МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32749— 2014

СЕМЕНА МАСЛИЧНЫЕ, ЖМЫХИ И ШРОТЫ

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

(AOCS Am 1-92, NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт жиров» (ФГБНУ «ВНИИЖиров»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 238 «Масла растительные и продукты их переработки»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 мая 2014 г. № 67-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 11 июня 2014 г. № 662-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32749—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2015 г.

5 Настоящий стандарт соответствует американскому стандарту AOCS Am 1-92, reapproved 2009 «Определение масличности, содержания влаги и летучих веществ и протеина методом ИК-спектроскопии в ближней инфракрасной области» («Determination of Oil, Moisture and Volatile Matter, and Protein by Near-Infrared Reflectance», NEQ), в части калибровки ИК-анализатора, подготовки пробы и основных положений проведения измерения.

Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 53600—2009

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2018 г.

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном 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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2018

В Российской Федерации 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

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

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 — 2015—07—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 2 % до 50 %).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

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 13496.2—91 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Метод определения сырой клетчатки

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

ГОСТ 13496.4—93 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания азота и сырого протеина**

ГОСТ 13496.15—2016 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения массовой доли сырого жира

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

ГОСТ 13979.1—86 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Метод определения влаги и летучих веществ

ГОСТ 31675—2012 Корма. Методы определения содержания сырой клетчатки с применением промежуточной фильтрации

ГОСТ 32044.1—2012 (ISO 5983-1:2005) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Определение массовой доли сырого протеина. Часть 1. Метод Къельдаля

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 54951—2012 «Корма для животных. Определение содержания влаги».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 51417—99 (ИСО 5983—97) «Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Определение массовой доли азота и вычисление массовой доли сырого протеина. Метод Къельдаля».

Издание официальное

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим 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.

3 Условия проведения измерений

3.1 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.

3.2 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.

4 Сущность метода

Метод основан на регистрации спектров отражения анализируемых проб в ближней инфракрасной области (от 800 до 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.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

5.1 ИК-анализатор для регистрации спектров отражения в ближней инфракрасной области (от 800 до 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 (кофемолка или мельница лабораторная).

5.3 Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

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 Секундомер.

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 по 5.4.

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 методом 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, установленными в соответствии с ГОСТ 10856 и ГОСТ 13496.3, жира — в ГОСТ 10857 и ГОСТ 13496.15, протеина — в ГОСТ 13496.4 и клетчатки — в ГОСТ 13496.2. Значения массовых долей жира, протеина и клетчатки для целей градуировки рассчитываются при фактической влажности градуировочных образцов

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 градуировочной зависимости, с известными значениями анализируемых показателей, установленными стандартными методами. Рассчитывают расхождение между показаниями ИК-анализатора и значением, определенным стандартным методом. Среднее значение отклонения $\Delta\overline{X}$ вычисляют по формуле

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

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 $\Delta\overline{X}$ не должно превышать погрешности стандартного метода. Если это условие не соблюдается, то градуировку дополняют новыми образцами или выполняют заново.

Проверку правильности градуировки проводят после выполнения градуировки, а в дальнейшем — периодически, в соответствии с программой производственного контроля, а также в случае возникновения сомнения в корректности градуировки.

7 Выполнение измерений

7.1 Подготовка проб к измерению

7.1.1 Температура пробы должна соответствовать температуре окружающей среды, указанной в 3.1. В случае если температура пробы отличается от указанной в 3.1, пробу выдерживают в течение 1 ч при температуре выполнения измерений. Затем перемешивают в сосуде легкими движениями, не перетирая. Перемешанную пробу хранят при температуре выполнения измерений 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 мелкосемянных 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 $\pm \Delta$	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

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 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
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 2 до 5 включ.	0,8	0,6	1,1
	Св. 5 до 10 включ.	1,5	1,1	2,2
	Св.10 до 50 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*.

10 Требования безопасности при проведении работ

Требования электробезопасности при работе с приборами — по ГОСТ 12.2.007.0.

11 Требования к квалификации оператора

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

* 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 коэффициент 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 543.424.4:006.354 МКС 67.200.10 NEQ

Ключевые слова: семена масличные, жмыхи и шроты, влага, жир, протеин, клетчатка, метод ИК-спектроскопии в ближней инфракрасной области, условия измерения, подготовка пробы, требования безопасности, обработка результатов

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 29.08.2018. Подписано в печать 10.09.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru