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 (диацетилантипиринуреида).

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 ±5 мг по ГОСТ 24104.

Аппарат для встряхивания.

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

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

Часы с минутным отсчетом по ГОСТ 3309.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание заданной температуры с погрешностью не более ±5 °С.

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.

Бюретки 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 $см^3$ с погрешностью ±5 $см^3$ 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/$см^3$), 40 %-ный раствор (плотность 1,30 г/$см^3$).

Диацетилмонооксим по нормативно-технической документации х. ч.

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

gost.e-ecolog.ru

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

Примечание. 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 приготовляют из серной кислоты плотностью 1,84 г/см^3, для чего на каждые 100 см^3 дистиллированной воды берут 36 см^3 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^3 и добавляют 383 см^3 40 %-ной серной кислоты (498 г). Раствор тщательно перемешивают и переносят в склянку с притертой пробкой.

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

5 %-ный раствор уксусной кислоты приготовляют, добавляя к 100 см^3 дистиллированной воды 5 см^3 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^3 (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^3*

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

1.4.6.2. *Приготовление рабочего раствора карбамида массовой концентрации 0,1 мг/см^3*

Отбирают пипеткой 1 см^3 основного раствора карбамида, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. 1 см^3 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^3 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^3 в соответствии с требованиями таблицы.

1.4.6.4. *Построение градуировочного графика*

В конические колбы с притертыми пробками вместимостью 25 см^3 приливают пипеткой по 1 см^3 рабочих растворов, приготовленных по п. 1.4.6.3, и добавляют по 4 см^3 0,4 %-ного раствора антипирина в 40 %-ном растворе серной кислоты (п. 1.4.2), по 4 см^3 дистиллированной воды и по 1 см^3 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^3 рабочего раствора на 1 см^3 дистиллированной воды.

Номер колбы, пробирки	Объем рабочего раствора карбамида, см^3	Объем добавляемой дистиллированной воды, см3	Концентрация карбамида в растворе, мг/см^3
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±5) °С в течение (50±5) 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±10) 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 мг/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±0,1) г взвешивают в конической колбе вместимостью 100 см^3, мерным цилиндром добавляют 50 см^3 дистиллированной воды и встряхивают на аппарате в течение 55—60 мин. После этого к ней мерным цилиндром приливают 10 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 см^3. Фильтрат собирают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объем до метки дистиллированной водой. В две колбы (для параллельного определения) с притертыми пробками вместимостью 10—25 см^3 пипетками вместимостью 1 и 5 см^3 набирают, соответственно, 1 см^3 фильтрата, 4 см^3 0,4 %-ного раствора антипирина в 40 %-ном растворе серной кислоты (п. 1.4.2), 4 см^3 дистиллированной воды, 1 см^3 0,5 %-ного раствора диацетилмонооксима в 5 %-ном растворе уксусной кислоты (п. 1.4.4). Параллельно готовят контрольную пробу, заменяя 1 см^3 фильтрата на 1 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 (мг/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, мг/см^3;

V — общий объем фильтрата, 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, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, 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. 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. 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. Методы определения массовой доли карбамида и расчета сырого протеина 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 *Р.С. 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 1/8.

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

gost.e-ecolog.ru