

■ СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ / REFERENCE MATERIALS

DOI: 10.20915/2687-0886-2020-16-3-37-51

УДК 547:620.11:006.91:53.089.68

РАЗРАБОТКА ПЕРВИЧНОЙ РЕФЕРЕНТНОЙ МЕТОДИКИ ИЗМЕРЕНИЙ И СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ МАССОВОЙ ДОЛИ СЫРОГО ЖИРА (МАСЛИЧНОСТИ) В СЕМЕНАХ МАСЛИЧНЫХ КУЛЬТУР И ПРОДУКТАХ НА ИХ ОСНОВЕ

© А. С. Сергеева, Е. Г. Парфенова, О. С. Голынец

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), г. Екатеринбург, Россия
e-mail: sergeevaas@uniim.ru
ORCID: 0000-0001-8347-2633

Поступила в редакцию – 02 июля 2020 г., после доработки – 03 сентября 2020 г.
Принята к публикации – 30 сентября 2020 г.

Статья посвящена разработке метрологического обеспечения измерений массовой доли сырого жира (масличности), который является трудноописываемым и обобщенным показателем качества семян масличных культур и продуктов на их основе, зерна зерновых и зернобобовых культур, кормов и кормовых компонентов. Результаты измерений данного показателя зависят от условий анализа и матрицы испытываемых проб. Проблема обеспечения сопоставимости результатов измерений может быть решена путем разработки первичной референтной методики измерений (далее – ПРМИ), а также соответствующих стандартных образцов для передачи единицы результатам рутинных измерений.

В основу ПРМИ положен улучшенный метод экстракции – метод Рэндалла, заключающийся в количественной экстракции свободного и химически или механически связанного жира из проб продукта с его последующим взвешиванием. Разработка ПРМИ включала оптимизацию параметров измерений с определением возможных пределов их варьирования, а также оценку составляющих неопределенности измерений с учетом вкладов, связанных с влиянием на результаты измерений применяемого оборудования и реактивов, уравнения измерений, методических факторов, неоднородности материала проб. Расширенная неопределенность результатов измерений массовой доли сырого жира (масличности) при коэффициенте охвата $k=2$ составила 0,15 %, что обеспечивает запас по точности разработанной ПРМИ по отношению к стандартизованным методикам измерений от 2,7 до 13,3 раз.

Сравнение результатов измерений массовой доли сырого жира (масличности) в семенах подсолнечника, сои, рапса, горчицы и льна по ПРМИ и ГОСТ 10857–64, ГОСТ 32749–2014, ГОСТ 8.597-2010 подтвердило отсутствие смещения результатов по ПРМИ по сравнению с результатами рутинных методов. Разработанная

Ссылка при цитировании:

Сергеева А. С., Парфенова Е. Г., Голынец О. С. Разработка первичной референтной методики измерений и стандартных образцов массовой доли сырого жира (масличности) в семенах масличных культур и продуктах на их основе // Эталоны. Стандартные образцы. 2020. Т. 16. № 3. С. 37–51. DOI: 10.20915/2687-0886-2020-16-3-37-51.

For citation:

Sergeeva A. S., Parfenova E. G., Golynets O. S. Development of primary reference measurement procedure and reference materials for mass fraction of crude fat (oil content) in oilseeds and other products on their base. *Measurement standards. Reference materials*. 2020;16(3): 37–51. DOI: 10.20915/2687-0886-2020-16-3-37-51 (In Russ.).

ПРМИ массовой доли сырого жира (масличности) в семенах масличных культур и продуктах на их основе (ФР.ПР1.31.2019.00009) совместно с ПРМИ массовой доли золы в пищевых продуктах и продовольственном сырье (ФР.ПР1.31.2018.00002), государственными эталонами единиц величин ГЭТ 173-2017, ГВЭТ 176-1-2010 была использована для характеристики 14 типов стандартных образцов: ГСО 11268–2019/ ГСО 11270–2019; ГСО 11279–2019 / ГСО 11283–2019; ГСО 11284–2019 / ГСО 11289–2019.

Ключевые слова: первичная референтная методика измерений, комбикорма, масличные культуры, массовая доля сырого жира, масличность, метод Рэндалла, стандартные образцы

DOI: 10.20915/2687-0886-2020-16-3-37-51

DEVELOPMENT OF PRIMARY REFERENCE MEASUREMENT PROCEDURE AND REFERENCE MATERIALS FOR MASS FRACTION OF CRUDE FAT (OIL CONTENT) IN OILSEEDS AND OTHER PRODUCTS ON THEIR BASE

© Anna S. Sergeeva, Elena G. Parfenova, Olga S. Golynets

UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology, Ekaterinburg, Russia

e-mail: sergeevaas@uniim.ru

ORCID: 0000-0001-8347-2633

Received – 02 July, 2020. Revised – 03 September, 2020.

Accepted for publication – 30 September, 2020.

The article is devoted to development of metrological support for measurements of mass fraction of crude fat (oil content) value which is hard to explain and generalised quality value of oilseeds and produced on their oilseeds residues, cereals and pulses, foodstuff and its components. Results of this value measurement depend on conditions of analysis and testing samples matrix. The problem of insuring of the results compossibility can be solved by the development of primary reference measurement procedure (PRMP) as well as development of related reference materials for transfer of the units to the results of routine measurements.

As the basic method was taken modified extractive method – Randall’s method of quantitative extraction of free and chemical or mechanical bound fat from product samples followed by measurement. Development of PRMP included the optimisation of the parameters of the measurement of the possible limits of their variation, as well as evaluating components of the uncertainty of measurement taking into account contributions related to influence on the measurement results of the applied equipment and reagents, equations, measurement, methodological factors, the heterogeneity of samples. The extended uncertainty of the measurement results of the mass fraction of crude fat (oil content) at the coverage coefficient $k=2$ was 0.15 %, providing a margin of accuracy of the developed PRMP concerning standardised measurement methods from 2.7 to 13.3 times.

Comparisons of measurement results of crude fat mass fraction (oil content) in the seeds of: sunflower, soy, rape plant, mustard, flax by PRMP and GOST 10857–64, GOST 32749–2014, GOST 8.597-2010 vindicated the absence of result biases according to PRMP in compare with the routine methods results. Developed PRMP for crude fat (oil content) mass fraction in oilseeds and other products on their base (FR.PR1.31.2019.00009) together with PRMP for mass fraction of ash in nutritive products and food ingredients (FR.PR1.31.2018.00002), and state standards for system of units GET 173-2017, GVET 176-1-2010 was used for characterisation of 14 types of reference materials such as GSO 11268–2019/ GSO 11270–2019; GSO 11279–2019/ GSO 11283–2019; GSO 11284–2019/ GSO 11289–2019.

Keywords: primary reference measurement procedure, foodstuff compound, oilseed crop, crude fat mass fraction, oil content, Randall’s method, reference materials

Введение

Массовая доля сырого жира (масличность) – главный показатель продуктивности семян масличных культур [1]. Содержание сырого жира подлежит контролю при оценке качества кормов и кормовых компонентов [2, 3], зерна зерновых и зернобобовых культур [4, 5], сырья для производства продуктов питания для детей раннего возраста, беременных и кормящих женщин, диетического лечебного и диетического профилактического питания [6, 7].

Существуют различные методы определения содержания сырого жира (масличности), которые делят на две группы. Методы первой группы основаны на способности жиров, основой которых являются глицериды жирных кислот, растворяться в органических растворителях. Сначала жир переводят в органическую фазу, а затем определяют его количество в экстракте гравиметрическим [8, 9] или другим способом, например, рефрактометрией [10], хроматографией [11]. При использовании данных методов глицериды при извлечении из тканей вследствие взаимной растворимости жиров увлекают за собой другие соединения: органические кислоты, фосфатиды, стерины, эфирные масла, воскообразные вещества, смолы, альдегиды, кетоны, красящие вещества. Отсюда наименование данного показателя – сырой жир, который в случае масличных семян с преобладающим содержанием триглицеридов заменяют на термин «масличность». Таким образом, содержание сырого жира (масличность) является «трудноописываемым» или «трудноформализуемым» показателем. Во-первых, измеренное значение зависит от условий экстракции [12]. Во-вторых, сочетание и пропорции соединений, входящих в состав жира, могут сильно варьироваться в зависимости от анализируемой пробы [13]. В-третьих, ни один существующий эталон в области физико-химического анализа не может передавать единицу при определении содержания сырого жира (масличности).

Ко второй группе относятся методы, которые позволяют определять содержание жира непосредственно в объекте, например, метод ядерного магнитного резонанса (ЯМР) [14], ИК спектроскопия [15]. Методы второй группы реализованы в экспрессных анализаторах качества продукции и продовольственного сырья. Они требуют построения градуировочной зависимости с использованием образцов, содержание сырого жира (масличности) измерено гравиметрическим методом. Вместе с тем результаты измерений, полученные гравиметрическим методом, как это было указано выше, напрямую зависят от условий экстракции (свойства растворителя, температура, продолжительность

экстракции и т. п.), которые должны быть оптимизированы в процессе разработки методики измерений. Таким образом, для обеспечения сопоставимости результатов измерений содержания сырого жира (масличности) при анализе пищевых продуктов и продовольственного сырья актуальным является создание первичной референтной методики измерений (ПРМИ), которая позволяет получать результаты измерений без их прослеживаемости [16]. Поскольку согласно [17] применение ПРМИ возможно на одном комплекте оборудования у единственного юридического лица, то для передачи единицы величины сырого жира (масличности) результатам рутинных измерений необходима также разработка соответствующих стандартных образцов (СО). Настоящая статья посвящена результатам разработки ПРМИ массовой доли сырого жира (масличности) в семенах масличных культур и продуктах на их основе и ее применения для характеристики СО.

Экспериментальная часть

Описание метода измерений и оборудования

В основу ПРМИ положен улучшенный метод экстракции – метод Рэндалла [9]. Суть метода заключается в количественной экстракции свободного и химически или механически связанного жира из проб продукта с его последующим взвешиванием.

Вспомогательное оборудование для подготовки проб включало размалывающее устройство, мельницу ножевую с охлаждением рабочей камеры, полуавтоматический вибрационный ситовой шейкер с комплектом сит, делитель проб.

При проведении измерений использовали экстракционную аппарат SER148/6 (VELP SCIENTIFICA, Италия), сушильный шкаф Binder FED-115 (WTB Binder, Германия), весы лабораторные электронные LE225D (Sartorius AG, Германия).

Массовая доля сырого жира (масличность), W_F , %, в испытуемой пробе рассчитывается по формуле

$$W_F = \frac{m_{\text{стакан+жир}} - m_{\text{стакан}} - m_{\text{стакан+жир,0}} + m_{\text{нав}}}{m_{\text{нав}}} + \frac{m_{\text{стакан,0}}}{m_{\text{нав}}} \cdot 100, \quad (1)$$

где $m_{\text{стакан+жир}}$ – масса стакана с экстрагированным жиром, г;

$m_{\text{стакан}}$ – масса стакана, г;

$m_{\text{стакан+жир,0}}$ – масса стакана с экстрагированным жиром при контрольном измерении, г;

$m_{\text{стакан},0}$ – масса стакана при контрольном измерении, г;

$m_{\text{нав}}$ – масса навески, г.

Порядок подготовки проб

Образцами для исследования при разработке ПРМИ массовой доли сырого жира (масличности) являлись пробы семян масличных культур и продуктов на их основе, зерна зерновых и зернобобовых культур, комбикормов и кормовых компонентов, стандартные образцы утвержденного типа состава зерна и продуктов его переработки ГСО 9734–2010 [18]. Пробы очищали от инородных минеральных и органических включений, тщательно перемешивали и измельчали. Перед измельчением проб ступку или стакан мельницы лабораторной предварительно промасливали путем измельчения и последующего отбрасывания небольшого количества пробы, взятой из того же образца.

Пробы зерна зерновых и зернобобовых культур непосредственно перед измерением измельчали на мельнице лабораторной до полного прохождения через сито с ячейками размером 200 мкм и снова тщательно перемешивали. Семена подсолнечника измельчали на мельнице лабораторной или в ступке до такой степени, пока ядро не превращалось в муку, а лузга не принимала вид частиц длиной не более $\frac{1}{4}$ длины семени; соевые семена измельчали до прохода частиц через сито с ячейками размером 200 мкм. Семена остальных масличных культур измельчали до однородного состояния. Пробы комбикорма и кормовых компонентов измельчали на мельнице лабораторной до прохода частиц через сито с ячейками размерами 200 мкм (для проб шротов,

жмыхов), 1 мм (для проб комбикорма). Трудно измельчаемые остатки (лузгу, шелуху и т. д.) измельчали ножами, растирали в фарфоровой ступке, присоединяли к измельченной на мельнице пробе и тщательно перемешивали.

Порядок выполнения измерений

К гильзам, содержащим взвешенные навески продуктов, присоединяли адаптеры и вводили в держатели экстракционного аппарата SER148/6. В экстракционные стаканы с кипелками наливали н-гексан. Стаканы с н-гексаном устанавливали на плитку экстракционного аппарата. Экстракционный аппарат герметизировали, включали, запускали подачу охлаждающей воды. Устанавливали параметры: температура экстракции, время экстракции, время промывки, время регенерации растворителя. По окончании экстракции прибор выключали, снимали стаканы с экстрактом. Далее стаканы с экстрактом высушивали в сушильном шкафу, охлаждали в эксикаторе и взвешивали.

Результаты и их обсуждение

Выбор параметров экстракции

При выборе параметров измерений были учтены режимы измерений, установленные как в национальных, так и международных стандартах на методы измерений данной величины.

Результаты экспериментальных исследований при выборе времени экстракции при разработке ПРМИ массовой доли сырого жира (масличности) на примере проб зерна пшеницы и семян подсолнечника представлены на рис. 1–2. При выборе времени экстракции

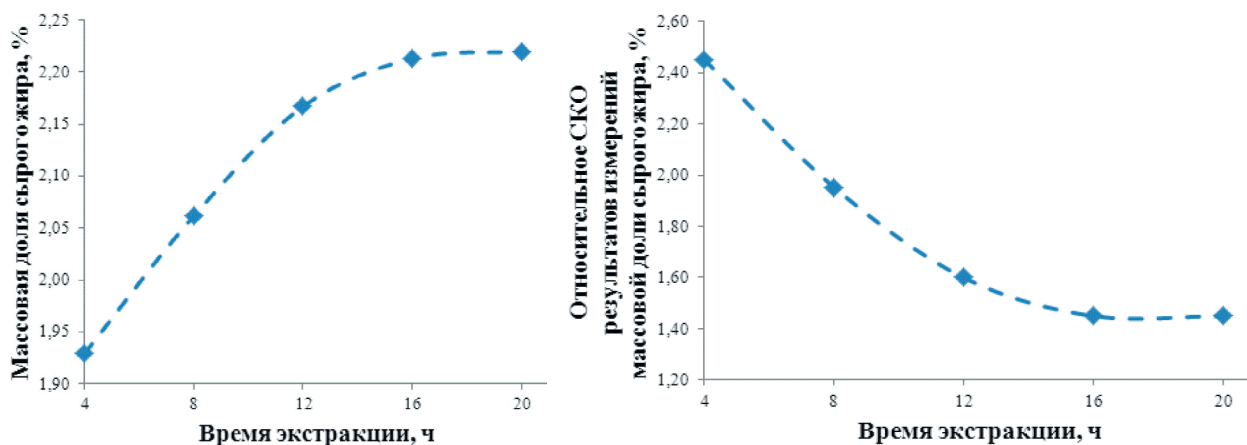


Рис. 1. Результаты варьирования времени экстракции для проб зерна пшеницы: а) критерий – полнота экстракции; б) критерий – минимальное СКО

Fig. 1. Results of time extraction variation for wheat seeds samples: а) criteria – fulness of extraction; б) criteria – minimal mean-square deviation

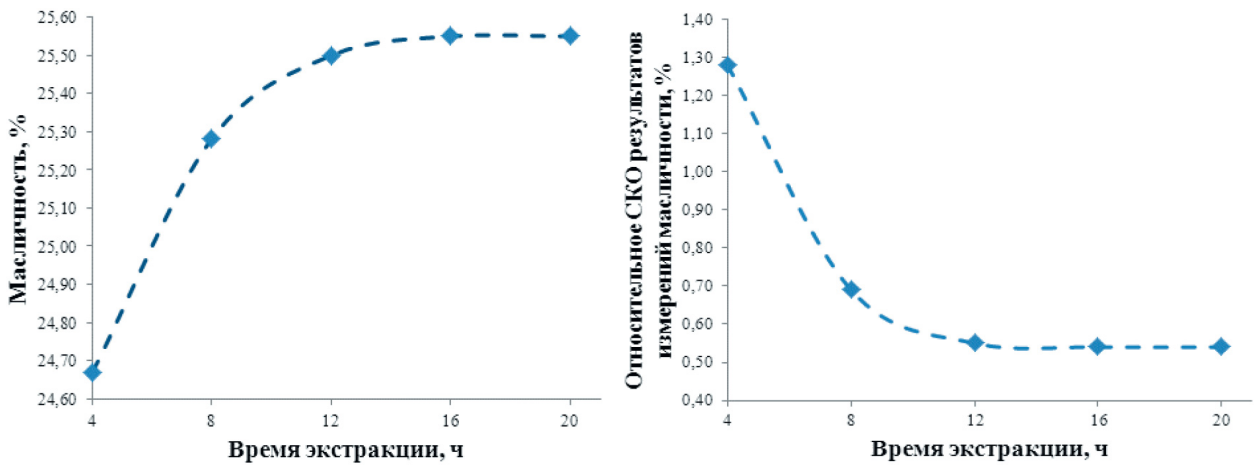


Рис. 2. Результаты варьирования времени экстракции для проб семян подсолнечника:
а) критерий – полнота экстракции; б) критерий – минимальное СКО

Fig. 2. Results of time extraction variation for sunflower seeds samples:
a) criteria – fulness of extraction; b) criteria – minimal mean-square deviation

было использовано два критерия: полнота экстракции и минимальное относительное среднее квадратическое отклонение (СКО) результатов измерений.

В табл. 1 представлены результаты измерений массовой доли сырого жира (масличности) для проб различных объектов при временах экстракции 4 и 16 часов соответственно. Относительное расхождение между полученными результатами варьируется от 1,1 % до 21,7 %.

Выбранное время экстракции при определении массовой доли сырого жира (масличности) составило 16 часов.

Выбор массы навески

Масса навески, отбираемой для измерений, зависит от предполагаемого содержания сырого жира (масличности) в испытуемой пробе. Чем меньше жира содержится в продукте, тем больше должна быть навеска. И наоборот, чем больше содержание жира, тем навеска должна быть меньше. Величина навески ограничена сверху параметрами используемых гильз. Кроме того, большая масса обуславливает увеличение времени экстракции. Вместе с тем отбор слишком маленькой навески приведет к увеличению погрешности (неопределенности) результатов измерений.

Таблица 1. Результаты измерений массовой доли сырого жира (масличности) для проб различных объектов при временах экстракции 4 и 16 часов

Table 1. Results of measurement of crude fat (oil content) mass fraction for various objects samples in 4 and 16 hours of extraction

Объект измерений	Результаты измерений массовой доли сырого жира (масличности), %		Относительное расхождение, %
	$t_{\text{экст}}=4 \text{ ч}$	$t_{\text{экст}}=16 \text{ ч}$	
Зерно пшеницы	1,93	2,21	12,8
Комбикорм для кур	2,72	2,83	3,9
Семена подсолнечника 1	28,70	31,50	8,9
Семена подсолнечника 2	24,67	25,55	3,1
Семена сои	21,84	22,59	3,3
Семена горчицы	25,11	29,09	13,7
Жмых рапса	9,61	9,72	1,1
Шрот рапса	2,95	3,77	21,7

При выборе навески был использован метод дихотомии [19]. Полученные результаты выбора массы навески при измерении массовой доли сырого жира (масличности) на примере проб семян подсолнечника представлены на рис. 3.

Как видно из рис. 3, увеличение массы навески пробы приводит к снижению относительного СКО результатов измерений за счет уменьшения разброса при взвешивании экстракта и достигает минимума при массе навески, равной 2,5 г. Дальнейшее увеличение массы навески при сохранении параметров экстракции сопровождается ростом относительного СКО результатов. Выбранного времени экстракции 16 часов оказывается недостаточным для извлечения всего сырого жира из увеличенной навески, т. е. наблюдается ситуация, аналогичная продемонстрированной на рис. 1–2.

Аналогичные экспериментальные исследования были проведены для проб зерна зерновых и зернобобовых культур; семян масличных культур; комбикормов и кормовых компонентов.

Оценивания показателей точности ПРМИ

После установления параметров измерений и их размахов проводили оценивание погрешности (неопределенности) результатов измерений массовой доли сырого жира (масличности). При этом были учтены следующие составляющие:

– стандартная неопределенность (стандартное отклонение) повторяемости и внутрилабораторной прецизионности в соответствии с РМГ 61–2010 [20];

– стандартная неопределенность типа В (стандартное отклонение неисключенной систематической погрешности) в соответствии с Руководством ЕВРАХИМ/СИТАК [21];

– стандартная неопределенность от неоднородности (стандартное отклонение, связанное с неоднородностью пробы) с учетом положений ГОСТ Р ИСО 5725-5-2002 [22].

Оценка стандартной неопределенности типа В (стандартного отклонения неисключенной систематической погрешности) была выполнена с учетом источников неопределенности, представленных в виде диаграммы «причина–следствие» на рис. 4.

Источниками неопределенности, непосредственно входящими в уравнение измерений (1), являются неопределенность взвешивания массы стакана с экстрагированным жиром $m_{\text{стакан+жир}}$, массы стакана $m_{\text{стакан}}$, массы стакана с экстрагированным жиром при контрольном измерении $m_{\text{стакан+жир},0}$, массы стакана при контрольном измерении $m_{\text{стакан},0}$, массы навески $m_{\text{нав}}$.

Другими источниками неопределенности, которые не входят в уравнение измерения, но оказывают влияние на результат измерений массовой доли сырого жира (масличности), являются масса навески продукта $m_{\text{продукт}}$, объем гексана $V_{\text{р-ля}}$, температура экстракции $T_{\text{экт}}$, время экстракции $t_{\text{экт}}$, время промывки $t_{\text{промывки}}$.

Смещение, связанное с методическими параметрами, оценивали путем проведения многофакторного эксперимента [23], который впоследствии обрабатывался регрессионным анализом с помощью пакета анализа Microsoft Excel.

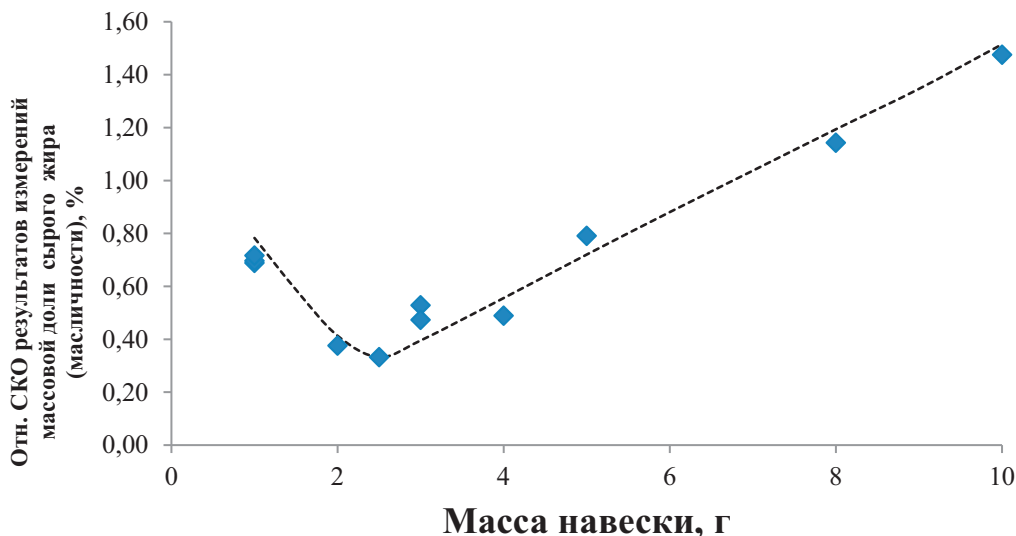


Рис. 3. Результаты варьирования массы навески для проб семян подсолнечника при времени экстракции 16 часов

Fig. 3. Results of sample weight variation for sunflower seeds samples for the time of extraction in 16 hours

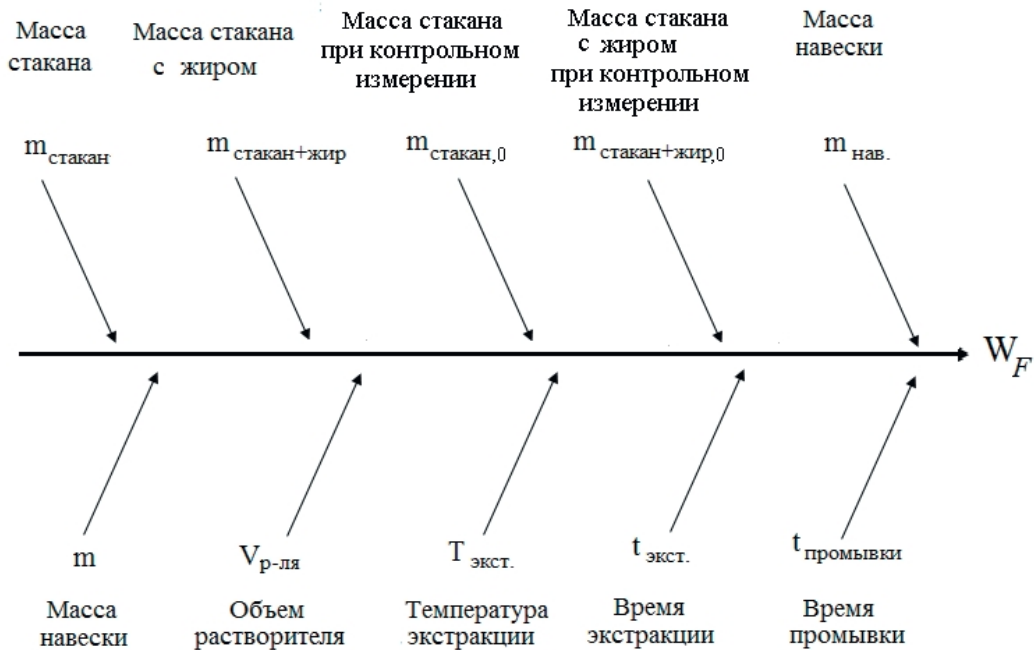


Рис. 4. Источники неопределенности при реализации метода Рэндалла
Fig. 4. Sources of uncertainty at Randall's method realisation

Исходные данные для многофакторного эксперимента и полученные значения коэффициентов влияния приведены в табл. 2.

В ходе исследования было получено, что повышение точности применяемого оборудования, а также степени гомогенизации при подготовке проб не приводят к дальнейшему повышению точности в связи

с неоднородностью материала исследуемых проб. Вклад неоднородности в суммарную неопределенность результатов измерения, оцененный с использованием модели гетерогенного материала [22], представлен на рис. 5. Бюджет неопределенности результатов измерений массовой доли сырого жира (масличности) в пробах семян подсолнечника представлен в табл. 3.

Таблица 2. Параметры варьирования при проведении многофакторного эксперимента для проб семян подсолнечника с массовой долей сырого жира (масличности) 25,6%

Table 2. Parameters of variation at carrying of multifactorial testing for sunflower seeds samples. Crude fat (oil content) mass fraction – 25.6%

Фактор влияния	X_0	Величина варьирования	X_+	X_-	Коэффициент влияния
Масса навески, г	2,5	0,5	3,0	2,0	0,0004
Объем гексана, см ³	60	5	65	55	0,0002
Температура экстракции, °С	130	5	135	125	0,0073
Время экстракции, мин.	960	120	1080	840	0,0052
Время промывки, мин.	180	30	210	150	0,0011

Обозначения в таблице:

X_0 – оптимальное значение фактора;

X_+ , X_- – максимальное и минимальное значение фактора соответственно.

Таблица 3. Бюджет неопределенности результатов измерений массовой доли сырого жира (масличности) в пробах семян подсолнечника

Table 3. Uncertainty budget of the results of crude fat mass fraction (oil content) measurement in sunflower seeds

Источник	Оценка	Ед. изм.	u_i	Козф. чувств. c_i	Закон распр.	Число степ. своб. ν_i	$c_i u_i$	$c_i^2 u_i^2$
Прецизионность	25,634	%	0,062	1	N	4	$6,2 \cdot 10^{-2}$	$2,7 \cdot 10^{-3}$
$m_{\text{стакан+жир}}$	73,79248	г	$3,0 \cdot 10^{-5}$	40,0	R	∞	$1,2 \cdot 10^{-3}$	$1,4 \cdot 10^{-6}$
$m_{\text{стакан}}$	73,14882	г	$3,0 \cdot 10^{-5}$	-40,0	R	∞	$-1,2 \cdot 10^{-3}$	$1,4 \cdot 10^{-6}$
$m_{\text{стакан+жир},0}$	73,10890	г	$3,0 \cdot 10^{-5}$	-40,0	R	∞	$-1,2 \cdot 10^{-3}$	$1,4 \cdot 10^{-6}$
$m_{\text{стакан},0}$	73,10610	г	$3,0 \cdot 10^{-5}$	40,0	R	∞	$1,2 \cdot 10^{-3}$	$1,4 \cdot 10^{-6}$
$m_{\text{нав}}$	2,50006	г	$3,0 \cdot 10^{-5}$	-10,3	R	∞	$-3,1 \cdot 10^{-4}$	$9,5 \cdot 10^{-8}$
$m_{\text{продукта}}$	2,50	г	0,29	0,0004	N	8	$1,2 \cdot 10^{-4}$	$1,3 \cdot 10^{-8}$
$V_{\text{р-ля}}$	60,0	см ³	2,9	0,0002	N	8	$5,8 \cdot 10^{-4}$	$3,3 \cdot 10^{-7}$
$T_{\text{кип}}$	130,0	°C	2,9	0,0073	N	8	$2,1 \cdot 10^{-2}$	$4,4 \cdot 10^{-4}$
$t_{\text{экст}}$	960,0	мин	2,9	0,0052	N	8	$1,5 \cdot 10^{-2}$	$2,3 \cdot 10^{-4}$
$t_{\text{промывки}}$	180,0	мин	2,9	0,0011	N	8	$3,2 \cdot 10^{-3}$	$1,0 \cdot 10^{-5}$
Стандартная неопределенность типа A, u_A , %								0,062
Стандартная неопределенность типа B, u_B , %								0,026
Суммарная стандартная неопределенность, u_c , %								0,067
Расширенная неопределенность U ($k=2$), %								0,13

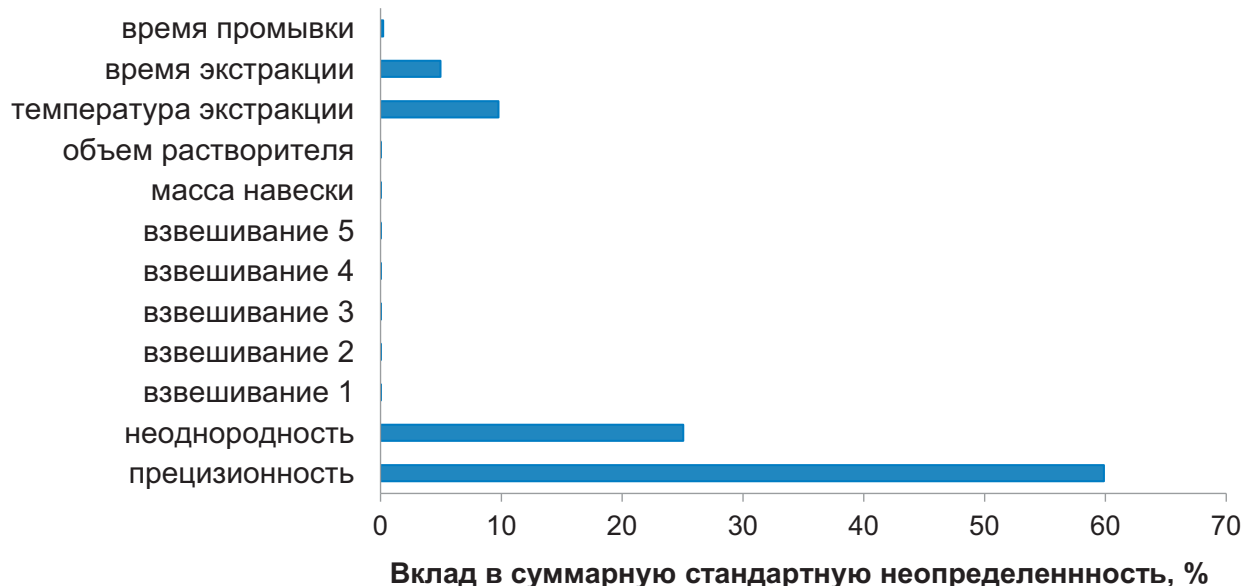


Рис. 5. Вклады от различных источников в суммарную стандартную неопределенность результатов измерений массовой доли сырого жира (масличности) для проб семян подсолнечника

Fig. 5. Contributions from various sources in combined standard uncertainty of measurement results of crude fat mass fraction (oil content) for sunflower seeds

Показатели точности ПРМИ массовой доли сырого жира (масличности) в семенах масличных культур и продуктах на их основе – в табл. 4.

Для подтверждения наивысшей точности ПРМИ был проведен сравнительный анализ показателей

точности ПРМИ и стандартизованных методик измерений (табл. 5).

Из табл. 5 видно, что запас по точности разработанной ПРМИ по отношению к стандартизованным методикам измерений составляет от 2,7 до 13,3 раз.

Таблица 4. Диапазоны измерений, значения показателей точности ПРМИ массовой доли сырого жира (масличности) в семенах масличных культур и продуктах на их основе

Table 4. Measuring results and values of accuracy PRMP for crude fat mass fraction (oil content) in oilseeds and products on their base

Объект измерений	Диапазон измерений массовой доли сырого жира (масличности), %	Границы абсолютной погрешности при доверительной вероятности $P=0,95$, $\pm\Delta$, %	Расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k=2$, U
Зерно зерновых и зернобобовых культур	от 0,2 до 10 вкл.	0,15	0,15
Семена масличных культур и продукты на их основе	от 0,2 до 70 вкл.	0,15	0,15
Комбикорма и кормовые компоненты	от 0,5 до 30 вкл.	0,15	0,15

Таблица 5. Сравнительная характеристика показателей точности ПРМИ массовой доли сырого жира (масличности) в семенах масличных культур и продуктах на их основе и стандартизованных методик измерений

Table 5. Comparing characteristics of accuracy rate of PRMP for crude fat mass fraction (oil content) in oilseeds and products on their base and standardised measurement procedures

Объект измерений	Показатель точности ПРМИ $\pm\Delta$, %	Стандартизованная методика измерений (ГОСТ)	Показатели точности ГОСТ $\pm\Delta$, %
Зерно зерновых и зернобобовых культур	0,15	ГОСТ 27670–88	0,5*
		ГОСТ 29033–91	0,4–1,7*
		ГОСТ ISO 11085–2016	0,4*
Семена масличных культур и продукты на их основе	0,15	ГОСТ 8.597–2010	0,6
		ГОСТ 10857–64	0,4–0,7*
		ГОСТ 32749–2014	0,4–2,0
		ГОСТ ISO 659–2017	0,8–1,2*
Комбикорма и кормовые компоненты	0,15	ГОСТ Р 57543–2017	0,4*
		ГОСТ 8.597–2010	0,5
		ГОСТ 13496.15–2016	0,4–1,9
		ГОСТ 13979.2–94	0,6*
		ГОСТ 30131–96	0,4–0,6*
		ГОСТ 32040–2012	0,4*
		ГОСТ 32749–2012	0,4–1,5
		ГОСТ 32905–2014	0,6*
		ГОСТ ISO 734–1–2016	0,5–0,8*
		ГОСТ ISO 734–2–2016	0,6*
ГОСТ ISO 11085–2016	0,4*		

* – в документе отсутствуют значения границы погрешности получаемых результатов, показатель точности принят равным удвоенному значению СКО воспроизводимости методики измерений.

Экспериментальное опробование процедуры применения ПРМИ для оценки правильности результатов измерений

Экспериментальное опробование процедуры применения ПРМИ для оценки правильности результатов измерений проведено путем сравнения результатов измерений массовой доли сырого жира (масличности) в семенах масличных культур, полученных по ПРМИ и испытательными лабораториями (ИЛ) с использованием стандартизованных методик измерений: экстракция на аппарате Сокслета по ГОСТ 10857–64 [24], ИК спектроскопия по ГОСТ 32749–2014 [25] и ЯМР по ГОСТ 8.597-2010 [26]. Результаты измерений представлены в табл. 6.

По данным, представленным в табл. 6, рассчитывали абсолютное расхождение, D , между результатом по ПРМИ и результатом, полученным в ИЛ, по формуле

$$D = W_{ИЛ} - W_{ПРМИ}, \quad (2)$$

где $W_{ИЛ}$ – результат измерений массовой доли сырого жира (масличности) в ИЛ, %;

$W_{ПРМИ}$ – результат измерений массовой доли сырого жира (масличности) по ПРМИ, %.

Полученные значения расхождения для всех проб не превышают значения абсолютной погрешности стандартизованной методики измерений. Следовательно, ПРМИ не дает смещения по сравнению с результатами

рутинных методов. Кроме того, ПРМИ обеспечивает запас точности порядка 1:3 и более и может использоваться для оценки правильности результатов измерений, получаемых по другим методикам.

Разработанная методика была утверждена в качестве Государственной ПРМИ приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 декабря 2019 г. № 3403 и внесена в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений под номером ФР.ПР1.31.2019.00009.

Разработка стандартных образцов

Разработанная ГПРМИ массовой доли сырого жира (масличности) в семенах масличных культур и продуктах на их основе (ФР. ПР1.31.2019.00009) была использована для установления аттестованных значений массовой доли жира (сырого жира, масличности) при характеристике СО состава семян масличных культур, продуктов их переработки и комбикормов.

Измерения массовой доли влаги в СО осуществляли с применением эталонной установки, реализующей термогравиметрический метод, из состава Государственного первичного эталона единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах ГЭТ 173-2017 [27]. Измерения массовой

Таблица 6. Результаты измерений массовой доли сырого жира (масличности) в семенах масличных культур

Table 6. Results of measurement of crude fat mass fraction (oil content) in oilseeds

Проба	Результат измерений по ПРМИ, %	№ ИЛ	Результат измерений в ИЛ, %	Метод испытаний	Абсолютное расхождение, %
Семена подсолнечника 1	33,33±0,15	1	32,67±0,70	Сокслет	-0,66
		2	33,80±0,70	Сокслет	0,47
		3	33,16±0,70	Сокслет	-0,17
Семена подсолнечника 2	27,20±0,15	1	28,5±1,5	ИК спектроскопия	1,30
		2	27,80±0,70	Сокслет	0,60
Семена сои	24,17±0,15	1	24,0±1,5	ИК спектроскопия	-0,17
		2	23,80±0,40	Сокслет	-0,37
Семена рапса	42,76±0,15	1	43,00±0,70	Сокслет	0,24
		2	42,70±0,70	Сокслет	-0,06
		3	42,60±0,60	ЯМР	-0,16
Семена горчицы	30,02±0,15	1	30,10±0,70	Сокслет	0,08
		2	29,70±0,70	Сокслет	-0,32
		3	29,50±0,60	ЯМР	-0,52
Семена льна	45,74±0,15	1	45,50±0,70	Сокслет	-0,24
		2	45,80±0,70	Сокслет	0,06
		3	45,90±0,60	ЯМР	0,16

доли азота (белка, сырого протеина) осуществляли с применением Государственного вторичного эталона единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах на основе объемного титриметрического метода анализа ГВЭТ 176–1–2010 [28]. Массовая доля сырой золы была установлена с применением ГПРМИ массовой доли золы в пищевых продуктах и продовольственном сырье (ФР.ПР1.31.2018.00002) [29].

Для приготовления СО использовали следующее продовольственное сырье: комбикорм, семена масличных культур, продукты их переработки (табл. 7), которое расфасовали в герметичные полиэтиленовые пакеты. Масса СО состава комбикормов составила от 30 до 100 г, СО состава семян масличных культур, продуктов их переработки – от 30 до 600 г в зависимости от требований заказчика.

Исследование метрологических характеристик материала СО были проведены в соответствии с ГОСТ ISO Guide 35–2015 [26] с учетом вклада от неоднородности и нестабильности материала СО, а также от способа установления аттестованных значений. Метрологические характеристики разработанных СО представлены в табл. 8.

Значения массовых долей азота (белка, сырого протеина), жира (сырого жира, масличности), золы указаны в пересчете на абсолютно сухое вещество. Срок годности всех СО составляет 6 месяцев. СО предназначены для метрологического обеспечения средств измерений и методик измерений.

Разработанные СО были успешно внедрены в практику поверки анализаторов состава семян масличных культур и продуктов их переработки, основанных на спектроскопии в ближней ИК-области (Infrac 1241, ИНФРАСКАН) и ЯМР методе (ЯМР – анализаторы АМВ-1006М). В табл. 9 приведены сведения о количестве поверок, проведенных специалистами УНИИМ с применением разработанных СО в период с 2019 по 01.08.2020.

Данные табл. 9 демонстрируют высокую востребованность разработанных СО для метрологического обеспечения экспрессных анализаторов состава семян масличных культур и продуктов их переработки.

Заключение

1. Разработана ПРМИ массовой доли сырого жира (масличности) в семенах масличных культур и продуктах на их основе, реализованная на одном комплексе оборудования и обеспечивающая наивысшую в Российской Федерации точность получаемых результатов.

2. Разработанная методика утверждена в качестве Государственной ПРМИ приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 декабря 2019 г. № 3403 с присвоением ей регистрационного номера ФР.ПР1.31.2019.00009.

3. Разработаны, утверждены и внесены в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений 14 типов СО состава продовольственного сырья:

Таблица 7. Материал СО
Table 7. Material of RM

Номер СО	Индекс СО	Материал СО
ГСО 11268–2019	КК-1–1	Комбикорм для сельскохозяйственной птицы
ГСО 11269–2019	КК-1–2	Комбикорм для свиней
ГСО 11270–2019	КК-1–3	Комбикорм для крупного рогатого скота
ГСО 11279–2019	ППМК-1	Шрот подсолнечный
ГСО 11280–2019	ППМК-2	Шрот соевый
ГСО 11281–2019	ППМК-3	Шрот рапсовый
ГСО 11282–2019	ППМК-4	Жмых подсолнечный
ГСО 11283–2019	ППМК-5	Жмых соевый
ГСО 11284–2019	СМК-1	Подсолнечник
ГСО 11285–2019	СМК-2	Соя
ГСО 11286–2019	СМК-3	Горчица
ГСО 11287–2019	СМК-4	Рапс
ГСО 11288–2019	СМК-5	Лен
ГСО 11289–2019	СМК-6	Хлопчатник

Таблица 8. Метрологические характеристики СО состава семян масличных культур, продуктов их переработки и комбикормов

Table 8. Metrological characteristics of RMs for composition of oilseeds, products of their processing and foodstuff compounds

Аттестуемая характеристика	Диапазон аттестованных значений СО, %	Границы абсолютной погрешности аттестованного значения СО при доверительной вероятности $P=0,95, \pm\Delta, \%$
ГСО 11268–2019/ ГСО 11270–2019 состава комбикормов (набор КК-1 СО УНИИМ)		
Массовая доля влаги	7,0–18,0	0,2
Массовая доля азота	1,60–4,80	0,05
Массовая доля сырого протеина	10,0–30,0	0,3
Массовая доля сырого жира	1,0–10,0	0,2
Массовая доля сырой золы	1,00–10,00	0,05
	10,0–20,0	0,1
ГСО 11279–2019 / ГСО 11283–2019 массовой доли жира, белка, влаги в продуктах переработки масличных культур (набор ППМК СО УНИИМ)		
Массовая доля жира (масличность)	0,5–30,0	0,2
Массовая доля белка	15,0–31,0	0,3
	31,0–60,0	0,35
Массовая доля влаги	3,0–15,0	0,2
ГСО 11284–2019 / ГСО 11289–2019 массовой доли жира, белка, влаги в семенах масличных культур (набор СМК СО УНИИМ)		
Массовая доля жира (масличность)	13,0–60,0	0,2
Массовая доля белка	15,0–31,0	0,3
	31,0–50,0	0,35
Массовая доля влаги	4,0–20,0	0,2

Таблица 9. Сведения о количестве проверок с применением ГСО 11279–2019 / ГСО 11283–2019, ГСО 11284–2019 / ГСО 11289–2019

Table 9. Information about number of verifications with usage of GSO 11279–2019 / GSO 11283–2019, GSO 11284–2019 / GSO 11289–2019

Год проведения	Количество поверенных СИ	
	ИК-анализаторы	ЯМР-анализаторы
2019	28	197
2020 (до 01.08.2020)	53	100

– ГСО 11268–2019/ ГСО 11270–2019 состава комбикормов (набор КК-1 СО УНИИМ);

– ГСО 11279–2019 / ГСО 11283–2019 массовой доли жира, белка, влаги в продуктах переработки масличных культур (набор ППМК СО УНИИМ);

– ГСО 11284–2019 / ГСО 11289–2019 массовой доли жира, белка, влаги в семенах масличных культур (набор СМК СО УНИИМ).

4. Применение разработанных СО, аттестованные значения которых установлены с использованием

государственных эталонов единиц величин ГЭТ 173-2017, ГВЭТ 176-1-2010 и ПРМИ (ФР.ПР1.31.2019.00009, ФР.ПР1.31.2018.00002), позволит обеспечить сопоставимость результатов рутинных измерений при проверке качества продовольственного сырья на территории Российской Федерации.

Вклад соавторов

Все авторы сделали эквивалентный вклад в подготовку публикации.



ЛИТЕРАТУРА

1. Подсолнечник: биохимия, селекция, возделывание / Д. И. Никитчин [и др.]. Пологи: РПК «Пологівски друкарня», 2002. 494 с.
2. Мунгин В. В., Арюкова Е. А., Гибалкина Н. И. Влияние сырого жира в продукционных комбикормах на продуктивность и убойные качества товарного карпа // *Аграрный научный журнал*. 2018. № 3. С. 25–27. <https://doi.org/10.28983/asj.v0i3.40>.
3. Алиев А. А. Липидный обмен и продуктивность жвачных животных. М.: Колос, 1980. 381 с.
4. Investigation of the relationship between wheat lipids and baking properties / Karpati E. M. et al. // *Acta aliment.* 1990. Vol. 19, no. 3. P. 237–260.
5. Хроматографическое исследование гликолипидов пшеницы / У. Т. Жуманова [и др.] // *Применение хроматограмм в пищ. микробиол. и мед. промышленности: Материалы Всерос. конф. / Геленджик, 1990. С. 25–26.*
6. Жиры. Химический состав и экспертиза качества / О. Б. Рудаков [и др.]. М.: ООО Дели принт, 2005. 312 с.
7. TP TC 027/2012 О безопасности отдельных видов специализированной пищевой продукции, в том числе диетического лечебного и диетического профилактического питания: Принят Решением Совета Евразийской экономической комиссии от 15 июня 2012 г. № 34 // *Электронный фонд правовой и нормативно-технической документации [Электронный ресурс]*. URL: <http://docs.cntd.ru/document/902352823>.
8. Wei H., Zhong H., Wang H. Improvement on determination of crude oil by Soxhlet extraction // *China Oilsand Fats*. 2004. Vol. 6. P. 52–54.
9. Randall E. L. Improved method for fat and oil analysis by a new process of extraction / E. L. Randall // *J AOAC*. 1974. Vol. 57. P. 1165–1168.
10. Zach C. Refractometric determination of fat in foods // *Mitteilungen aus dem Gebiet der Lebensmitteluntersuchung und -Hygiene*. 1937. Vol. 28. P. 1–5.
11. Gas chromatographic determination of total fat extracted from food samples using hydrolysis in the presence of antioxidant // S. D. House et al. // *J AOAC Int*. 1994. Vol. 77, no. 4. P. 960–965.
12. Fat Contents of cereal foods: comparison of classical with recently developed extraction techniques / W. Zou et al. // *J AOAC Int*. 1999. Vol. 82, no. 1. P. 141–150.
13. Скурихин И. М. Все о пище с точки зрения химика: справочное издание. М.: Высшая школа, 1991. 288 с.
14. Прудников С. М., Витюк Б. Я., Зверев Л. В. Метод ЯМР для определения влажности и масличности сельскохозяйственных материалов // *Методы оценки соответствия*. 2009. № 9. С. 18–19.
15. Ефименко С. Г., Ефименко С. К. Определение содержания масла и влаги в семенах горчицы с помощью ИК-спектроскопии // *Масличные культуры*. 2019. № 4 (180). С. 36–44. DOI: 10.25230/2412–608X-2019-4-180-36-44.
16. О внесении изменений в Федеральный закон «Об обеспечении единства измерений»: федер. закон Рос. Федерации от 21 июля 2014 г. № 254-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 1 июля 2014 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 9 июля 2008 г. // *Собр. законодательства Рос. Федерации*. 2014. № 30, ст. 4255.
17. Об утверждении Порядка аттестации методики (метода) измерений, принимаемой в качестве референтной методики (метода) измерений: утвержд. Решением Коллегией Евразийской экономической комиссии от 7 июня 2016 г. № 68.
18. Koryakov V. I., Medvedevskikh M. Y., Medvedevskikh S. V. et al. Development of standard samples of mass fractions of moisture and protein in grain and grain products. *Measurement Techniques*. 2012;54:1198–1202. <https://doi.org/10.1007/s11018-012-9871-8>.
19. Wilde D. J. Optimum seeking methods. NY: Prentice. Hall. Inc., 1964. 423 p.
20. РМГ 61–2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки. М.: Стандартинформ, 2013. 62 с.
21. Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК СГ4. Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях. 3-е изд. // *Eurachem [Электронный ресурс]*. URL: https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/QUAM2012_P1_RU.pdf. (дата обращения: 26.08.2020).
22. ГОСТ Р ИСО 5725-5-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений. М.: Стандартинформ, 2009. 58 с.
23. Дерффель К. Статистика в аналитической химии: пер. с нем. И. С. Шапльгина. Под ред. В. В. Налимова. М.: Мир, 1994. 268 с.
24. ГОСТ 10857–64 Семена масличные. Методы определения масличности. М.: Стандартинформ, 2010. 6 с.
25. ГОСТ 32749–2014 Семена масличные, жмыхи и шроты. Определение влаги, жира, протеина и клетчатки методом спектроскопии в ближней инфракрасной области. М.: Стандартинформ, 2015. 8 с.
26. ГОСТ 8.597–2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Семена масличных культур и продукты их переработки. Методика измерений масличности и влажности методом импульсного ядерного магнитного резонанса. М.: Стандартинформ, 2011. 11 с.
27. Медведевских С. В., Медведевских М. Ю., Карпов Ю. А. Общие подходы к оценке неопределенности результатов воспроизведения единиц содержания воды в твердых веществах и материалах // *Измерительная техника*. 2015. № 8. С. 65–70.
28. Krasheninina M. P., Medvedevskikh M. Y., Medvedevskikh S. V. et al. An Estimate of the Metrological Characteristics of a Standard Sample of the Composition of Dried Whole Milk using Primary and Secondary State Standards. *Measurement Techniques*. 2013;56:1076–1082. <https://doi.org/10.1007/s11018-013-0333-8>.
29. Государственная первичная референтная методика измерений массовой доли золы в пищевых продуктах и продовольственном сырье / М. Ю. Медведевских [и др.] // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2019. Т. 85, № 6. С. 70–80. <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2019-85-6-70-80>.

30. ГОСТ ISO Guide 35–2015 Стандартные образцы. Общие и статистические принципы сертификации (аттестации). М.: Стандартинформ, 2017. 66 с.

REFERENCE

1. Nikitchin D. I. et al. Sunflower: biochemistry, selection, cultivation. Canopy, RPK «Pologivski Drukarnya», 2002. 494 p. (in Russ.).
2. Mungin V. V., Ariukova E. A., Gibalkina N. I. Influence of crude fat in productional feed-stuff on productivity and slaughter of marketable carp. *Agrarian Scientific Journal*. 2018;(3):25–27. <https://doi.org/10.28983/asj.v0i3.405>. (in Russ.).
3. Aliev A. A. Lipid metabolism and productivity of ruminants. Moscow, Kolos, 1980. 381 p. (in Russ.).
4. Karpati E. M. et al. Investigation of the relationship between wheat lipids and baking properties. *Acta aliment*. 1990;19(3):237–260.
5. Zhumanova U. T., Batrakov S. G., Dubtsova G. N., Nechaev A. P. Chromatographic study of wheat glycolipids. In: Materials of the All-Russian conference «Application of chromatograms in the food microbiological and medical industries». Gelendzhik, 1990. P. 25–26. (in Russ.).
6. Rudakov O. B., Ponomarev A. N., Polianskii K. K., Liubar' A. V. Fats. Chemical composition and quality examination. Moscow, OOO «DeLi print», 2005. 312 p.
7. TR TS027/2012 On the safety of certain types of specialized food products, including dietary therapeutic and dietary preventive nutrition: Technical Regulations of the Customs Union dated 15 June, 2012, no. 34.
8. Wei H., Zhong H., Wang H., Wei H. Improvement on determination of crude oil by Soxhlet extraction. *China Oilsand Fats*. 2004;(6):52–54.
9. Randall E. L. Improved method for fat and oil analysis by a new process of extraction. *J. AOAC*. 1974;(57):1165–1168.
10. Zach C. Refractometric determination of fat in foods. *Mitteilungen aus dem Gebiet der Lebensmitteluntersuchung und -Hygiene*. 1937;(28):1–5.
11. House S. D., