ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52421—2005

РЫБА, МОРЕПРОДУКТЫ И ПРОДУКЦИЯ ИЗ НИХ

Метод определения массовой доли белка, жира, воды, фосфора, кальция и золы спектроскопией в ближней инфракрасной области

Издание официальное

БЗ 12—2005/331

Москва
Стандартинформ
2006

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Государственный ордена «Знак Почета» научно-исследовательский и проектно-конструкторский институт по развитию и эксплуатации флота» (ФГУП «Гипрорыбфлот») и Научно-производственной фирмой аналитического приборостроения (НПФАП) «ЛЮМЭКС»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 299 «Консервы, пресервы из рыбы и морепродуктов и металлическая тара для их фасования»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 декабря 2005 г. № 346-ст

4 В настоящем стандарте реализованы нормы Закона Российской Федерации от 27 апреля 1993 г. № 4871-1 «Об обеспечении единства измерений»

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет

© Стандартинформ, 2006

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

РЫБА, МОРЕПРОДУКТЫ И ПРОДУКЦИЯ ИЗ НИХ

Метод определения массовой доли белка, жира, воды, фосфора, кальция и золы спектроскопией в ближней инфракрасной области

Fish, marine products and products of them.
Method of determining the fraction of total mass of protein, fat, water, phosphorus, calcium and ash by the near-infra-red spectrometry

Дата введения—2007—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовой доли белка (сырого протеина), жира, воды (влаги), фосфора, кальция и золы в рыбе, морепродуктах и продукции из них, в том числе консервах, пресервах и кормовой муке, спектроскопией в ближней инфракрасной области в диапазоне от 9000 до 12500 см$^{-1}$.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 51417—99 (ИСО 5983—97) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Определение массовой доли азота и вычисление массовой доли сырого протеина. Метод Къельдаля

ГОСТ Р 51420—99 (ИСО 6491—98) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Спектрометрический метод определения массовой доли фосфора

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 7636—85 Рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные и продукты их переработки. Методы анализа

ГОСТ 8756.0—70 Продукты пищевые консервированные. Отбор проб и подготовка их к испытанию

ГОСТ 13496.0—80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 13496.3—92 (ИСО 6496—83) Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения влаги

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

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 26808—86 Консервы из рыбы и морепродуктов. Методы определения сухих веществ

ГОСТ 26829—86 Консервы и пресервы из рыбы. Методы определения жира

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

Издание официальное

3 Средства измерений и вспомогательное оборудование

Спектрофотометр, спектрометр или анализатор (далее — средство измерений), укомплектованный программным обеспечением для проведения анализа спектральных данных в ближней инфракрасной области спектра в диапазоне от 9000 до 12500 $см^{-1}$ методом регрессии на главных компонентах, методом дробных наименьших квадратов, методом множественной линейной регрессии или другими подобными, а также для оценки применимости градуировочной зависимости (например, с помощью расстояния Махаланобиса).

Банки стеклянные с притертой пробкой или пластмассовые с завинчивающейся крышкой вместимостью 250 $см^3$.

Холодильник бытовой любой марки.

Шпатель.

Оборудование для измельчения проб: лабораторная мельница, гомогенизатор, мясорубка (для некоторых типов проб) и т. п.

4 Отбор и подготовка проб

4.1 Отбор проб — по ГОСТ 7631, ГОСТ 8756.0, ГОСТ 13496.0.

4.2 Подготовка проб — по ГОСТ 7636, ГОСТ 8756.0.

Пробы рыб, морепродуктов и продукции из них, в том числе консервов и пресервов, не хранят; пробы кормовой муки хранят по ГОСТ 13496.0.

5 Сущность метода

Сущность метода заключается в измерении коэффициента пропускания или коэффициента отражения излучения исследуемого объекта в ближней инфракрасной области спектра и расчете массовой доли определяемого компонента с помощью градуировочной модели, полученной по набору образцов с известными значениями массовой доли определяемых компонентов, установленными с использованием стандартных химических методов.

Измерение может быть выполнено как в режиме однократной регистрации спектра, так и в режиме многократной регистрации, при котором меняется положение образца относительно оптической системы. При многократной регистрации обеспечивается учет неоднородности образца.

6 Подготовка к выполнению определений

6.1 Подготовка к работе средства измерений

Подготовку средства измерений к работе и проверку его работоспособности проводят в соответствии с руководством по эксплуатации.

6.2 Градуировка средства измерений

Градуировка средства измерений заключается: в выборе набора образцов для градуировки (далее — основной набор); в выборе набора образцов для проверки градуировки (далее — дополнительный набор); в анализе образцов обоих наборов стандартными химическими методами; в регистрации спектров пропускания или отражения образцов основного и дополнительного наборов; получении градуировочной зависимости и в проверке полученной градуировочной зависимости.

6.2.1 Выбор основного набора образцов

Образцы для градуировки должны соответствовать требованиям нормативных документов на продукцию данного вида.

Отбор и подготовка образцов для градуировки — в соответствии с разделом 4.

Набор образцов для градуировки должен содержать:

- образцы, в которых есть все определяемые компоненты, ожидаемые в пробах, подлежащих анализу;
- образцы, для которых диапазон изменения массовой доли всех компонентов превышает диапазон изменения, ожидаемый для проб, подлежащих анализу;

- не менее 24 образцов, если с помощью градуировочной модели необходимо определять не более трех компонентов (показателей). Если с помощью градуировочной зависимости необходимо определять более трех компонентов ($k > 3$), то число образцов в основном наборе должно быть не менее $6k$.

Значения массовой доли компонентов должны быть равномерно распределены по диапазону, охватываемому градуировочной зависимостью.

6.2.2 Выбор дополнительного набора образцов

Образцы для проверки градуировки должны соответствовать требованиям нормативных документов на продукцию данного вида.

Отбор и подготовка образцов для проверки градуировки — в соответствии с разделом 4.

Дополнительный набор должен соответствовать 6.2.1 и содержать не менее 20 образцов, не входящих в основной набор.

6.2.3 Химический анализ образцов

В образцах основного и дополнительного наборов определяют массовые доли:

- белка — по ГОСТ 7636, ГОСТ Р 51417;
- жира — по ГОСТ 7636, ГОСТ 13496.15, ГОСТ 26829;
- воды — по ГОСТ 7636, ГОСТ 13496.3, ГОСТ 26808;
- фосфора — по ГОСТ 7636, ГОСТ 26657, ГОСТ Р 51420;
- кальция — по ГОСТ 7636, ГОСТ 26570;
- золы — по ГОСТ 7636, ГОСТ 26226.

Химический анализ образцов проводят только в аттестованных лабораториях. Результаты анализа документируют протоколами анализа с подписью руководителя лаборатории. Протоколы хранят в отдельной папке в течение всего периода использования созданной градуировки.

6.2.4 Получение спектров пропускания или отражения для образцов основного и дополнительного наборов

Измерения проводят при комнатной температуре. Если температура образца отличается от комнатной более чем на 5 °С, то образец выдерживают до достижения комнатной температуры.

Образец тщательно перемешивают, при этом контейнер необходимо держать под углом 45°. Перемешивание следует проводить при каждом заполнении кюветы. Заполнять кювету нужно равномерно по всему объему, не допуская образования свободных полостей.

Заполнение кювет и спектры пропускания (отражения) образцов регистрируют в соответствии с руководством по эксплуатации средства измерений. Измерения выполняют сразу после заполнения кюветы.

6.2.5 Получение градуировочной зависимости

Градуировочную зависимость получают, используя спектры образцов основного набора, зарегистрированные по 6.2.4, и программное обеспечение к средству измерений.

6.2.6 Проверка градуировочной зависимости

Проверку градуировочной модели осуществляют по спектрам образцов дополнительного набора с помощью программного обеспечения к средству измерений.

Вычисляют среднеквадратичное отклонение S, %, по образцам дополнительного набора для каждого определяемого компонента по формуле

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(\nu_i - \hat{\nu}_i)^2}{n-1}}, \qquad (1)$$

где n — число образцов дополнительного набора;

ν_i — массовая доля определяемого компонента в i-м образце, найденная при его химическом анализе, %;

$\hat{\nu}_i$ — массовая доля определяемого компонента в i-м образце, найденная по градуировочной зависимости, %.

Рассчитанные значения S для 20 образцов дополнительного набора не должны превышать допускаемых значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Компонент	Среднеквадратичное отклонение S		
	Рыба, морепродукты и продукция из них	Консервы и пресервы	Кормовая мука
Белок	1,50	1,00	1,20
Жир	1,10	0,70	1,70
Вода	1,20	0,90	0,90
Фосфор	0,05	0,06	0,50
Кальций	0,02	0,06	0,80
Зола	0,20	0,20	2,00

Если рассчитанное значение S для какого-либо компонента превышает допускаемое значение, то данная градуировочная зависимость не обеспечит требуемую точность определений. В таком случае необходимо создать новую зависимость на другом наборе образцов для градуировки или расширить существующую.

Периодичность проверки градуировочной зависимости — не реже одного раза в год в соответствии с 6.2.6. Если результаты проверки не удовлетворяют требованиям 6.2.6, необходимо построить новую градуировочную зависимость по 6.2.5.

Внеочередную проверку градуировочной зависимости проводят после ремонта, который может повлиять на метрологические характеристики средства измерений.

7 Проведение определений

Однократное определение включает в себя регистрацию спектра отражения или пропускания с последующим расчетом массовой доли компонентов по найденной градуировочной зависимости в соответствии с руководством по эксплуатации средства измерений. Время, затрачиваемое на определение массовой доли всех компонентов в пробе, составляет от 2 до 3 мин.

Пробу анализируют не менее двух раз, при этом каждый раз заново наполняют кювету. Расхождение между полученными результатами двух определений не должно превышать предела сходимости r (при вероятности 95 %), приведенного в таблице 2.

Таблица 2

В процентах

Компонент	Интервал значений массовой доли определяемого компонента И и предел сходимости результатов параллельных определений r					
	Рыба, морепродукты и продукция из них		Консервы и пресервы		Кормовая мука	
	И	r	И	r	И	r
Белок	10—25	0,80	12—25	1,10	60—77	1,40
Жир	2—20	0,60	2,5—30	1,30	6—11	0,70
Вода	60—85	1,20	50—85	1,00	4—10	0,90
Фосфор	0,1—0,4	0,05	0,2—0,6	0,06	2—5	0,40
Кальций	0,03—0,20	0,02	0,15—0,50	0,07	4—9	0,50
Зола	1,0—2,0	0,20	2—5	0,30	13—20	1,60

Если это условие выполнено, вычисляют среднеарифметическое значение результатов двух определений, если оно не выполнено, то выясняют и устраняют причины, после чего определения повторяют.

Допускается проводить только одно определение, если программное обеспечение средства измерений позволяет проводить анализ в режиме учета неоднородности пробы.

В этом случае при анализе каждой партии проб проводят выборочный контроль расхождения результатов параллельных определений. Число образцов для выборочного контроля должно быть не менее одного на каждые десять проб. Для неполного десятка анализируемых проб обязательно должен быть проведен контроль.

Примечание — Результаты определений массовой доли компонентов в пробе, отличной по составу и структуре от образцов, использованных для градуировки, могут быть значимо смещены относительно результатов анализа стандартным химическим методом. Оценка применимости градуировочной зависимости осуществляется средством измерений автоматически при наличии специального программного обеспечения в соответствии с разделом 3. При появлении сообщения о неприменимости градуировочной зависимости проводят повторный анализ пробы, включая стадию подготовки проб. Если при повторном анализе сообщение о неприменимости градуировочной зависимости повторяется, то результаты определения массовой доли компонента в данной пробе не могут быть признаны достоверными. Для анализа такой пробы необходимо составить новый набор образцов для градуировки или расширить существующий, а затем заново провести градуировку в соответствии с 6.2.

8 Обработка результатов

За результат определения принимают значение массовой доли компонента в пробе, вычисленное в соответствии с разделом 7. Результат определения вносят в протокол.

9 Сходимость и воспроизводимость результатов определений

Значения среднеквадратичного отклонения сходимости S_r и воспроизводимости S_R приведены в таблице 3.

Таблица 3

В процентах

Компонент	Среднеквадратичное отклонение сходимости S_r и воспроизводимости S_R					
	Рыба, морепродукты и продукция из них		Консервы и пресервы		Кормовая мука	
	S_r	S_R	S_r	S_R	S_r	S_R
Белок	0,300	0,600	0,400	0,800	0,500	0,900
Жир	0,210	0,400	0,500	0,900	0,250	0,700
Вода	0,400	1,100	0,400	1,100	0,300	0,500
Фосфор	0,018	0,050	0,020	0,050	0,150	0,300
Кальций	0,007	0,015	0,024	0,035	0,170	0,400
Зола	0,080	0,260	0,120	0,280	0,600	1,000

УДК 639.38:543.06:006.354 ОКС 67.120.30 Н29 ОКСТУ 9209

Ключевые слова: рыба, морепродукты, консервы, пресервы, кормовая мука, белок, жир, вода, фосфор, кальций, зола, метод определения, спектроскопия в ближней инфракрасной области

Редактор *Л.В. Афанасенко*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 21.01.2006. Подписано в печать 01.02.2006. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 300 экз. Зак. 72. С 2406.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6