ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53600— 2009

СЕМЕНА МАСЛИЧНЫЕ, ЖМЫХИ И ШРОТЫ

Определение влаги, жира, протеина и клетчатки методом спектроскопии в ближней инфракрасной области

Издание официальное

БЗ 10—2009/687

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

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 Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт жиров» Российской Академии сельскохозяйственных наук (ВНИИЖ)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 238 «Масла растительные и продукты их переработки»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 декабря 2009 г. № 913-ст

4 В настоящем стандарте учтены основные нормативные положения Американского стандарта химиков-жировиков AOCS Am 1-92, проверен 2009, «Определение масличности, содержания влаги и летучих веществ, и протеина методом ИК-спектроскопии в ближней инфракрасной области» (AOCS Am 1-92, reapproved 2009 «Determination of Oil, Moisture and Volatile Matter, and Protein by Near-Infrared Reflectance», NEQ)

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 Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2010

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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Сущность метода . . . 2
4 Условия проведения измерений . . . 2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы . . . 2
6 Подготовка к измерению . . . 2
7 Выполнение измерений . . . 3
8 Обработка результатов . . . 4
9 Метрологические характеристики метода . . . 4
10 Требования безопасности при проведении работ . . . 5
11 Требования к квалификации оператора . . . 5
Приложение А (справочное) Основные технические характеристики ИК-анализаторов, с помощью которых проводились испытания и оценка метрологических характеристик . . . 6

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СЕМЕНА МАСЛИЧНЫЕ, ЖМЫХИ И ШРОТЫ

Определение влаги, жира, протеина и клетчатки методом спектроскопии в ближней инфракрасной области

Oilseeds, oilcakes and oilmeals.
Determination of moisture, oil, protein and fiber by near-infrared reflectance

Дата введения — 2011—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на масличные семена, жмыхи и шроты и устанавливает метод спектроскопии в ближней инфракрасной области для одновременного определения следующих показателей качества:

- массовой доли жира (в диапазоне измерений от 1 % до 60 %);
- массовой доли влаги и летучих веществ (в диапазоне измерений от 1 % до 18 %);
- массовой доли протеина (в диапазоне измерений от 5 % до 80 %);
- массовой доли клетчатки (в диапазоне измерений от 5 % до 35 %).

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 Кьельдаля

ГОСТ Р 52839—2007 Корма. Методы определения содержания сырой клетчатки с применением промежуточной фильтрации

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

ГОСТ 10852—86 Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 10856—96 Семена масличные. Метод определения влажности

ГОСТ 10857—64 Семена масличные. Методы определения масличности

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 содержания сырого жира

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

ГОСТ 13979.1—68 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Методы определения влаги и летучих веществ

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 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 заменяющим (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 Сущность метода

Метод основан на регистрации спектров отражения анализируемых проб в ближней инфракрасной области (800 — 2500 нм) и определении в них массовых долей влаги и летучих веществ, жира, протеина и клетчатки. Расчет значений показателей производится по заранее созданным градуировочным моделям.

4 Условия проведения измерений

4.1 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.

4.2 При проведении градуировки ИК-анализатора и выполнении текущих анализов используют однотипное измельчающее устройство и точно соблюдают методику измельчения проб, так как размер частиц существенно влияет на результат измерений.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

5.1 ИК-анализатор для регистрации спектров отражения в ближней инфракрасной области (800 — 2500 нм) с индикацией результатов на экране персонального компьютера или дисплее прибора и с предусмотренной в некоторых моделях распечаткой результатов на встроенном принтере.

5.2 Измельчающее устройство, обеспечивающее размол семян, жмыхов и шротов до полного прохода через сито с размером ячеек 1 мм.

5.3 Ступка фарфоровая с пестиком.

5.4 Контейнеры (банки) стеклянные или пластмассовые с герметично закрывающимися крышками любого типа, вместимостью не менее 250 $см^3$.

5.5 Ткань мягкая хлопчатобумажная.

5.6 Кисти малярные мягкие плоские, с шириной рабочей части (20 — 25 мм).

5.7 Сито лабораторное с размером ячеек 1 мм по документу, в соответствии с которым оно изготовлено.

6 Подготовка к измерению

6.1 Отбор проб

6.1.1 Отбор проб масличных семян — по ГОСТ 10852, жмыхов и шротов — по ГОСТ 13979.0.

6.1.2 Масса пробы, отобранной для анализа, должна быть не менее 250 г. Пробу помещают в герметично закрывающуюся тару.

6.2 Подготовка ИК-анализатора к работе

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

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

6.3 Градуировка ИК-анализатора

Градуировочные модели рассчитывают с помощью многофакторного анализа по спектрам градуировочных образцов с известными значениями определяемых параметров в соответствии с руководством по эксплуатации ИК-анализатора и программного обеспечения.

Градуировочные образцы представляют собой образцы семян масличных культур, жмыхов и шротов с известными значениями массовых долей влаги и летучих веществ, жира, протеина и клетчатки, установленными следующими стандартными методами:

ГОСТ 10856 Семена масличные. Метод определения влажности;

ГОСТ 10857 Семена масличные. Методы определения масличности;

ГОСТ 13496.4 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания азота и сырого протеина;

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

ГОСТ 13979.1 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Методы определения содержания влаги и летучих веществ;

ГОСТ Р 51417 (ИСО 5983:97) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Определение массовой доли азота и вычисление массовой доли сырого протеина. Метод Кьельдаля;

ГОСТ Р 52839 Корма. Методы определения содержания сырой клетчатки с применением промежуточной фильтрации.

Определение массовых долей протеина и клетчатки в семенах для целей градуировки ИК-анализатора проводят по ГОСТ 13496.4 и ГОСТ Р 52839 соответственно, при этом анализ выполняется в пробе, очищенной от сорной примеси, с последующим пересчетом результата на фактическую засоренность.

Для градуировки ИК-анализатора по каждому показателю используют не менее 40 градуировочных образцов. Образцы подбирают таким образом, чтобы значения массовых долей анализируемого показателя в наборе для градуировки равномерно распределялись по всему диапазону измерений. Значение коэффициента корреляции градуировочной модели должно составлять не менее 0,8.

Подготовка образцов для градуировки ИК-анализатора выполняется в соответствии с 7.1.

6.4 Проверка правильности градуировки

Проверку осуществляют по 10 образцам, не использовавшимся в построении градуировки, с известными значениями анализируемых показателей, установленными стандартными методами. Рассчитывают расхождение между показаниями ИК-анализатора и значением, определенным стандартным методом. Среднее значение отклонения ΔX вычисляют по формуле

$$\Delta X = \frac{\sum |X_{ик} - X_{ст}|}{n}, \quad (1)$$

где $X_{ик}$ — значение показателя, полученное методом ИК-спектроскопии;

$X_{ст}$ — значение показателя, полученное стандартным методом;

n — количество образцов, использованных для проверки градуировки (10).

Значение ΔX не должно превышать погрешности стандартного метода. Если это условие не соблюдается, то градуировку дополняют новыми образцами или выполняют заново.

Проверку правильности градуировки проводят непосредственно после выполнения градуировки, а в дальнейшем — периодически, в соответствии с программой производственного контроля.

7 Выполнение измерений

7.1 Подготовка проб к измерению

7.1.1 Температура пробы должна соответствовать температуре окружающей среды, указанной в 4. В случае, если температура пробы отличается от указанной в 4, пробу выдерживают при температуре (15 — 30) °С в течение не менее 1 ч. Затем перемешивают в сосуде легкими движениями, не перетирая. Перемешанную пробу хранят при температуре (15 — 30) °С — не более четырех дней.

7.1.2 Пробу масличных семян для определения массовых долей жира, протеина и клетчатки перед измельчением следует вручную очистить от сорной примеси. Пробу для определения массовой доли влаги и летучих веществ отбирают отдельно, не удаляя из нее сорную примесь. Пробу семян измельчают порциями в измельчающем устройстве в течение 15 с, используя первую порцию помола для «промасливания» измельчающего устройства и отбрасывая ее. После измельчения каждой порции часть ее с крышки и стенок измельчающего устройства осторожно собирают в тару для пробы. Неразмолотый остаток дополнительно измельчают в течение 15 с, повторяя эту процедуру до тех пор, пока при визуальном осмотре остатка не перестанут наблюдаться частицы размером, превышающим 1 мм в любом линейном измерении. Следует избегать нагревания измельчающего устройства, делая перерывы в работе для его охлаждения.

Пробу жмыхов или шротов в случае, если они находятся в виде твердых кусков или гранул, предварительно измельчают в ступке с помощью пестика, а затем окончательно измельчают в измельчающем устройстве порциями по (5 — 7) г в течение 15 с. Сыпучие образцы измельчают в измельчающем устройстве без предварительной подготовки. Допускается измерение показателей в мелкосеменных масличных культурах (горчице, рапсе, кунжуте, амаранте и др.) без измельчения, если градуировка прибора для этих культур была выполнена аналогичным образом. Измельченный материал помещают во влагонепроницаемый контейнер и выдерживают в нем около 1 ч для достижения температуры помещения.

Хорошо перемешанную анализируемую пробу загружают шпателем в кювету в соответствии с инструкцией к прибору и слегка уплотняют ее, при этом ее необходимо помещать в измерительную кювету таким же образом, как это делалось при регистрации спектров градуировочных образцов — плотность упаковки материала в кювете оказывает большое влияние на интенсивность ИК-спектров.

Примечание — Не допускается насыпать пробу из сосуда, так как это приводит к гравитационному разделению фракций и уменьшает точность анализа.

7.2 Выполнение измерений

Измерения производят сразу после заполнения кюветы в соответствии с инструкцией по эксплуатации ИК-анализатора. Для повышения достоверности получаемого результата выполняют три измерения на каждой пробе. Каждую порцию исследуемой пробы загружают в прибор для измерений однократно.

8 Обработка результатов

8.1 Обработка результатов измерений производится автоматически.

Массовую долю измеряемого показателя (кроме влаги) в пересчете на абсолютно сухое вещество X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{X \cdot 100}{100 - W}, \qquad (2)$$

где X — массовая доля измеряемого показателя, соответствующая показанию прибора, %;

W — массовая доля влаги и летучих веществ, %.

8.2 За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое трех параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости по 9.1.

Полученный результат округляют до первого десятичного знака.

9 Метрологические характеристики метода

9.1 Приемлемость результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Расхождение между максимальным и минимальным результатами трех измерений, выполненных одним методом, на идентичных анализируемых объектах, в одной лаборатории, одним оператором, с использованием одного оборудования, за короткий промежуток времени, при доверительной вероятности $P = 0,95$, не должно превышать значений критических диапазонов для $n = 3$, $CR_{0,95}(3)$, приведенных в таблице 1.

9.2 Приемлемость результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение между средними значениями результатов измерений, полученными в двух различных лабораториях, выполненных одним методом, на идентичных анализируемых объектах, разными операторами, с использованием различного оборудования, при доверительной вероятности $P = 0,95$, не должно превышать значений критических разностей $CD_{0,95}$, приведенных в таблице 1.

9.3 Показатели точности и прецизионности

Показатели точности и прецизионности измерений массовой доли контролируемых показателей при $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

Таблица 1 — В процентах

Определяемый показатель	Диапазон измерений	Границы абсолютной погрешности ± Δ	Критический диапазон $CR_{0,95}(3)$, ($n = 3$)	Критическая разность $CD_{0,95}$, ($n_1 = n_2 = 3$)
Массовая доля влаги и летучих веществ	От 1 до 8 включ.	0,3	0,2	0,4
	Св. 8 до 18 включ.	0,5	0,4	0,8
Массовая доля сырого жира	От 1 до 5 включ.	0,4	0,3	0,6
	Св. 5 до 20 включ.	1,0	0,7	1,4
	Св. 20 до 40 включ.	1,5	1,1	2,2
	Св. 40 до 60 включ.	2,0	1,4	2,8

Окончание таблицы 1

Определяемый показатель	Диапазон измерений	Границы абсолютной погрешности ± Δ	Критический диапазон $CR_{0,95}$ (3), (n = 3)	Критическая разность $CD_{0,95}$, ($n_1 = n_2$ = 3)
Массовая доля сырого протеина	От 5 до 20 включ.	0,7	0,5	1,0
	Св. 20 до 40 включ.	1,2	0,9	1,8
	Св. 40 до 80 включ.	1,6	1,1	2,2
Массовая доля сырой клетчатки	От 5 до 10 включ.	1,5	1,1	2,2
	Св. 10 до 35 включ.	2,5	1,8	3,6

Примечание — Оценка метрологических характеристик метода выполнялась с помощью ИК-анализаторов, основные технические характеристики которых приведены в приложении А[1].

10 Требования безопасности при проведении работ

Требования электробезопасности при работе с приборами — по ГОСТ 12.2.007.0—75.

11 Требования к квалификации оператора

К работе на ИК-анализаторе допускаются лица, прошедшие обучение работе на приборе и инструктаж по технике безопасности.

[1] Данная информация приводится для удобства пользователей настоящего стандарта.

Приложение А
(справочное)

Основные технические характеристики ИК-анализаторов, с помощью которых проводились испытания и оценка метрологических характеристик

№ п/п	Наименование средства измерений	Основные нормируемые метрологические характеристики	Номер по Госреестру
1	Анализатор инфракрасный ИНФРАСКАН ООО «Экан»	Диапазон длин волн 1400 — 2400 нм Монохроматор — дифракционная решетка Абсолютная погрешность измерения коэффициентов диффузного отражения ± 5 % Абсолютная погрешность установки длин волн ± 5 нм СКО случайной составляющей измерения коэффициента диффузного отражения 0,5 % СКО случайной составляющей погрешности установки длин волн 1 нм	30434—05
2	ИК Фурье-спектрометр MPA (или ИК Фурье спектрометры серии MATRIX) Bruker Optics	Спектральный диапазон интегрирующей сферы 780—2770 нм (12800—3600 $см^{-1}$) Максимальное спектральное разрешение 2,0 $см^{-1}$ Воспроизводимость волнового числа (по парам воды атмосферы) 0,05 $см^{-1}$ Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел - по парам воды атмосферы ± 0,1 $см^{-1}$ - по специальному стеклянному фильтру BRM 2065 ± 0,6 $см^{-1}$ Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений по фотометрической шкале ± 0,5 % Максимальная скорость сканирования 1,4—25,5 мм/с	24470–08

УДК 665.335.4.001.4:006.354 ОКС 67.200.20 Н69 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: семена масличные, жмыхи и шроты, метод ИК-спектроскопии в ближней инфракрасной области, условия определения, подготовка пробы, требования безопасности, выражение результатов

Редактор *М.Е. Никулина*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 01.04.2010. Подписано в печать 13.04.2010. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,80. Тираж 191 экз. Зак. 296.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru