

DOI: <https://doi.org/10.21323/2618-9771-2021-4-4-239-245>

Поступила 25.10.2021

Поступила после рецензирования 30.11.2021

Принята в печать 06.12.2021

© Козин А. В., Абрамова Л. С., Гусева Е. С., Дерунец И. В., 2021



<https://www.fsjour.com/jour>

Научная статья

Open access

УСТАНОВЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ МЕТОДИКИ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ БЕЛКА МЕТОДОМ КЪЕЛЬДАЛЯ В ПИЩЕВОЙ РЫБНОЙ ПРОДУКЦИИ

Козин А. В.*, Абрамова Л. С., Гусева Е. С., Дерунец И. В.

Всероссийский научно-исследовательский институт рыбного хозяйства и океанографии, Москва, Россия

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА:

аналитический метод, азот, автоматический анализатор, контроль качества, подготовка образцов, отбор проб, приборы

АННОТАЦИЯ

В лабораторной практике существует множество методов определения количества белка и все они имеют свои преимущества и недостатки. Наиболее распространенным и широко используемым методом анализа белка в пищевой продукции, в том числе рыбной, является метод Кьельдаля. Однако при определении содержания белка в пищевой рыбной продукции действующие стандарты на методы измерений не предусматривают использование приборов, отвечающих современному уровню технического развития, а также не содержат метрологические показатели, гарантирующие достоверность полученных результатов. Целью исследования являлось обоснование методики измерений массовой доли белка методом Кьельдаля на автоматическом анализаторе и установление метрологических параметров. Проведена оценка показателей качества методики измерений методом Кьельдаля с использованием анализатора азота Kjeltec System 2300 (Foss Analytical AB, Sweden) в виде характеристики погрешности измерений и ее составляющих, что позволит получать результаты с заданной точностью.

БЛАГОДАРНОСТИ

Авторы выражают благодарность заместителю главного врача Гарбузовой А. А., инженеру С. А. Мокренской и инженеру М. М. Дудареву ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора за помощь в проведении работ по установлению метрологических параметров и аттестации методики измерений массовой доли белка методом Кьельдаля.

Received 25.10.2021

Accepted in revised 30.11.2021

Accepted for publication 06.12.2021

© Kozin A. V., Abramova L. S., Guseva, E. S., Derunets I. V., 2021

Available online at <https://www.fsjour.com/jour>

Original scientific article

Open access

ESTABLISHMENT OF METROLOGICAL PARAMETERS OF THE METHOD FOR MEASURING THE PROTEIN MASS FRACTION IN FISH FOOD PRODUCTS BY THE KJELDAHL METHOD

Andrei V. Kozin*, Liubov S. Abramova, Elena S. Guseva, Ilya V. Derunets

Russian Federal Research Institute of Fisheries and Oceanography («VNIRO»), Moscow, Russia

KEY WORDS:

analytical method, nitrogen, automatic analyzer, quality control, sample preparation, sampling, instruments

ABSTRACT

In laboratory practice, there are many protein quantification methods, and all of them have their own advantages and disadvantages. The most common and widely used method for the protein analysis in food products, including fish, is the Kjeldahl method. However, the current standards for measurement methods for the determination of the protein content in fish food products do not provide for the use of devices that meet the modern level of technical development, and also do not contain metrological indicators that guarantee the reliability of the results obtained. The aim of the study was to substantiate the method for measuring the protein mass fraction in fish food products by the Kjeldahl method on an automatic analyzer and to establish metrological parameters. The assessment of the quality indicators of the Kjeldahl measuring method was carried out using a Kjeltec System 2300 Nitrogen Analyzer (Foss Analytical AB, Sweden) in the form of a characteristic of the measurement error and its components, which will provide results with the required accuracy.

ACKNOWLEDGMENT

The authors wish to thank deputy chief medical officer Garbuzova A. A., engineer Mokrenskaya S. A. and engineer Dudarev M. M. (FBHI FCH&E of the Inspectorate for Customers Protection) for their help in carrying out the work on the establishment of metrological parameters and certification of the method for measuring the protein mass fraction by the Kjeldahl method.

1. Введение

Белки в пищевых продуктах являются важным компонентом, определяющим пищевую ценность и функциональное назначение продукции. Количественное определение

содержания белка в пищевой продукции необходимо для расчета энергетической ценности (калорийности), которая в обязательном порядке наносится на маркировку. Информация о содержании белка необходима при составлении ра-

ДЛЯ ЦИТИРОВАНИЯ: Козин, А. В., Абрамова, Л. С., Гусева, Е. С., Дерунец, И. В. (2021). Установление метрологических параметров методики измерений массовой доли белка методом Кьельдаля в пищевой рыбной продукции. *Пищевые системы*, 4(4), 239-245. <https://doi.org/10.21323/2618-9771-2021-4-4-239-245>

FOR CITATION: Kozin, A. V., Abramova, L. S., Guseva, E. S., Derunets, I. V. (2021). Establishment of metrological parameters of the method for measuring the protein mass fraction in fish food products by the Kjeldahl method. *Food systems*, 4(4), 239-245. <https://doi.org/10.21323/2618-9771-2021-4-4-239-245>

циона питания; в процессе оценки соответствия заявленных данных спецификации или нормативным требованиям; для установления подлинности пищевых продуктов и пищевых ингредиентов на основе белка. Надежные количественные методы определения содержания этого нутриента в пищевых продуктах и ингредиентах важно для обеспечения их качества, безопасности, а также для цели предотвращения фальсификации, которая может нанести существенный вред здоровью потребителей. Примером может служить наличие меламина в молочных продуктах. Исследования его токсичности показали, что длительное потребление меламина может привести к образованию камней в почках или даже к смерти [1].

