

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ****МУКА КОРМОВАЯ ИЗ РЫБЫ, МОРСКИХ МЛЕКОПИТАЮЩИХ,  
РАКООБРАЗНЫХ И БЕСПОЗВОНОЧНЫХ****Методы определения массовой доли карбамида и расчета  
сырого протеина с учетом массовой доли карбамида****ГОСТ Р  
50032—92**

Meal from fish, marine mammals, crustaceans and invertebrates. Methods for determination of mass components of carbamide and calculation of fresh protein taking into account mass components of carbamide

ОКСТУ 9109

**Дата введения 01.07.93**

Настоящий стандарт распространяется на кормовую муку, изготовленную из рыбы, морских млекопитающих, ракообразных и беспозвоночных, а также из отходов, получаемых при их переработке, и устанавливает колориметрический метод определения массовой доли карбамида и метод расчета сырого протеина с учетом массовой доли карбамида.

**1. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ КАРБАМИДА****1.1. Сущность метода**

Метод основан на измерении интенсивности окраски желтого цвета раствора комплексного соединения карбамида с антипирином и диацетилмонооксимом (диацетилантитирилуреида).

**1.2. Отбор проб**

Отбор проб — по ГОСТ 13496.0, подготовка пробы к анализу — по ГОСТ 7636.

**1.3. Аппаратура, материалы и реактивы**

Весы лабораторные общего назначения 3-го класса точности с погрешностью взвешивания  $\pm 5$  мг по ГОСТ 24104.

## Аппарат для встряхивания.

Колориметр фотоэлектрический со светофильтром, длиной волны  $(490\pm 10)$  нм по НТД с пределами измерений оптической плотности от 0 до 1,35 и погрешностью измерения не более  $\pm 1$  %.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498 или другой нормативно-технической документации с интервалом измеряемых температур от 0 до 200 °C с ценой деления 1 °C.

## Часы с минутным отсчетом по ГОСТ 3309.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание заданной температуры с погрешностью не более  $\pm 5$  °C.

## Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Воронка стеклянная по ГОСТ 25336 диаметром 70—90 мм.

Пипетки 4—2—1 или 5—2—1 по ГОСТ 29227.

Пипетки 6—2—5 или 7—2—10 по ГОСТ 29227.

Бюretки 1—2—25—0,1; 2—2—25—0,1; 3—2—25—0,1; 4—1—50; 5—1—50 по ГОСТ 29251.

Цилиндры мерные 1—10 или 2—50 по ГОСТ 1770.

Цилиндры вместимостью 500 см<sup>3</sup> с погрешностью  $\pm 5$  см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

Колбы мерные 1—25 (50, 100)—2,2—25 (50, 100)—2 по ГОСТ 1770.

Колбы конические К-1—25—14/23 ТС или К-2—25—22 ТХС по ГОСТ 25336.

Ступка фарфоровая по ГОСТ 9147.

Стаканы В-1—600 ТС или Н-2—600 ТХС по ГОСТ 25336.

Карбамид по ГОСТ 6691 с содержанием основного вещества 99 % х. ч.

Антипирин по Ф. Ст. 42—2438.

Кислота серная по ГОСТ 4204 х. ч. или ч. д. а. (плотность 1,84 г/см<sup>3</sup>), 40 %-ный раствор (плотность 1,30 г/см<sup>3</sup>).

Диацетилмонооксим по нормативно-технической документации х. ч.

Кислота уксусная по ГОСТ 61 х. ч. или ч. д. а., 5 %-ный раствор.

## **С. 2 ГОСТ 50032—92**

Кислота трихлоруксусная по нормативно-технической документации х. ч. 20 %-ный раствор.  
Дистиллированная вода по ГОСТ 6709.

