ГОСТ 30812—2002

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Сырье и продукты пищевые

МЕТОД ИДЕНТИФИКАЦИИ ИКРЫ РЫБ СЕМЕЙСТВА ОСЕТРОВЫХ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 300 «Рыбные продукты пищевые, кормовые, технические и упаковка», Астраханским учреждением «Каспийский научно-исследовательский и аналитический центр рыбной промышленности» (Каспрыбтестцентр), Центром международного сотрудничества по проблемам окружающей среды Российской Академии наук (ИНЭНКО) и Всероссийским научно-исследовательским инетитутом рыбного хозяйства и океанографии (ВНИРО)

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 21 от 30 мая 2002 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 9 января 2003 г. № 1-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 30812—2002 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2004 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2012 г.

© ИПК Издательство стандартов, 2002
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2012

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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

Сырье и продукты пищевые

МЕТОД ИДЕНТИФИКАЦИИ ИКРЫ РЫБ СЕМЕЙСТВА ОСЕТРОВЫХ

Raw material and food-stuffs. Method for identification of sturgeons caviar

Дата введения 2004—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на икру рыб семейства осетровых (Acipenseridae) и устанавливает метод ее идентификации по морфологическим признакам в сырье, полуфабрикатах, икорных продуктах.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1625—89 Формалин технический. Технические условия

ГОСТ 2874—82* Вода питьевая. Гигиенические требования и контроль за качеством

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 9284—75 Стекла предметные для микропрепаратов. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 21240—89 Скальпели и ножи медицинские. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 21241—89 Пинцеты медицинские. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 31339—2006 Рыба, нерыбные объекты и продукция из них. Правила приемки и методы отбора проб

3 Определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **идентификация икры рыб семейства осетровых:** Процедура, посредством которой определяется принадлежность рассматриваемых объектов к икре рыб семейства осетровых на основании изучения комплекса их морфологических макро- и микроструктурных признаков.

3.2 **икра:** Продукт, получаемый из ястыка рыб или икры-зерна.

Примечание — Под ястыком понимают яичник рыбы самки с икрой, под икрой-зерном — икру, освобожденную от соединительной ткани.

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51232—98.

Издание официальное

3.3 **ястычная икра:** Икра, приготовленная из нарезанных на куски ястыков осетровых рыб, в соленом виде.

3.4 **зернистая икра:** Икра, приготовленная из икры-зерна осетровых рыб, обработанная поваренной солью.

3.5 **пастеризованная икра:** Икра, приготовленная из икры-зерна осетровых рыб, обработанная поваренной солью, фасованная в герметично укупоренную тару и пастеризованная.

3.6 **паюсная икра:** Икра, приготовленная из икры-зерна осетровых рыб посолом в подогретом насыщенном растворе поваренной соли с последующим прессованием до однородной сплошной массы.

3.7 **полупаюсная икра:** Икра, приготовленная из икры-зерна осетровых рыб посолом в подогретом насыщенном растворе поваренной соли с последующим отжимом до образования сплошной вязкой массы.

4 Средства контроля, вспомогательные устройства и реактивы

4.1 Аппаратура, реактивы, материалы

Для проведения идентификации используют:

- микроскоп стереоскопический МБС-9 по нормативному документу;
- электроплитки бытовые по ГОСТ 14919;
- стаканы стеклянные В-1-100 ТХС, В-1-250 ТХС по ГОСТ 25336;
- стекло предметное по ГОСТ 9284;
- термометр жидкостный стеклянный с ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498;
- пинцет и шпатель медицинские по ГОСТ 21241;
- скальпель медицинский по ГОСТ 21240;
- капельницу по ГОСТ 25336;
- секундомеры механические по нормативным документам;
- кипятильник электрический;
- ключ для вскрытия банок;
- воду питьевую по ГОСТ 2874;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- формалин технический по ГОСТ 1625;
- банки для медикаментов;
- иглы препаровальные;
- лезвия безопасной бритвы;
- кисть художественную мягкую № 1.

4.2 Допускается применение аналогичных средств измерения с метрологическими характеристиками, оборудования с техническими характеристиками и реактивов квалификации не ниже указанных в настоящем стандарте.

5 Порядок подготовки к проведению идентификации

5.1 Отбор проб

Отбор проб проводят по ГОСТ 31339 или в соответствии с нормативными документами на данный вид продукции.