В мировой практике существует множество методов определения белка, и все они имеют свои преимущества и недостатки [2,3]. Для быстрого контроля пищевой продукции, в том числе качества рыбы и рыбных продуктов, все более широкое применение находят экспрессные неdestructивные методы, например, инфракрасная спектроскопия [4]. Однако из-за большого количества времени и затрат, необходимых для разработки внешних калибровок, а также ввиду отсутствия возможности переноса калибровок между приборами, применение данного метода очень ограничено [5].

В случае лабораторного анализа образцов на практике чаще всего используют традиционные способы определения белка, такие как метод Кьельдаля или метод Дюма. Однако установлено, что метод Дюма, по сравнению с методом Кьельдаля, при анализе пищевой рыбной продукции и кормовой муки дает завышенные результаты содержания общего азота [6–9].

Наиболее адаптированным в лабораторной практике является метод Кьельдаля, основы которого разработаны более 135 лет назад датским химиком Йоханом Кьельдалем. Он широко используется в качестве стандартного метода, как для градуировки, так и для проверки альтернативных методов определения белка в пищевой и сельскохозяйственной промышленности, в клинической химии, в анализе почв, удобрений, поверхностных и сточных вод [10,11]. За годы, прошедшие с момента своего появления, метод Кьельдаля существенно усовершенствован в части модификации отдельных стадий, таких как минерализация, автоматизированное титрование, регистрация результатов [12]. Кроме того, постоянное внимание уделяется новым техническим решениям, которые связаны с совершенствованием и автоматизацией анализа такими известными фирмами, как Buchi (Швейцария), C. Gerhardt, Behr Labor-Technik GmbH и FoodALYT GmbH (Германия), Foss Tecator (Дания, Швеция), VELP Scientifica (Италия), J. P. Selecta (Испания), Nanon Instruments (Китай), MRC (Израиль), ООО ВПК «Сибгагроприбор» и ООО «Вилитек» (Россия) [12].

В соответствии с требованиями технического регламента Евразийского экономического союза «О безопасности рыбы и рыбной продукции» (ТР ЕАЭС 040/2016) [13], для определения содержания белка в пищевой продукции, значения которого необходимо наносить на маркировку, предусмотрен перечень стандартов, содержащих правила и методы исследований (испытаний) и измерений, в том числе правила отбора образцов [14]. Данный перечень содержит следующие стандарты:

- ГОСТ 7636–85 «Рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные и продукты их переработки. Методы анализа» [15];
- ГОСТ 31795–2012 «Рыба, морепродукты и продукция из них. Метод определения массовой доли белка, жира, воды, фосфора, кальция и золы спектроскопией в ближней инфракрасной области» [16].

Необходимо отметить, что методы, изложенные в ГОСТ 7636–85 [15], не предусматривают использование приборов, отвечающих современному уровню технического развития, а также не содержат метрологические показатели, гарантирующие достоверность полученных результатов. ГОСТ 31795–2012 [16] требует перед определением проводить градуировку средства измерений, которая заключается в выборе набора образцов для градуировки и в выборе набора образцов для проверки градуировки; а также в анализе образцов обоих наборов по ГОСТ 7636–85 [15].

В соответствии с требованиями приказа Министерства промышленности и торговли РФ от 15 декабря 2015 г. N4091 «Об утверждении Порядка аттестации первичных референтных методик (методов) измерений, референтных методик (методов) измерений и методик (методов) измерений и их применения» [17] и ГОСТ Р 8.563–2009 «Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Методики (методы) измерений» [18], аттестацию методик (методов) измерений осуществляют путем теоретических и (или) экспериментальных исследований и подтверждения соответствия аттестуемой методики (метода) измерений установленным метрологическим требованиям к измерениям. Теоретические и (или) экспериментальные исследования аттестуемой методики (метода) измерений осуществляются для установления показателей точности результатов измерений, получаемых по аттестуемой методике (методу) измерений, и проводятся разработчиком данной методики (метода) измерений.

В связи с изложенным целью исследования являлось обоснование методики измерений массовой доли белка методом Кьельдаля с использованием автоматических анализаторов, а также установление метрологических параметров.

2. Материалы и методы

При проведении исследований за основу взяты методические подходы, изложенные в ГОСТ 7636–85 (п. 8.9) [15]. Так как метод Кьельдаля предусматривает определение массовой доли белка в рыбе, морских беспозвоночных, морских млекопитающих, а также изготовленной из них продукции, предназначенной для пищевых, кормовых и технических целей, из перечисленных объектов при обосновании методики и установлении метрологических параметров были выбраны образцы продукции, характеристика которых представлена в Таблице 1. Информация о диапазонах содержания белка в Таблице 1 приведена согласно литературным данным [19,20].

Отбор проб проводили в соответствии с ГОСТ 31339–2006 [21], подготовку средней пробы осуществляли по ГОСТ 7636–85 [15]. При подготовке образца для обеспечения однородности использовали механические методы обработки, такие как перемешивание, измельчение или гомогенизация. Применяемый метод зависел от состава и консистенции обрабатываемого образца. Размер частиц был не более 1 мм.

В каждую пробирку для минерализации помещали исходную навеску исследуемого образца (с точностью до 0,01 г), 1 таблетку катализатора, используемого для сульфатной минерализации, а также 12,5 см³ концентрированной серной кислоты.

Образцы подвергали минерализации в деминерализаторе Digester 2020 (Foss Analytical AB, Sweden), после чего охлаждали. Окончание процесса минерализации определяли по отсутствию темных включений и изменению цвета жидкости в пробирке до прозрачного бесцветного (или зеленовато-голубого). Одновременно аналогичным образом проводили контрольный (холостой) анализ без навески.

Таблица 1

Характеристика объектов исследований, использованных для метрологической аттестации методики измерений массовой доли белка методом Кьельдаля

Анализируемый объект	Диапазон содержания белка, %	Наименование исследуемой продукции	Сокращенное наименование
Рыба	16–25	Треска атлантическая. Филе без кожи мороженое	Филе трески
		Сельдь тихоокеанская жирная неразделанная мороженая	Сельдь мороженая
Морские млекопитающие	16–26	Мясо нерпы мороженое	Мясо нерпы
Морские беспозвоночные	12–25	Королевская креветка варено-мороженая (Категория «А»)	Креветка
Кормовая рыбная мука	35–70	Кормовая рыбная мука	Кормовая мука
Икра	8–39	Икра кеты зернистая соленая	Икра соленая
Полуфабрикаты (соленые и др.)	15–35	Сельдь тихоокеанская соленая	Сельдь соленая
Кулинарные изделия	1–30	Рыбное кулинарное изделие: Паста с антарктическим крилем «Антарктик-криль сливочно-чесночный»	Кулинарное изделие
Сублимированный продукт. Рыба сушеная, вяленая	12–60	Рыба сушеная	Рыба сушеная
Рыбный фарш	12–25	Фарш сурими	Фарш сурими
Белковая масса	3–25	Крабовые палочки	Крабовые палочки

Для определения содержания азота использовали анализатор азота Kjeltac System 2300 (Foss Analytical AB, Sweden). Пробирку с образцом устанавливали в дистилляционный блок и закрывали защитную дверцу. Введение щелочи, а также циклы дистилляции и титрования прибор контролировал автоматически. Результат содержания азота в образце выводился на дисплей после завершения титрования.

3. Результаты и обсуждение

Для обоснования и утверждения методики измерений массовой доли белка методом Кьельдаля и установления метрологических параметров определены показатели качества методики: показатели точности, правильности, повторяемости, воспроизводимости.

На первом этапе исследований проводили проверку правильности работы оборудования. Так как все образцы после сжигания образуют сульфат аммония, который, как правило, рекомендуется в качестве стандарта для проверки работы оборудования.

Навеску 0,15 г сульфата аммония $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ с чистотой 99,5%, взвешенную с точностью 0,01 г, помещали в пробирку для минерализации. Добавляли 75 см³ дистиллированной воды и проводили дистилляцию. Принцип дистилляции заключается в превращении сульфата аммония $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ в аммиак (NH_3) с помощью щелочи, дальнейшей отгонке паром в приемный сосуд, содержащий борную кислоту, и титровании стандартным раствором соляной кислоты. Рассчитывали процент восстановления, результаты которого приведены в Таблице 2. Процентное содержание азота в сульфате аммония (чистотой 99,5%) составляет 21,09%.

В соответствии с полученными данными сделано заключение, что анализатор азота пригоден к эксплуатации (для проведения исследований), так как согласно инструкции рекомендуемое значение степени извлечения должно составлять не менее 99%.

В образцах продукции, перечень которых приведен в Таблице 1, определяли содержание азота в условиях повторяемости (параллельные определения) согласно требованиям программы метрологической аттестации.

С целью подтверждения правильности выбора массы навески построены зависимости содержания азота от массы навески, приведенные на Рисунке 1.

Согласно рекомендациям к прибору, необходимая масса образца зависит от содержания азота и от однородности анализируемого продукта, и чем меньше масса образца, тем

быстрее будет завершена минерализация. Ниже приведены ориентировочные правила выбора массы образца:

- однородные образцы (исключая воду) 0,1–1,0 г;
- неоднородные образцы 1,0–3,0 г или больше. Кроме того, существует еще один методический подход, в соответствии с которым для однородных образцов массу образца рассчитывают по формуле:

$$M = 1000 / X,$$

где M — минимальная масса образца, мг;

X — ожидаемое примерное процентное содержание азота.

Таблица 2

Результаты определения содержания азота в сульфате аммония по методу Кьельдаля на автоматическом анализаторе

Наименование показателя	Значение
Масса навески, г	0,1500
Содержание азота, %	20,93 20,90 20,82 20,90 20,87 20,98 20,97 20,93
Среднее содержание азота, % ($n = 8, P = 0,95, t_{cr} = 2,36$)	20,91 ± 0,04
Относительное среднеквадратичное отклонение, s_r , %	0,26
Относительная погрешность, %	0,76 0,90 1,30 0,90 1,04 0,52 0,59 0,74
Предел допускаемой относительной погрешности, %	± 1,5
Степень извлечения, %	99,24 99,10 98,70 99,10 98,96 99,48 99,41 99,26

На основании приведенных данных можно сделать вывод, что для всех образцов выбранные интервалы массы навески укладываются в допустимые пределы отклонений. Полученные данные содержания азота в исследованных образцах были использованы для расчета содержания белка, значения которых приведены в Таблице 3.

Результаты определения содержания азота в пищевой рыбной продукции использованы для установления метрологических показателей методики.

Оценку точности методики (погрешности) измерения содержания белка определяли на основе процедур контроля погрешности в соответствии с нормативными документами: РМГ 61–2010 и РМГ 76–2014 [22,23].

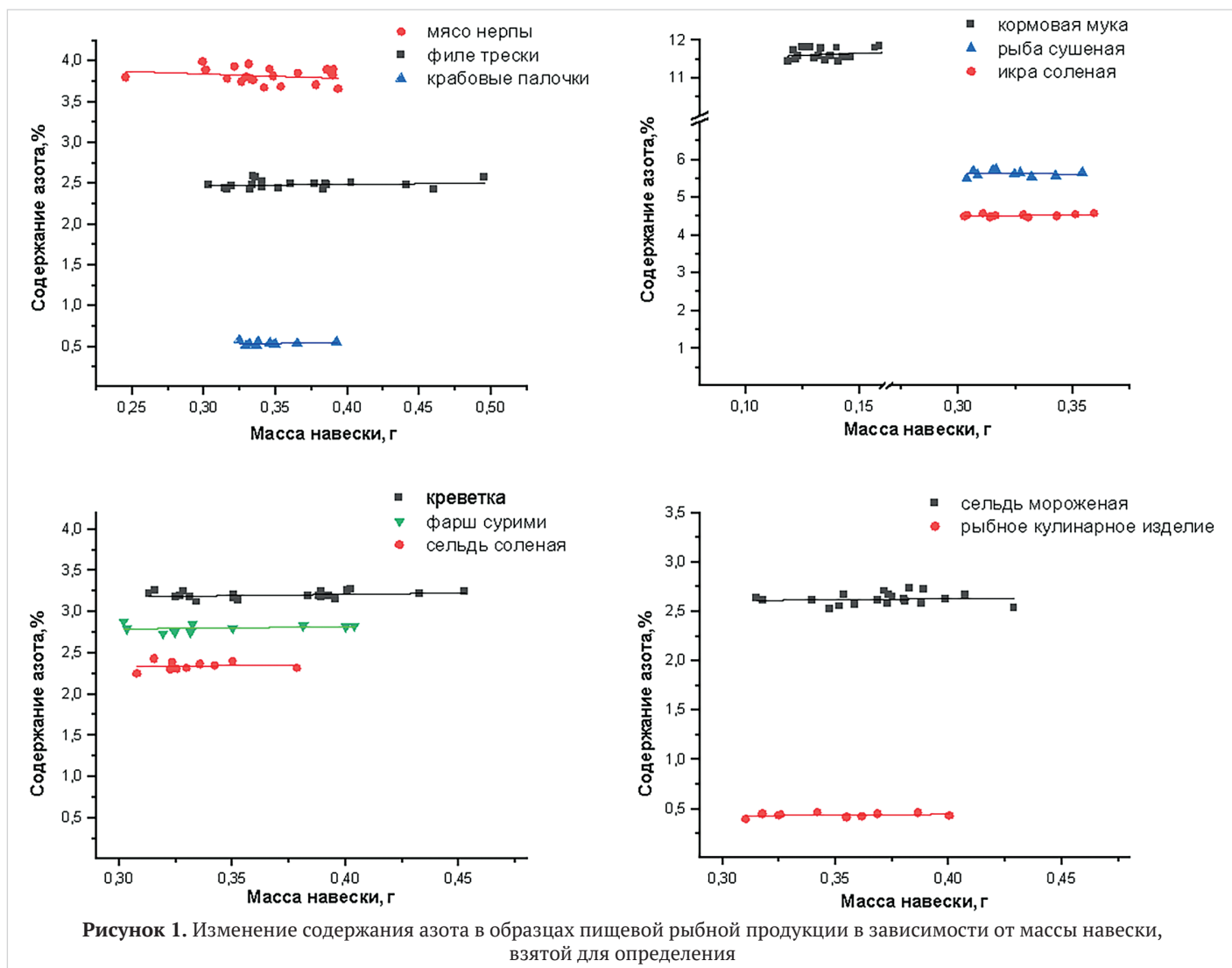


Таблица 3

Значения содержания белка в определяемых образцах (ОО)

№ ОО (m)	Объект исследований	n	Минимальное значение, %	Максимальное значение, %	Размах	Медиана	\bar{X}_l , среднее значение, %	Относительное среднеквадратичное отклонение, S_r
1	Филе трески	20	15,15	16,21	1,06	15,50	15,52	2,0
2	Мясо нерпы	20	22,87	24,96	2,09	23,82	23,86	2,5
3	Сельдь мороженая	20	15,80	17,09	1,28	16,36	16,40	2,3
4	Кормовая мука	20	71,46	74,03	2,57	72,37	72,71	1,2
5	Креветка	20	19,49	20,43	0,94	19,97	20,02	1,3
6	Икра соленая	10	27,95	28,59	0,64	28,26	28,27	0,8
7	Сельдь соленая	10	14,06	15,20	1,14	14,58	14,64	2,3
8	Кулинарное изделие	10	2,49	2,90	0,41	2,75	2,74	4,7
9	Рыба сушеная	10	34,41	35,90	1,49	35,21	35,21	1,4
10	Фарш сурими	10	17,07	18,00	0,93	17,56	17,52	1,7
11	Крабовые палочки	10	3,20	3,61	0,40	3,36	3,38	3,8

Оценка показателя повторяемости выполнена в соответствии с РМГ 61–2010 (п. 5.2.1., С. 11–14) [22] и РМГ 76–2014 (Приложение Б, п. Б.3.2.3., С. 66–67) [23]. Рассчитано среднее арифметическое значение содержания белка и выборочная дисперсия результатов единичного анализа содержания белка в образце, полученного в условиях повторяемости (параллельные определения), по формулам:

$$\bar{X}_{ml} = \left(\sum_{i=1}^n X_{mli} \right) / n \quad (1)$$

$$S_{ml}^2 = \left(\sum_{i=1}^n (X_{mli} - \bar{X}_{ml})^2 \right) / n - 1 \quad (2)$$

где $m = 1, \dots, M$ (число образцов); $l = 1, \dots, L$ (число контрольных измерений); \bar{X}_{ml} – среднее арифметическое значение белка; S_{ml}^2 – выборочная дисперсия.

На основе полученных значений выборочной дисперсии проверяли гипотезу о равенстве генеральных дисперсий, используя критерий Кохрена.

Показатель повторяемости результатов анализа содержания азота в образцах в виде среднего квадратичного (стандартного) отклонения повторяемости (СКО, $\sigma_{r,n}$) рассчитывали по формуле:

$$\sigma_r = \sigma_r = \sqrt{\sum_{m=1}^M (S_{m1}^2) / M} \quad (3)$$

Предел повторяемости (r_n) рассчитывали в соответствии с РМГ 61–2010 (п. 5.2.1.5, С. 12) [21] и РМГ 76–2014 (Приложение Б, п. Б.3.2.3.6) [22] по формуле:

$$r_n = Q(P, n) \times \sigma_r \quad (4)$$

где $Q(P, n)$ — коэффициент, зависящий от числа контрольных определений и доверительной вероятности P . При двух параллельных определениях ($n = 2$) и $P = 0,95$, $Q(P, n) = 2,8$, т. е. $r_2 = 2,8 \sigma_r$; σ_r — значение СКО повторяемости.

Показатель воспроизводимости в виде среднего квадратичного отклонения воспроизводимости (σ_R) рассчитан теоретически, исходя из предположения симметричности и одномодальности (равенства нижней и верхней границ) распределения погрешности результатов анализа и при условии $|\Delta_H| = |\Delta_B| = |\Delta|$ (РМГ 61–2010, п. 4.8., примечание 2). $\sigma_R = \xi \cdot \sigma_r$, где ξ — коэффициент, зависящий от объекта анализа и методики, составляющий 1,4–2,2. В нашем случае рассчитан по формуле (5):

$$\sigma_R = 1,4 \times \sigma_r \quad (5)$$

Показатели качества методики анализа в виде характеристики погрешности и ее составляющих оценены с применением расчетно-экспериментального метода (РМГ 61–2010, приложение В) [22].

Погрешность измерения концентраций складывается из суммы систематической (δ) и случайной составляющей погрешностей (σ_R). Показатель точности δ определяли согласно РМГ 61–2010 п. 5.4 по формуле (6):

$$\delta = 1,96 \sqrt{\sigma_c^2 + \sigma_R^2} \quad (6)$$

Полученные метрологические параметры методики приведены в Таблице 4.

За результат анализа принимали среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать предела повторяемости в соответствии с формулой (7):

$$\frac{2 \times |X_1 - X_2| \times 100}{(X_1 - X_2)} \leq r \quad (7)$$

где X_1, X_2 — результаты параллельных определений, %; r — значение предела повторяемости (Таблица 4), при этом $r = 2,8 \sigma_r$.

Результат анализа при вероятности $P = 0,95$ представлен в виде:

$$(\bar{X} \pm \Delta), \% \quad (8)$$

где \bar{X} — среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, %; Δ — граница абсолютной погрешности, %.

$$\Delta = \delta \times \bar{X} / 100, \% \quad (9)$$

где δ — граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций (Таблица 4), %.

На основании проведенных исследований разработана и аттестована методика измерений массовой доли белка методом Кьельдаля. Свидетельство об аттестации № 0147/ROCC RU.0001.310430/2020.

4. Заключение

В результате исследований по измерению массовой доли белка в рыбной продукции методом Кьельдаля на автоматическом анализаторе обоснованы и установлены метрологические параметры для различных объектов, что позволит представлять полученные данные с установленными показателями точности и достоверности.

Таблица 4

Метрологические параметры методики измерений массовой доли белка методом Кьельдаля

Анализируемый объект	Диапазон измерений массовой доли белка, %	Показатель точности (границы относительной погрешности, $P = 0,95$), $\pm \delta$, %	Показатель повторяемости (относительное средне-квадратичное отклонение повторяемости), σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное средне-квадратичное отклонение воспроизводимости), σ_R , %	Предел повторяемости (значение допустимого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r , %	Предел воспроизводимости (значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений, полученных в разных лабораториях), R , % ($P = 0,95$)
Рыбная продукция	1–60	14	4,7	6,5	13	18
Морские млекопитающие	8–30	10	2,6	3,6	7	10
Кормовая мука рыбная	45–80	6	1,2	1,6	3	5
Беспозвоночные	1–25	6	1,3	1,8	4	5

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

- Lu, Y., Xia, Y., Liu, G., Pan, M., Li, M., Lee, N. A., Wang, S. (2017). A review of methods for detecting melamine in food samples. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 47(1), 51–66. <https://doi.org/10.1080/10408347.2016.117688>
- Mæhre, H. K., Dalheim, L., Edvinsen, G. K., Elvevoll, E. O., Jensen, I. -J. (2018). Protein determination — method matters. *Foods*, 7(1), Article 5. <https://doi.org/10.3390/foods7010005>
- Hayes, M. (2020). Measuring protein content in food: An overview of methods. *Foods*, 9(10), 1340. <https://doi.org/10.3390/foods9101340>
- He, H. -J., Wu, D., Sun, D. -W. (2015). Nondestructive spectroscopic and imaging techniques for quality evaluation and assessment of fish and fish products. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 55(6), 864–886. <https://doi.org/10.1080/10408398.2012.746638>
- Manley, M. (2014). Near-infrared spectroscopy and hyperspectral imaging: non-destructive analysis of biological materials. *Chemical Society Reviews*, 43(24), 8200–8214. <https://doi.org/10.1039/c4cs00062e>
- Simonne, A.H., Simonne, E.H., Eitenmiller, R.R., Mills, H.A. and Cresman, C.P., III. (1997). Could the Dumas method replace the Kjeldahl digestion for nitrogen and crude protein determinations in foods? *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 73(1), 39–45. [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-0010\(199701\)73:1<39::AID-JSFA717>3.0.CO;2-4](https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-0010(199701)73:1<39::AID-JSFA717>3.0.CO;2-4)
- Thompson, M., Owen, L., Wilkinson, K., Wood, R., Damant, A. (2002). A comparison of the Kjeldahl and Dumas methods for the determination of protein in foods, using data from a proficiency testing scheme. *Analyst*, 127(12), 1666–1668. <https://doi.org/10.1039/b208973b>
- Kubota, T., Oshida, T., Yanai, K., Inoue, Y., Matsui, S., Matsumoto, T. et al. (2011). Improvement of the conditions for the determination of total nitrogen in fish meal in Kjeldahl method and its comparison with Dumas method. *Bunseki Kagaku*, 60(1), 67–74. <https://doi.org/10.2116/bunseki-kagaku.60.67>
- Miller, E.L., Bimbo, A.P., Barlow, S.M., Sheridan, B. (2007). Repeatability and reproducibility of determination of the nitrogen content of fishmeal

- by the combustion (Dumas) method and comparison with the Kjeldahl method: interlaboratory study. *Journal of AOAC International*, 90(1), 6–20. <https://doi.org/10.1093/jaoac/90.1.6>
10. Saez-Plaza, P., Michalowski, T., Navas, M. J., Asuero, A. G., Wybraniec, S. (2013). An overview of the Kjeldahl method of nitrogen determination. Part I. Early history, chemistry of the procedure, and titrimetric finish. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 43(4), 178–223. <https://doi.org/10.1080/10408347.2012.751786>
 11. Sáez-Plaza, P., Navas, M. J., Wybraniec, S., Michałowski, T., Asuero, A. G. (2013). An overview of the Kjeldahl method of nitrogen determination. Part II. Sample preparation, working scale, instrumental finish, and quality control. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 43(4), 224–272. <https://doi.org/10.1080/10408347.2012.751787>
 12. Зауэр, Е.А., Ершов, А.Б. (2019). Современные анализаторы для определения азота методом Кьельдаля. *Аналитика и контроль*, 23(2), 168–192. <https://doi.org/10.15826/analitika.2019.23.2.002>
 13. Технический регламент Евразийского экономического союза ТР ЕАЭС 040/2016 «О безопасности рыбы и рыбной продукции». Утвержден решением Совета Евразийской экономической комиссии от 18 октября 2016 года № 162 Электронный ресурс: <http://docs.cntd.ru/document/420394425/> Дата обращения 13.06.2021 г.
 14. О перечне стандартов, содержащих правила и методы исследований (испытаний) и измерений, в том числе правила отбора образцов, необходимые для применения и исполнения требований технического регламента Евразийского экономического союза «О безопасности рыбы и рыбной продукции» (ТР ЕАЭС 040/2016) и осуществления оценки соответствия объектов технического регулирования: решение Коллегии Евразийской экономической комиссии от 29 августа 2017 года № 106 Электронный ресурс: <http://docs.cntd.ru/document/456089790/> Дата обращения 14.06.2021 г.
 15. ГОСТ 7636–85 «Рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные и продукты их переработки. Методы анализа». — Москва: Стандартинформ, 2010. — 85 с.
 16. ГОСТ 31795–2012 «Рыба, морепродукты и продукция из них. Метод определения массовой доли белка, жира, воды, фосфора, кальция и золь спектроскопией в ближней инфракрасной области». — Москва: Стандартинформ, 2014. — 8 с.
 17. Порядок аттестации первичных референтных методик (методов) измерений, референтных методик (методов) измерений и методик (методов) измерений и их применения. Утвержден приказом Минпромторга России от 15 декабря 2015 года № 4091. Электронный ресурс: <http://docs.cntd.ru/document/420327948/> Дата обращения 18.06.2021 г.
 18. ГОСТ Р 8.563–2009 «Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Методики (методы) измерений». — Москва: Стандартинформ, 2019. — 16 с.
 19. Скурихин, И. М., Тутельян, В. А. (2002). Химический состав российских пищевых продуктов: Справочник. Москва: ДеЛи принт, 2002. — 236 с.
 20. Вафина, Л.Х., Бакштанский, Э.Л., Копыленко, Л.Р., Рубцова, Т.Е. (2013). Качество, безопасность и методы анализа продуктов из гидробионтов. Информационные сведения о пищевой ценности рыбы и рыбной продукции. Москва. Издательство ВНИРО. — 97 с.
 21. ГОСТ 31339–2006 «Рыба, нерыбные объекты и продукция из них. Правила приемки и методы отбора проб». — Москва: Стандартинформ, 2010. — 18 с.
 22. РМГ 61–2010 «Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки». — Москва: Стандартинформ, 2012. — 59 с.
 23. РМГ 76–2014 «Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа». — Москва: Стандартинформ, 2016. — 111 с.

REFERENCES

1. Lu, Y., Xia, Y., Liu, G., Pan, M., Li, M., Lee, N. A., Wang, S. (2017). A review of methods for detecting melamine in food samples. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 47(1), 51–66. <https://doi.org/10.1080/10408347.2016.117688>
2. Mæhre, H. K., Dalheim, L., Edvinson, G. K., Elvevoll, E. O., Jensen, I. -J. (2018). Protein determination — method matters. *Foods*, 7(1), Article 5. <https://doi.org/10.3390/foods7010005>
3. Hayes, M. (2020). Measuring protein content in food: An overview of methods. *Foods*, 9(10), 1340. <https://doi.org/10.3390/foods9101340>
4. He, H. -J., Wu, D., Sun, D. -W. (2015). Nondestructive spectroscopic and imaging techniques for quality evaluation and assessment of fish and fish products. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 55(6), 864–886. <https://doi.org/10.1080/10408398.2012.746638>
5. Manley, M. (2014). Near-infrared spectroscopy and hyperspectral imaging: non-destructive analysis of biological materials. *Chemical Society Reviews*, 43(24), 8200–8214. <https://doi.org/10.1039/c4cs00062e>
6. Simonne, A.H., Simonne, E.H., Eitenmiller, R.R., Mills, H.A. and Cresman, C.P., III. (1997). Could the Dumas method replace the Kjeldahl digestion for nitrogen and crude protein determinations in foods? *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 73(1), 39–45. [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-0010\(199701\)73:1<39::AID-JSFA717>3.0.CO;2-4](https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-0010(199701)73:1<39::AID-JSFA717>3.0.CO;2-4)
7. Thompson, M., Owen, L., Wilkinson, K., Wood, R., Damant, A. (2002). A comparison of the Kjeldahl and Dumas methods for the determination of protein in foods, using data from a proficiency testing scheme. *Analyst*, 127(12), 1666–1668. <https://doi.org/10.1039/b208973b>
8. Kubota, T., Oshida, T., Yanai, K., Inoue, Y., Matsui, S., Matsumoto, T. et al. (2011). Improvement of the conditions for the determination of total nitrogen in fish meal in Kjeldahl method and its comparison with Dumas method. *Bunseki Kagaku*, 60(1), 67–74. <https://doi.org/10.2116/bunsekikagaku.60.67>
9. Miller, E.L., Bimbo, A.P., Barlow, S.M., Sheridan, B. (2007). Repeatability and reproducibility of determination of the nitrogen content of fishmeal by the combustion (Dumas) method and comparison with the Kjeldahl method: interlaboratory study. *Journal of AOAC International*, 90(1), 6–20. <https://doi.org/10.1093/jaoac/90.1.6>
10. Saez-Plaza, P., Michalowski, T., Navas, M. J., Asuero, A. G., Wybraniec, S. (2013). An overview of the Kjeldahl method of nitrogen determination. Part I. Early history, chemistry of the procedure, and titrimetric finish. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 43(4), 178–223. <https://doi.org/10.1080/10408347.2012.751786>
11. Sáez-Plaza, P., Navas, M. J., Wybraniec, S., Michałowski, T., Asuero, A. G. (2013). An overview of the Kjeldahl method of nitrogen determination. Part II. Sample preparation, working scale, instrumental finish, and quality control. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 43(4), 224–272. <https://doi.org/10.1080/10408347.2012.751787>
12. Zauer, E.A., Ershov, A.B. (2019). Modern analyzers for the determination of nitrogen by the Kjeldahl method. *Analytics and Control*, 23(2), 168–192. <https://doi.org/10.15826/analitika.2019.23.2.002> (In Russian)
13. Technical regulation of the Eurasian Economic Union TR EAEU040/2016 “On the safety of fish and fish products”. (Adopted by The decision of the Council of the Eurasian economic Commission of October 18, 2016 No 163). Moscow, 2016. Retrieved from <http://docs.cntd.ru/document/420394425/>. Accessed June 13, 2021. (In Russian)
14. On the list of standards containing rules and methods of research (testing) and measurements, including sampling rules necessary for the application and implementation of the requirements of the Technical regulations of the Eurasian Economic Union «On the safety of fish and fish products» (TR EAEU040/2016) and implementation conformity assessment of objects of technical regulation: decision of the Board of the Eurasian Economic Commission of 29 August, 2017 N106. Retrieved from <http://docs.cntd.ru/document/456089790/> Accessed June 14, 2021. (In Russian)
15. GOST 7636–85 “Fish, marine mammals, invertebrates and products of their processing. Methods of analysis”. — Moscow: Standartinform, 2010. 85 p. (In Russian)
16. GOST 31795–2012 “Fish, marine products and products of them. Method of determining the fraction of total mass of protein, fat, water, phosphorus, calcium and ash by the near-infra-red spectrometry”. — Moscow: Standartinform, 2014. — 8 p. (In Russian)
17. The procedure for attestation of primary reference measurement techniques (methods), reference measurement techniques (methods) and measurement techniques (methods) and their application. (Adopted by The Ministry of Industry and Trade of Russia of December 15, 2015 No 4091. Retrieved from <http://docs.cntd.ru/document/420327948/> Accessed June 18, 2021.
18. GOST R 8.563–2009 “State system for ensuring the uniformity of measurements. Procedures of measurements”. — Moscow: Standartinform, 2019. — 16 p. (In Russia)
19. Skurihin, I. M., Tutel’yan, V. A. (2002). *Chemical composition of Russian food products*. Moscow: DeLi print, 2002. (In Russian)
20. Vafina, L.H., Bakshanskij, E.L., Kopylenko, L.R., Rubcova, T.E. (2013). Quality, safety and methods of analysis of aquatic products. Information about the nutritional value of fish and fish products. Moscow. VNIRO Publishing House, 2013. (In Russian)
21. GOST 31339–2006 “Fish, non-fish objects and products of their processing. Acceptance rules and sampling methods”. — Moscow: Standartinform, 2010. — 18 p. (In Russian)
22. RMG 61–2010 “State system for ensuring the uniformity of measurements. Accuracy, trueness and precision measures of the procedures for quantitative chemical analysis. Methods of evaluation”. — Moscow: Standartinform, 2012. — 59 p. (In Russian)
23. RMG 76–2014 “State system for ensuring the uniformity of measurements. Internal control of quantitative chemical analysis result’s accuracy”. — Moscow: Standartinform, 2016. — 111 p. (In Russian)

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ	AUTHOR INFORMATION
Принадлежность к организации	Affiliation
<p>Козин Андрей Валерьевич — кандидат химических наук, старший научный сотрудник, Отдел Качества пищевой рыбной продукции, Всероссийский научно-исследовательский институт рыбного хозяйства и океанографии 107140, Москва, ул. Верхняя Красносельская, 17 Тел. +7-916-102-93-87 E-mail: kozin82a@vniro.ru ORCID: https://orcid.org/0000-0001-8507-3548 * автор для контактов</p>	<p>Andrey V. Kozin, Candidate of chemical sciences, Senior Researcher, Fish Food Quality Department, Russian Federal Research Institute of Fisheries and Oceanography Verkhnyaya Krasnoselskaya Street, 17, 107140, Moscow, Russia Tel.: +7-916-102-93-87 E-mail: kozin82a@vniro.ru ORCID: https://orcid.org/0000-0001-8507-3548 * corresponding author</p>
<p>Абрамова Любовь Сергеевна — доктор технических наук, профессор, заместитель руководителя департамента по вопросам качества пищевой рыбной продукции, Всероссийский научно-исследовательский институт рыбного хозяйства и океанографии 107140, Москва, ул. Верхняя Красносельская, 17 Тел. +7-915-064-77-04 E-mail: abramova@vniro.ru ORCID: https://orcid.org/0000-0001-8278-2760</p>	<p>Liubov S. Abramova, Doctor of technical sciences, professor, Deputy Head of the Department for the Quality of Fish Food Products, Russian Federal Research Institute of Fisheries and Oceanography Verkhnyaya Krasnoselskaya Street, 17, 107140, Moscow, Russia Tel.: +7-915-064-77-04 E-mail: abramova@vniro.ru ORCID: https://orcid.org/0000-0001-8278-2760</p>
<p>Гусева Елена Сергеевна — специалист, Отдел Качества пищевой рыбной продукции, Всероссийский научно-исследовательский институт рыбного хозяйства и океанографии 107140, Москва, ул. Верхняя Красносельская, 17 Тел.: +7-917-505-92-06 E-mail: quality@vniro.ru ORCID: https://orcid.org/0000-0002-1377-1838</p>	<p>Elena S. Guseva, specialist, Fish Food Quality Department, Russian Federal Research Institute of Fisheries and Oceanography Verkhnyaya Krasnoselskaya Street, 17, 107140, Moscow, Russia Tel.: +7-917-505-92-06 E-mail: quality@vniro.ru ORCID: https://orcid.org/0000-0002-1377-1838</p>
<p>Дерунец Илья Вадимович — специалист, Отдел Качества пищевой рыбной продукции, Всероссийский научно-исследовательский институт рыбного хозяйства и океанографии 107140, Москва, ул. Верхняя Красносельская, 17 Тел.: +7-985-745-70-29 E-mail: quality@vniro.ru ORCID: https://orcid.org/0000-0001-7931-2602</p>	<p>Ilya V. Derunets, specialist, Fish Food Quality Department, Russian Federal Research Institute of Fisheries and Oceanography Verkhnyaya Krasnoselskaya Street, 17, 107140, Moscow, Russia Tel.: +7-985-745-70-29 E-mail: quality@vniro.ru ORCID: https://orcid.org/0000-0001-7931-2602</p>
Критерии авторства	Contribution
Авторы в равных долях имеют отношение к написанию рукописи и одинаково несут ответственность за плагиат	Authors equally relevant to the writing of the manuscript, and equally responsible for plagiarism
Конфликт интересов	Conflict of interest
Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов	The authors declare no conflict of interest