құрғақ сынамасын кептіргеннен кейін сынаманы дірменде 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 нұскаларын пайдаланады:

- бірінші МРП-2 маркалы және елеуіштермен жабдықталмаған ұқсас басқа маркалы дірменде уатады, содан кейін елеуішпен елейді. Қайшымен немесе келіде қолмен уатқаннан кейін елеуіштегі уатылуы кын қалдықты еленген бөлікке косады да мұқият араластырады;

- бірінші МРП-2 маркалы және елеуіштермен жабдықталмаған ұқсас басқа маркалы дірменде 30 с бойы уатады, содан кейін елеуіштермен жабдықталған дірмендерде, мысалы QC-114 маркалы дірмендерде уатады;

- бірден талап етілетін диаметрлі тесіктері бар елеуіштермен жабдықталған дірмендерде уатады.

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

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

Талдау үшін сасыған, көгерген, борсыған және көңірсіген иісі бар ұлгілерді, 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, ұлгілердің градуирлеу топтамасымен аталағын ұлгілер жинағының спектрлерін алудан; осы ұлгілерді стандартты химиялық әдістермен талаудан; анықталатын құрамбірліктің құрамын спектрлік деректермен байланыстыратын тендеуді алудан тұрады.

6.2.2 Градуирлеу ұлгілерін кейіннен алынған градуирлеу тендеуін пайдаланып талданатын ұлгілерге қатысты көрнекті болатындей етіп ірікten алады.

Градуирлеу топтамасының ұлгілері 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 қараганда төмен болған кезде талдауды ескере отырып, талданатын материалда ылғалдың болу ауқымының барлығын қамтуға тиіс.

Өсімдік жемдерін талдау кезінде градуирлеу топтамасының ұлгілері 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 ұлгілері шикізат түрлеріндегі, оның түсү көздеріндегі және жемдерді дайындау технологияларындағы ерекшеліктерге байланысты материал қасиеттерінің түрлендірілуі де көрсетілуге тиіс.

Ұлгілердің градуирленген топтамаларын жемнің (мысалы, шөп, консервленген жем, жасанды көптірілген жем), құрама жемнің (жануарлардың жекелеген түрлері үшін) және шикізаттың әрбір түрі үшін жеке дайындаиды. 6.2.10 және 8-бөлімнің талаптарына сәйкес келген жағдайда жемдер топтары үшін бірынғай градуирлеу тендеулерін құруға рұқсат етіледі.

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

пайдаланып, ұлгілердің спектрлік деректерін өңдеу арқылы таңдауға болады.

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

6.2.3 Градуирлеуге арналған ұлгілерін таңдауға арналған ұлгілерде сияқты дәл сондай тәсілдермен және сондай жабдықтың көмегімен спектрлік таңдауға дайындаиды. Егер спектрлік таңдауға сынама дайындау технологиясы әр түрлі болса, онда градуирлеу топтамасына алынатын градуирлеу тендеуі 6.2.10 және 8-бөлім талаптарын қанағаттандыратын жағдайда барлық күтілген тәсілдермен дайындаған ұлгілерді қосады. Кері жағдайда сынамаларды таңдауға дайындаудың әрбір тәсілі үшін жеке градуирлеу тәсілін алады.

6.2.4 Сынамалардың градуирлеу топтамасының ұлгілерін химиялық таңдау екі еселе 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 ұлгілерінің 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 мүқият тазалайды. Сынаманы астаушаға аударар алдында оның қатпарлануын болдырмай мүқият араластыра отырып астаушаға сынама толтыру техникасының біркелкілігі камтамасыз етіледі. Сынама толтырылған астаушаны сілкіленбеуін және кенет қозғалып кетпеуін көздейді. Егер есептегіш құрылғының мүмкіндігі болса, әрбір ұлғі 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 ұлғі ретінде (1) формуласы пайдаланылады:

$$Y=b_0+b_1x_1+b_2x_2+\dots+b_nx_n, \quad (1)$$

мұнда  $b_0, \dots, b_n$  — статистикалық әдістермен анықталатын константтар;

$x_1, \dots, x_n$  — тәуелсіз ауыспалылар, олар ретінде 1 толқын ұзындығы кезеңдегі оптикалық мәндер немесе олардың түрлену нәтижелері пайдаланылады. Осы жағдайда оптикалық тығыздық деп (D) (2) формуласы бойынша көріну коэффициентінің көрінің мәнінің ондық логарифмі ұзындылады:

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

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

$$R=I/I_0 \quad (3)$$

мұнда  $I_0$  — берілген толқын ұзындығы кезінде аспапқа қоса орнатылған шағылыстырыштан 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 катынасы;

- оптикалық тығыздықтың бірінші және екінші туындылары.

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

Градуирлеу тендеуінің констант мәндерін алу үшін көптеген регрессиялық талдау әдісін, басты құрамбірліктерде талдауды және бөлшек (жеке) ен аз шаршылар әдісін пайдаланады.

Градуирлеу тендеуіндегі айнымалылардың саны  $1 + N/10$  артық болмауга тиіс, мұнда N — көптеген желілік регрессия әдісін пайдалану кезеңдегі градуирлеу топтамасындағы үлгілердің саны. Басты құрамбірліктерді және бөлшек (жеке) ен аз шаршыларды талдау әдісін пайдалану кезінде айнымалылардың саны  $3 + N/10$  аспауға тиіс.

Дербес компьютерлермен баскарылатын инфрақызыл талдағыштар үшін градуирлеу тендеулерін есептеу кезінде аспаппен бірге жеткізілетін арнайы программалық камтамасыз ету пайдаланылады. Егер инфрақызыл талдағыштың есептегіш құрылғысының мүмкіндігі көптеген регрессия тендеуінің константы есебімен шектелсе және ол талдау үшін толқындардың онтайлы ұзындықтарын және спектрлік деректерді түрлендіру тәсілдерін табуга мүмкіндік бермесе, кәкетті ақпаратты аса қуатты компьютерлердің және тиісті программалық камтамасыз етудің көмегімен алады. Осында 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 тендеуі константын есептеу кезінде сынамаларды химиялық талдау нәтижелерін құрғақ немесе ауа-құрғақ затка есебімен енгізеді. Бірінші жағдайда сондай-ақ алынған тендеулерді пайдаланып, аспапта талдау нәтижелері құрғақ затка есебімен болады. Екінші жағдайда тендеулердің 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 тендеулерін пайдаланып, аспаппен жасалған талдау нәтижелері сондай-ақ өнімнің ауа-құрғақ күйіне жатқызылады.

6.2.8 Градуирлеу тендеулерінің константын есептеу кезінде кейбір үлгілер үшін регрессия сызығынан біраз ауытқытын 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 көтөрілген болуы мүмкін. Егер осындай қателер болмаса, ауытқу себебі берілген үлгілердің спектрлік градуирлеу популяциясы үлгілерінің спектрлерінен біраз айырмашылығы болуы мүмкін. Бұл жағдайда градуирлеу топтамасына тағы да бірнеше осыған ұқсас үлгілер қосылады. Осы кезде алынған тендеу 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 баскарылатын аспаптармен жұмыс істей кезінде, осындай үлгілер аспаппен жеткізілетін арнайы программаларды пайдалану арқылы анықтала алады.

6.2.9 Бір аспаппен алынған градуирлеу тендеуі 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 тендеуі 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 іріктең алады. Сынамалар құрамбірлік құрамының бүкіл ауқымын қамтуға тиіс және ол бойынша біркелкі жайылуға тиіс. Талдауга дайындауды, химиялық талдауларды, осы сынамалардың инфракызыл сәулеесінің 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 тендеуінің еркін мүшесінің  $- b_0$ -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:

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

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 тендеуі (6) формула бойынша есептеледі:

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

мұнда  $y$  — химиялық әдісті талдау нәтижесі;

$x$  — инфрақызыл әдіспен талдау нәтижесі;

а және  $b$  — тендеу константтары.

Осыдан кейін бос мүшесін қоса ( $b_0$ ) барлық коэффициенттерді  $b$  мәніне көбейту арқылы және а мәнін  $b_0$ -ға қосу арқылы градуирлеу тендеуіне түзету енгізеді. Түзетілген тендеуді пайдаланып, 6.2.10 жазылған іс-әрекеттерді тағы да кайталауды және, егер бұл ретте  $S_d$  көрсетілген шектерден асатын болса, аспап кайтадан градуирленуге тиіс.

## 7 Сыналатын жүргізу

Сынамаларды жүргізу сыналатын сынаманың спектрін алудан тұрады. Берілген градуирлеу тендеуін пайдаланып, инфрақызыл талдағышының есептегіш құрылғысы мәні экранға жарық арқылы шығатын және, кажеттігіне карай, 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 тендеулерінің константтарын және оларға сәйкес келетін толқын ұзындықтарын, сондай-ақ спектрлік деректердің түзілу тәсілін енгізеді.

Сыналатын сынамалардың спектрлері 6.2.5 белгіленгендей етіл алады.

## 8 Нәтижелерді өндөу

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

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

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

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

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

W – сыналатын сынамадағы гигроылғалдың массалық үлесі, %.

Сериялық талдаулар барысында нәтижелердің дұрыстығын таңдап бақылау үшін сынамалардың бір болігін 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 түсү 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 ( $D_{a6c}$ ) алынған нәтижелер арасындағы алшақтықтар мынадай мәндерден аспауга тиіс:

$$D_{a6c} = 1,095 + 0,032 \bar{X} \text{ - шикі протеин үшін;}$$

$$D_{a6c} = 2,16 + 0,038 \bar{X} \text{ - шикі ұлпа үшін;}$$

$$D_{a6c} = 0,641 + 0,055 \bar{X} \text{ - шикі май үшін,}$$

мұнда  $\bar{X}$  - 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 сынамалардың 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 кантамасыз етуді және бақылау үлгісін пайдаланып, аспаптарға берілген нұсқаулар бойынша жүргізіледі.

9.2 Қесіпорында «Инфрапид 61» аспабының тұрақтылығына ағындағы бақылау жасау үшін жиектері бойымен және градуирлеу ауқымының ортасына (мысалы, 20, 27 және 35 %) ішінде шикі ұлпа бар үш бақылау үлгісін (БҮ) дайындаиды. Барынша жиі талданатын түрлердің көтөрүлген жемдік шөптер . БҮ үшін бастапқы бақылау ретінде қызмет атқарады. БҮ салмағы шамамен аяа-құрғақ заттың 0,5 кг құрайды. Сынамаларды дайындау 6.1 жазылған сияқты жүргізіледі. Дайындалған үлгілерді қыттақ ыдысқа салып  $20 \pm 2$  °C температурада қаранғы 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 % аспауга 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 үсінілады.

## 10 Қауіпсіздік техникасы талаптары

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

Өсімдіктер сынамаларын ұсатқышпен және дірменмен 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  
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ**

**2013 год  
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.

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;

- сите с отверстиями диаметром 1,0 мм;

- сушилка проб кормов СК-1 или шкаф сушильный лабораторный с погрешностью поддержания температуры не более  $\pm 5$  °С или сушилка и шкаф с аналогичными техническими характеристиками;

- банки стеклянные или пластмассовые с притертой или завинчивающейся крышкой вместимостью от 100 до 200 см<sup>3</sup>.

- 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, сиоса, 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 QC-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-высушанных 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):

$$Y=b_0+b_1x_1+b_2x_2+\dots+b_nx_n, \quad (1)$$

где  $b_0, \dots, b_n$  — константы, определяемые статистическими методами;  $x_1, \dots, x_n$  — 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):

$$R=I/I_0 \quad (3)$$

где  $I_0$  — 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 (у) и инфракрасным (х) 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  $b_0$  — 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):

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

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 ( $b_0$ ) на значение  $b$  и прибавления значения  $a$  к  $b_0$ . 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):

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

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 ( $D_{a6c}$ ) не должны превышать следующих значений:

$$D_{a6c} = 1,095 + 0,032 \bar{X} \text{ - для сырого протеина;}$$

$$D_{a6c} = 2,16 + 0,038 \bar{X} \text{ - для сырой клетчатки;}$$

$$D_{a6c} = 0,641 + 0,055 \bar{X} \text{ - для сырого жира,}$$

где  $\bar{X}$  - 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  $20 \pm 2$  °C.

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 60x84 1/16  
Қағазы оғсектік. 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» гимараты  
Тел.: 8 (7172) 240074