5.1.1 Отбор точечных проб

Из разных мест каждой вскрытой единицы транспортной тары с сырьем, полуфабрикатом, икорной продукцией, отобранной в соответствии с 5.1, отбирают точечные пробы.

5.1.2 Выделение средней пробы

Масса средней пробы должна быть от 5 до 10 г.

5.1.2.1 Для икры-сырца, полуфабриката, зернистой икры отбирают точечные пробы (икринки) из различных мест каждой отобранной тары, из которых составляют среднюю пробу.

5.1.2.2 Для паюсной, полупаюсной, ястычной икры отбирают точечные пробы (в виде кубика со стороной не более 1 см) из различных мест каждой отобранной тары, из которых составляют среднюю пробу.

5.1.3 Отбор проб проводят с помощью ложек, скальпелей, пинцетов или шпателей.

5.2 При направлении проб для идентификации в лабораторию (центр) или на случай разногласий часть средней пробы помещают в стеклянную банку и заливают водным раствором формалина массовой долей 10 %. Объемное соотношение пробы икры и раствора формалина должно быть не менее 1 : 10. Банку с пробой укупоривают, а при необходимости герметично укупоривают, опечатывают или опломбировывают.

5.3 Проба для лабораторных испытаний должна быть направлена в лабораторию (центр) с актом отбора, в котором указывают:

- порядковый номер пробы;
- наименование и сорт (при наличии сортов) продукта;
- дату изготовления;
- наименование и местонахождение (юридический адрес) предприятия-изготовителя или отправителя;
- обозначение нормативного документа;
- сведения о сертификации (при их наличии);
- дату и место отбора пробы;
- номер партии;
- номер ассортиментного знака и (или) номер предприятия-изготовителя (при их наличии);
- номер единицы тары, из которой отобрана средняя проба;
- цель испытаний;
- фамилии и должности лиц, отобравших пробу.

5.4 Проба в растворе формалина может храниться в лаборатории (центре) при комнатной температуре в течение нескольких лет.

5.5 Подготовка к идентификации

5.5.1 Подготовка посуды

Вся посуда для проведения идентификации должна быть тщательно вымыта и высушена.

5.6 Подготовка пробы к идентификации

5.6.1 Часть средней пробы, отобранной в соответствии с 5.1.2, в виде отдельных икринок или кубиков помещают в стакан с кипящей водой. Объемное соотношение пробы и воды должно быть не менее 1 : 40. Кипятят пробу от 1,5 до 2,5 мин.

В результате кипячения содержимое икринок коагулирует, после чего они легко разрезаются.

Допускается кипячение пробы икры проводить в закрывающейся ложке для заваривания чая и нагревать воду с помощью электрокипятильника.

5.6.2 При фиксировании пробы в растворе формалина кипячение ее не проводят.

Раствор формалина из банки с пробой сливают. Пробу промывают большим объемом питьевой или дистиллированной воды.

5.6.3 После кипячения пробы или ее промывания от раствора формалина икринки разрезают скальпелем или лезвием безопасной бритвы по анимально-вегетативной оси или, если невозможно выявить расположение полюсов, в любом направлении на две половины.

Пробы паюсной, полупаюсной, ястычной икры рассекают так, чтобы получить тонкий срез-пластинку.

При определении микропилярных каналов (микропиле) у икринки находят анимальный полюс. Для удаления фолликулярной и соединительно-тканной оболочек поверхность икринки у анимального полюса осторожно протирают кистью. Лезвием бритвы отделяют верхнюю часть анимальной области так, чтобы анимальный полюс был посередине. В срезанную часть икринки между оболочкой и цитоплазмой вводят препаровальную иглу и, проводя иглой по окружности, отделяют цитоплазму от оболочки. В случае, если внутри оболочки икринки сохраняются остатки цитоплазмы, их счищают мягкой кистью, предварительно смоченной в воде.

5.6.4 Подготовленные срезы или оболочки помещают на часовое или предметное стекло (оболочки — внутренней стороной вверх) и рассматривают их под бинокуляром в капле воды.

6 Проведение идентификации

Процедура идентификации заключается в сличении морфологических признаков исследуемого объекта с характеристиками показателей, приведенных в определительной таблице 1.