**П р и м е ч а н и е.** Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

### **1.4. Подготовка к испытанию**

#### **1.4.1. Приготовление 40 %-ного раствора серной кислоты**

40 %-ный раствор серной кислоты приготавливают из серной кислоты плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>, для чего на каждые 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды берут 36 см<sup>3</sup> кислоты. При этом кислоту приливают в воду осторожно небольшими порциями при постоянном перемешивании.

#### **1.4.2. Приготовление 0,4 %-ного раствора антипирина в 40 %-ном растворе серной кислоты**

Антипирин растирают в ступке. Взвешивают (2,00±0,01) г измельченного антипирина в химическом стакане вместимостью 500 см<sup>3</sup> и добавляют 383 см<sup>3</sup> 40 %-ной серной кислоты (498 г). Раствор тщательно перемешивают и переносят в склянку с притертым пробкой.

#### **1.4.3. Приготовление 5 %-ного раствора уксусной кислоты**

5 %-ный раствор уксусной кислоты приготавливают, добавляя к 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды 5 см<sup>3</sup> уксусной кислоты.

#### **1.4.4. Приготовление 0,5 %-ного раствора диацетилмонооксима в 5 %-ном растворе уксусной кислоты**

Взвешивают (1,00±0,01) г диацетилмонооксима и растворяют его в 198 см<sup>3</sup> (199 г) 5 %-ной уксусной кислоты.

#### **1.4.5. Приготовление 20 %-ного раствора трихлоруксусной кислоты**

На весах отвешивают 100 г кристаллической трихлоруксусной кислоты с погрешностью 0,01 г, растворяют в 400 г дистиллированной воды.

#### **1.4.6. Приготовление основного и рабочих растворов карбамида**

##### **1.4.6.1. Приготовление основного раствора карбамида массовой концентрации 10 мг/см<sup>3</sup>**

Взвешивают 1,000 г карбамида и с помощью дистиллированной воды без потерь переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Тщательно перемешивают до полного растворения навески и доводят объем до метки дистиллированной водой. 1 см<sup>3</sup> этого раствора содержит 10 мг карбамида.

##### **1.4.6.2. Приготовление рабочего раствора карбамида массовой концентрации 0,1 мг/см<sup>3</sup>**

Отбирают пипеткой 1 см<sup>3</sup> основного раствора карбамида, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объем дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. 1 см<sup>3</sup> рабочего раствора содержит 0,1 мг карбамида.

##### **1.4.6.3. Приготовление серии рабочих растворов различной концентрации**

В сухие пробирки или колбочки пипеткой помещают 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0 см<sup>3</sup> рабочего раствора (см. 1.4.6.2), т. е. соответственно 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9; 1,0 мг карбамида и в каждую добавляют дистиллированную воду до объема 10 см<sup>3</sup> в соответствии с требованиями таблицы.

##### **1.4.6.4. Построение градуировочного графика**

В конические колбы с притертыми пробками вместимостью 25 см<sup>3</sup> приливают пипеткой по 1 см<sup>3</sup> рабочих растворов, приготовленных по п. 1.4.6.3, и добавляют по 4 см<sup>3</sup> 0,4 %-ного раствора антипирина в 40 %-ном растворе серной кислоты (п. 1.4.2), по 4 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и по 1 см<sup>3</sup> 0,5 %-ного раствора диацетилмонооксима в 5 %-ном растворе уксусной кислоты (п. 1.4.4). Контрольную пробу готовят в конической колбе параллельно с рабочими растворами, заменив 1 см<sup>3</sup> рабочего раствора на 1 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

| Номер колбы, пробирки | Объем рабочего раствора карбамида, см <sup>3</sup> | Объем добавляемой дистиллированной воды, см <sup>3</sup> | Концентрация карбамида в растворе, мг/см <sup>3</sup> |
|-----------------------|--|--|---|
| 1                     | 2,00   | 8,00   | 0,02  |
| 2                     | 3,00   | 7,00   | 0,03  |
| 3                     | 4,00   | 6,00   | 0,04  |
| 4                     | 5,00   | 5,00   | 0,05  |
| 5                     | 6,00   | 4,00   | 0,06  |
| 6                     | 7,00   | 3,00   | 0,07  |
| 7                     | 8,00   | 2,00   | 0,08  |
| 8                     | 9,00   | 1,00   | 0,09  |
| 9                     | 10,00  | —  | 0,10  |

Полученные рабочие растворы и контрольную пробу термостатируют при температуре  $(100\pm5)$  °С в течение  $(50\pm5)$  мин.

Содержимое колб окрашивается в желтый цвет различной интенсивности в зависимости от содержания карбамида. Оптическую плотность растворов определяют на фотоэлектроколориметре в кюветах с рабочей длиной 3—5 мм при длине волны  $(490\pm10)$  нм через 0,5—2 ч после термостатирования, по сравнению с контрольной пробой.

Для каждой пробы одной и той же концентрации определяют среднее значение результатов оптической плотности ( $D$ ) трех измерений.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс значение концентрации карбамида в  $\text{мг}/\text{см}^3$  в рабочих растворах, а по оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

Градуировочный график используют для определения массовой доли карбамида в фильтрате, извлеченном из навески кормовой муки.

#### 1.5. Проведение испытания

1.5.1. Навеску рыбной муки в количестве  $(4,0\pm0,1)$  г взвешивают в конической колбе вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , мерным цилиндром добавляют  $50 \text{ см}^3$  дистиллированной воды и встряхивают на аппарате в течение 55—60 мин. После этого к ней мерным цилиндром приливают  $10 \text{ см}^3$  20 %-ного раствора трихлоруксусной кислоты (п. 1.4.5). Через каждые 20—30 мин содержимое колбы фильтруют. Колбу и фильтр промывают дистиллированной водой из цилиндра три раза по  $10 \text{ см}^3$ . Фильтрат собирают в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  и доводят объем до метки дистиллированной водой. В две колбы (для параллельного определения) с притертymi пробками вместимостью  $10\text{--}25 \text{ см}^3$  пипетками вместимостью 1 и  $5 \text{ см}^3$  набирают, соответственно,  $1 \text{ см}^3$  фильтрата,  $4 \text{ см}^3$  0,4 %-ного раствора антипирина в 40 %-ном растворе серной кислоты (п. 1.4.2),  $4 \text{ см}^3$  дистиллированной воды,  $1 \text{ см}^3$  0,5 %-ного раствора диацетилмонооксима в 5 %-ном растворе уксусной кислоты (п. 1.4.4). Параллельно готовят контрольную пробу, заменяя  $1 \text{ см}^3$  фильтрата на  $1 \text{ см}^3$  дистиллированной воды. Приготовленные в двух колбах растворы и контрольную пробу термостатируют, после чего определяют их оптическую плотность на фотоэлектроколориметре.

По полученному значению оптической плотности с помощью градуировочного графика находят массовую концентрацию карбамида в растворах ( $\text{мг}/\text{см}^3$ ).

#### 1.6. Обработка результатов

Массовую долю карбамида в кормовой муке ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{c \cdot V \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где  $c$  — концентрация карбамида, найденная по градуировочному графику,  $\text{мг}/\text{см}^3$ ;

$V$  — общий объем фильтрата,  $\text{см}^3$ ;

$m$  — масса навески кормовой муки, взятой для испытания, г;

1000 — коэффициент пересчета миллиграммов в граммы.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,01 %.

Расхождение между контрольными анализами разных лабораторий не должно превышать 0,05 %.

## 2. РАСЧЕТ СЫРОГО ПРОТЕИНА С УЧЕТОМ МАССОВОЙ ДОЛИ КАРБАМИДА

Расчет основан на определении разности между общим азотом, определяемом по ГОСТ 7636, и азотом карбамида в процентах и последующем пересчете разницы на сырой протеин.

Азот карбамида определяют, умножая массовую долю карбамида ( $X$ ) на коэффициент 0,46, учитывающий содержание азота в 1 г/моль карбамида.

Содержание сырого протеина в процентах с учетом введенного карбамида определяют, умножая полученную разность между общим азотом и азотом карбамида на коэффициент 6,25.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

### 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством рыбного хозяйства СССР

#### РАЗРАБОТЧИКИ

М.Д. Мукатова, канд. техн. наук; С.Ю. Дубровин, канд. техн. наук; А.Д. Попов; Д.В. Николаев

### 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 21.07.92 № 746

### 3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

### 4. Срок проверки — 1998 год, периодичность проверки — 5 лет

### 5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД,<br>на который дана ссылка | Номер пункта | Обозначение НТД,<br>на который дана ссылка | Номер пункта |
|--|--------------|--|--------------|
| ГОСТ 61—75                                 | 1.3          | ГОСТ 12026—76                              | 1.3          |
| ГОСТ 1770—74                               | 1.3          | ГОСТ 13496.0—80                            | 1.2          |
| ГОСТ 3309—84                               | 1.3          | ГОСТ 24104—88                              | 1.3          |
| ГОСТ 4204—77                               | 1.3          | ГОСТ 25336—82                              | 1.3          |
| ГОСТ 6691—77                               | 1.3          | ГОСТ 28498—90                              | 1.3          |
| ГОСТ 6709—72                               | 1.3          | ГОСТ 29227—91                              | 1.3          |
| ГОСТ 7636—85                               | 2            | ГОСТ 29251—91                              | 1.3          |
| ГОСТ 9147—80                               | 1.3          | Ф. Ст. 42—2438—86                          | 1.3          |

### 6. ПЕРЕИЗДАНИЕ

## СОДЕРЖАНИЕ

|                 |  |    |
|-----------------|--|----|
| ГОСТ 10.16—70   | Плавники акул сушеные, поставляемые для экспорта. Технические условия . . . . .  | 3  |
| ГОСТ 2116—82    | Мука кормовая из рыбы, морских млекопитающих, ракообразных и беспозвоночных.<br>Технические условия . . . . .  | 5  |
| ГОСТ 18170—72   | Пат жемчужный. Технические условия . . . . .   | 9  |
| ГОСТ 20414—93   | Кальмар и каракатица мороженые. Технические условия . . . . .  | 14 |
| ГОСТ 20845—75   | Креветки мороженые. Технические условия . . . . .  | 19 |
| ГОСТ 22455—77   | Мука и крупка кормовая водорослевая. Технические условия . . . . .   | 23 |
| ГОСТ 24645—81   | Паста белковая мороженая «Океан». Технические условия . . . . .  | 27 |
| ГОСТ 29136—91   | Мука кормовая из рыбы, морских млекопитающих, ракообразных и беспозвоночных.<br>Метод определения токсичности . . . . .  | 31 |
| ГОСТ 29276—92   | Консервы рыбные для детского питания. Технические условия . . . . .  | 36 |
| ГОСТ Р 50032—92 | Мука кормовая из рыбы, морских млекопитающих, ракообразных и беспозвоночных.<br>Методы определения массовой доли карбамида и расчета сырого протеина<br>с учетом массовой доли карбамида . . . . . | 41 |

**Рыба и рыбные продукты**

**ПРОЧИЕ ПИЩЕВЫЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ПРОДУКТЫ  
РЫБНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ**

**Технические условия. Методы анализа**

**БЗ 6—97**

Редактор *P.C. Федорова*  
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*  
Корректор *О.В. Ковш*  
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95.

Сдано в набор 10.03.98.

Подписано в печать 06.05.98.

Формат 60×84<sup>1</sup>/8

Бумага типографская. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 5,12. Уч.-изд. л. 4,30. Тираж 1400 экз.  
Изд. № 2117/2. С468. Зак. 674.

---

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
Набрано в Издательстве на ПЭВМ  
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.  
ПЛР № 040138