Таблица 1 — Определительная таблица для идентификации икры осетровых рыб

Наименование показателя	Макро- и микроструктурная характеристика		
	икры-сырца (икры-зерна)	полуфабриката, зернистой икры*	паюсной, полупаюсной, ястычной икры
Внешний вид икринки	Непрозрачные зерна. Форма зерна:		
	округлая или яйцевидная		вдавленная или угловатая.
	Может быть:		
		с незначительной вдавленностью	округлая у отдельных икринок.
	Цвет: неоднородный, разнообразных оттенков от бледно-желтого или светло-серого до серо-коричневого или черного.		
	Может быть у отдельных икринок мраморовидная окраска.		
	Полярность пигментации:		
	выражена ясно, различаются анимальный и вегетативный полюса	выражена слабо	неразличима или выражена слабо
Проба на фиксацию кипячением	Икринки уплотнены, легко разрезаются на части с сохранением структурных признаков; жидкость после кипячения остается неокрашенной		
Внешний вид цитоплазмы на срезе (после фиксации)	Непрозрачная; от матово-белого, янтарного, серо-желтого до темно-желтого цвета; с наличием или без наличия ядра.** Пигментный слой: равномерный или неравномерный по толщине. Пигментные гранулы локализованы преимущественно в периферическом слое, в некоторых образцах могут диффундировать в глубь цитоплазмы		
Внешний вид оболочки на срезе (после фиксации)	Прозрачная или полупрозрачная, многослойная		
Состояние цитоплазмы (после фиксации)	Однородная, заполняет все пространство внутри оболочки.	Однородная.	С частичным или полным нарушением однородности.
	Может быть:		
		отслаивание цитоплазмы от оболочек и заполнение образовавшихся полостей прозрачным или грязно-серым коллоидом	вытекание цитоплазмы через разрывы оболочек деформированных икринок
		наличие крупных и (или) мелких капель жира***	
Состояние оболочки (после фиксации)	Целая	Целая или с частичным нарушением целостности, набуханием и (или) расслоением	
Структурированность оболочки	Наличие поверхностной студенистой и двух радиальных оболочек (наружной и внутренней)*4		
Пигментация цитоплазмы	Пигмент располагается в периферическом слое и может диффундировать в глубь цитоплазмы		

Окончание таблицы 1

Наименование показателя	Макро- и микроструктурная характеристика		
	икры-сырца (икры-зерна)	полуфабриката, зернистой икры*	паюсной, полупаюсной, ястычной икры
Пигментация оболочки	Отсутствует		
Последовательность расположения морфологических структур икринки (от поверхности):			
пигментированной	Оболочка — пигментный слой — цитоплазма.		
непигментированной	Оболочка — цитоплазма		
Наличие микропилярных каналов	От одного до нескольких десятков в анимальной области икринки; наиболее вероятное число — от трех до десяти		

* Пастеризованная и непастеризованная икра.

** Отсутствие ядра у икринки не является признаком, относящим исследуемый образец к неосетровой икре.

*** Для икры и полуфабриката, прошедших тепловую обработку.

**** Рассмотреть все три оболочки удается не во всех пробах.

6.1 Выявление внешних признаков

6.1.1 Среднюю пробу, отобранную в соответствии с 5.1.2, рассматривают под бинокуляром при увеличении от 10× до 20×.

6.1.2 Принадлежность исследуемого объекта к икре осетровых рыб выявляют по следующим отличительным признакам (приложение А):

- размеру икринок, составляющих в диаметре обычно от 1,9 до 4,2 мм;
- неоднородности окраски икринки у анимального и вегетативного полюсов (вокруг анимального полюса может располагаться одно или несколько чередующихся темных и светлых колец); обычно более светлой анимальной части по сравнению с вегетативной; наличию у отдельных икринок светлого полярного пятна в центре анимального полюса в соответствии с рисунками А.1, А.2;
- непрозрачности икринок как у икры, содержащей пигмент меланин, так и непигментированной (из ястыков III стадии зрелости или от рыб-альбиносов), в соответствии с рисунком А.2;
- мраморподобной окраске икринок, встречающейся в икре-сырце и характерной для икры традиционных способов посола.

6.2 Выявление микроструктурных признаков

6.2.1 Среднюю пробу, отобранную в соответствии с 5.1.2 и подготовленную для идентификации согласно 5.6, рассматривают под бинокуляром при увеличении 32×, а в отдельных случаях при увеличении 56×.

6.2.2 Принадлежность исследуемого объекта к икре осетровых рыб выявляют по следующим микроструктурным признакам внутреннего строения (приложение А):

- наличию непрозрачной светлоокрашенной цитоплазмы, имеющей гомогенную мелкозернистую структуру; потемнению цитоплазмы в отдельных образцах икры-сырца, полуфабрикатов, готовой продукции; смещению пигмента или границы пигментного слоя в глубь цитоплазмы (вызывает эффект мраморподобной окраски икринки); инфильтрации жидкости под оболочку; образованию крупных жировых капель в соответствии с рисунками А.3—А.7;
- наличию пигмента, расположенного под оболочкой в периферическом слое цитоплазмы в виде темного кольца; в отдельных партиях икры-сырца, при хранении полуфабриката или технологической обработке может наблюдаться у икринок диффундирование пигмента в цитоплазму, разрывы пигментного слоя, смещение пигментного слоя от оболочки в соответствии с рисунками А.3, А.5, А.6, А.8;

- наличию ядра в виде более темного по сравнению с цитоплазмой образования округлой или веретенообразной формы, расположенного, по преимуществу, эксцентрично со смещением в сторону анимального полюса; степень смещения ядра зависит от стадии зрелости яичников; на поздних стадиях зрелости и у овулировавшей икры ядро как морфологическая структура исчезает; при отдельных видах технологической обработки икры-сырца установить наличие ядра на срезе икринки не представляется возможным (рисунки А.3, А.4—А.6);

- наличию многослойной прозрачной (полупрозрачной) оболочки, состоящей из студенистого слоя, наружного и внутреннего радиальных (желточных) слоев; многослойное строение оболочки наблюдают при варьировании угла падения света на препарат; при технологической обработке и (или) хранении икорных продуктов может наблюдаться расслоение, набухание, нарушение целостности оболочки, что представлено на рисунках А.5, А.6, А.8—А.10;

- наличию нескольких микропиле на анимальном полюсе икринки, которые четко различимы в икре-сырце, полуфабрикатах, а также готовой продукции, изготовленной из икры рыб, имеющих поздние стадии зрелости ястыков; микропиле различимы в виде темных или преломляющих свет точек при рассматривании препарата в проходящем свете, варьируя его направленность; на рисунке А.10 приведена схема расположения микропиле у икринок на анимальном полюсе.

6.2.2.1 Наличие ядра и микропиле у икринок являются дополнительными признаками, характеризующими исследуемый объект как икру осетровых рыб.

Наличие микропиле определяется в спорных случаях.

6.3 По морфологическим признакам икра осетровых рыб должна соответствовать характеристикам, указанным в таблице 1.

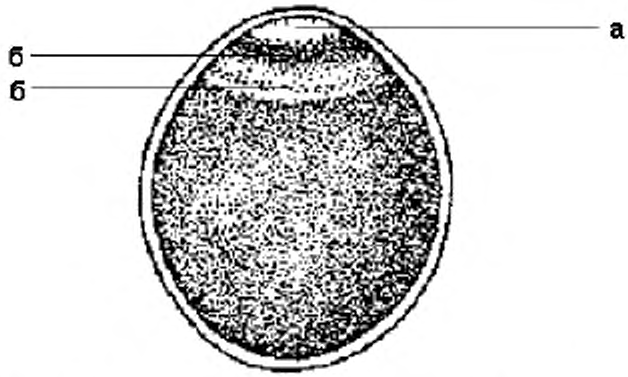
7 Обработка и оформление результатов идентификации

7.1 Результаты идентификации оценивают по каждой пробе отдельно.

7.2 Результаты идентификации проб сырья, полуфабрикатов, икорных продуктов сопоставляют с характеристиками показателей, приведенных в таблице 1, и оформляют протоколы в соответствии с приложением Б.

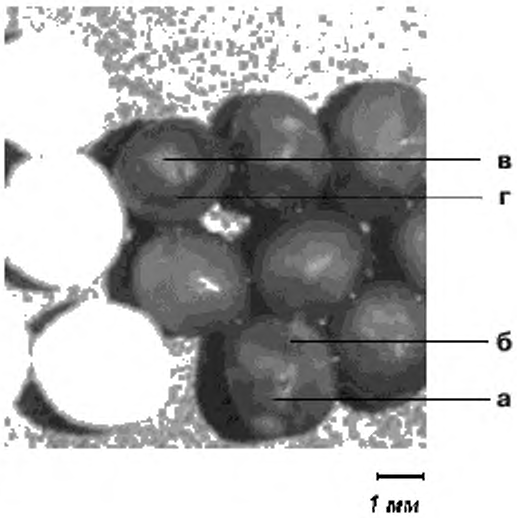
ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Микрофотографии срезов и схема строения икры осетровых рыб



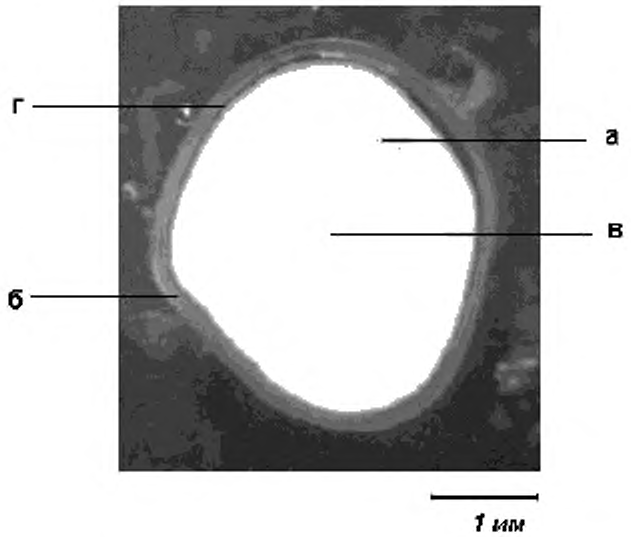
Различают: *а* – светлое полярное пятно в анимальной области; *б* – темные пигментные кольца

Рисунок А.1 — Внешний вид икринки белуги (схема) по [1]



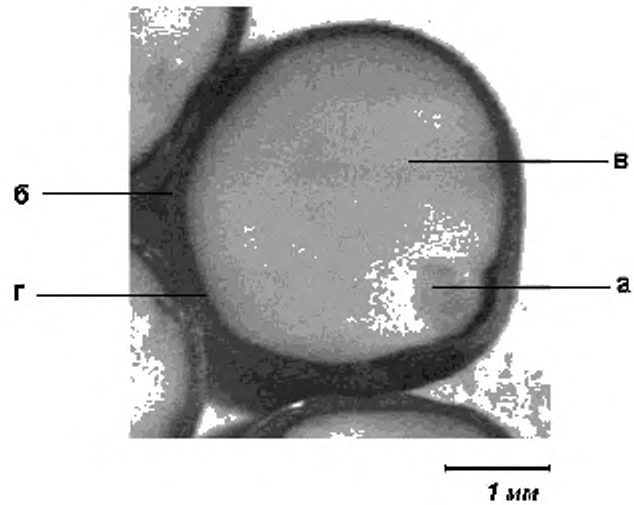
Различают, *а* – анимальную, *б* – вегетативную области икринки; *в* – светлое полярное пятно в анимальной области; *г* – пигментные кольца

Рисунок А.2 — Внешний вид пигментированных (справа) и непигментированных икринок русского осетра



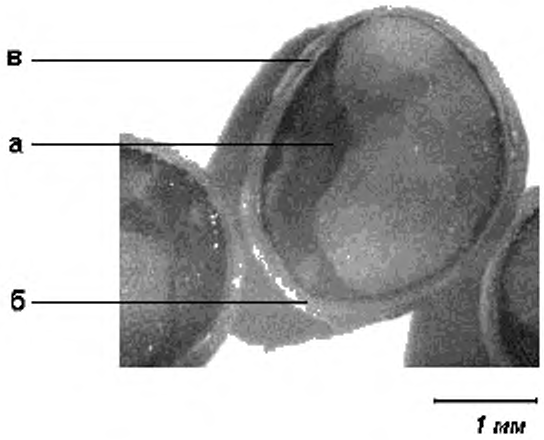
Различают морфологические структуры: *а* – ядро; *б* – оболочка, *в* – цитоплазма; *г* – расположение меланина в периферическом слое цитоплазмы

Рисунок А.3 — Срез икринки осетра (икра-сырец) из яичника IV стадии зрелости



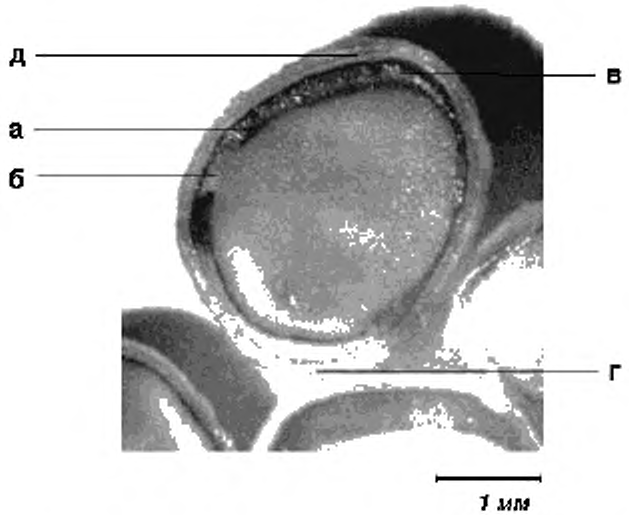
Различают морфологические структуры: *а* – ядро; *б* – оболочка, *в* – цитоплазма; *г* – расположение меланина в периферическом слое цитоплазмы

Рисунок А.4 — Срез икринки белуги (полуфабрикат после термической обработки)



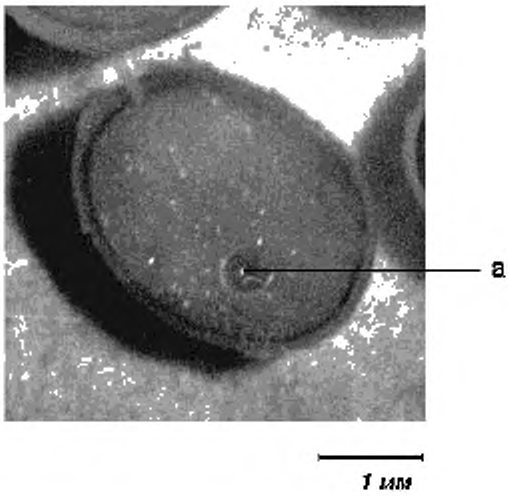
Заметно: *а* – нарушение поверхностного расположения пигмента и диффундирование его в глубь цитоплазмы; *б* – набухание оболочки; *в* – расслоение оболочки

Рисунок А.5 — Срез икринки русского осетра (икра зернистая пастеризованная)



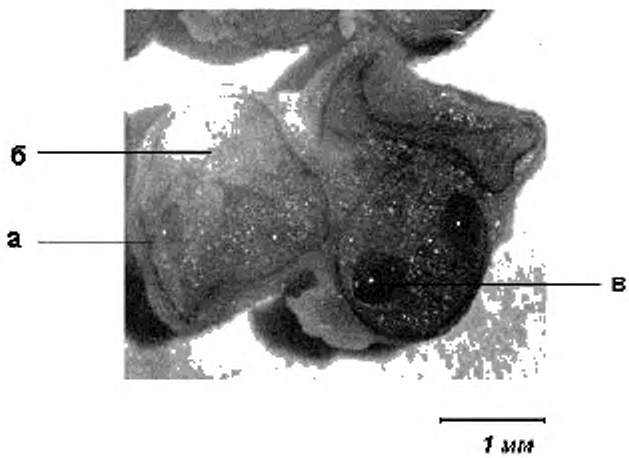
Заметны: *а* – смещение меланина в глубь цитоплазмы; *б* – разрывы пигментного слоя, вызывающие эффект мраморообразной окраски икринки; *в* – инфильтрация жидкости под оболочку; *г* – набухание оболочки; *д* – расслоение оболочки

Рисунок А.6 — Срез икринки белуги (икра зернистая)



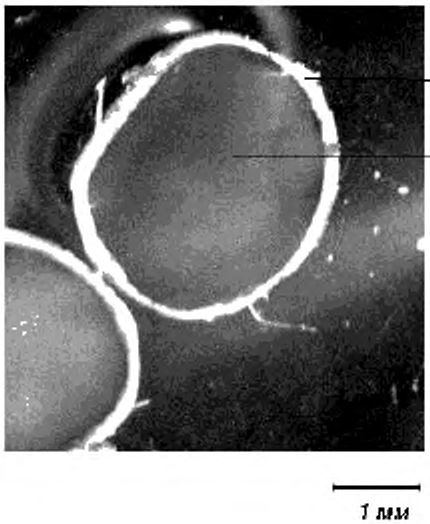
Заметны: *а* – крупная жировая капля в цитоплазме и потемнение цитоплазмы после технологической обработки икры-сырца

Рисунок А.7 — Срез икринки русского осетра из яичника III стадии зрелости (икра зернистая «Особая»)



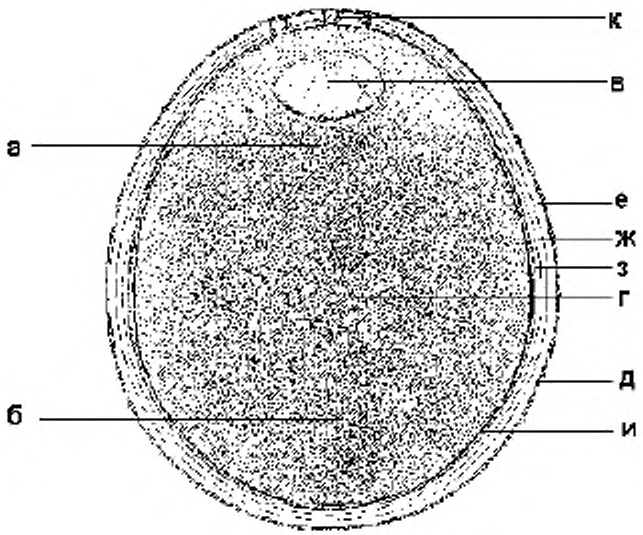
Икринки сильно деформированы с разрывами оболочки; различают: *а* – слой пигмента под оболочкой; *б* — цитоплазму; *в* — заметно появление крупных капель жира

Рисунок А.8 — Срез фрагмента паюсной икры



Различают: *а* — прозрачную оболочку; *б* — непрозрачную цитоплазму икринки

Рисунок А.9 — Тонкий срез икринки белуги в проходящем свете



Различают: *а* — анимальную область, *б* — вегетативную область, *в* — ядро; *г* — цитоплазму, *д* — фолликулярный эпителий, *е* — студенистую оболочку; *ж* — наружную радиальную и *з* — внутреннюю радиальную оболочки; *и* — пигментный слой; *к* — микропиле

Рисунок А.10 — Схема строения икринки осетровых рыб на срезе (разрез по анимально-вегетативной оси) по [2]

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)

Форма протокола идентификации образцов продукции

_____
наименование и реквизиты организации, проводящей идентификацию

П Р О Т О К О Л

идентификации образцов продукции

№_____ _____
порядковый номер дата

Наименование продукции и реквизиты маркировки _____

_____

_____

_____

Страна-изготовитель (поставщик)_____

Предъявитель образцов _____
наименование организации или Ф.И.О. частного лица,

_____
юридический адрес

Форма подачи заявки _____
письмо, телеграмма, факс, заявление и др.

_____
номер, дата

Акт отбора пробы _____
реквизиты акта отбора

_____

_____

Нормативный документ, регламентирующий проведение идентификации _____

_____

_____

Определительная таблица для идентификации

Наименование показателя	Макро- и микроструктурная характеристика Наименование вида сырья, полуфабриката, продукции
В соответствии с разделом 6 и таблицей 1	ТЕКСТ Заполняется по аналогии с характеристиками, приведенными в определительной таблице 1, на основании данных по идентификации рассматриваемого образца

Исследованием установлено, что _____
наименование исследуемого

_____ _____
образца продукции идентичен, неидентичен икре осетровых рыб

_____ _____ _____
руководитель (зам. руководителя) личная подпись расшифровка подписи

М.П.

_____ _____ _____
специалист, проводивший идентификацию личная подпись расшифровка подписи

Дата выдачи протокола «__» 200 г.

Копию протокола считать недействительной

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(справочное)

Перечень нормативных документов, действующих на территории Российской Федерации

ГОСТ Р 51232—98 Вода питьевая. Общие требования к организации и методам контроля качества

СанПиН 2.1.4.1074—2001 Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества

[1] Детлаф Т. А., Гинзбург А. С. Зародышевое развитие осетровых рыб. М., Издательство АН СССР. 1954

[4] Гинзбург А.С., Детлаф Т.А. Осетр Acipenser gueldenstaedti. Объекты биологии развития. М., Наука. 1975

УДК 664.955.2:006.354 МКС 67.120.30 Н29 ОКСТУ 9209

Ключевые слова: метод идентификации, икра осетровых рыб, морфологические признаки, характеристики, средства контроля, отбор проб, проведение идентификации

gost.e-ecolog.ru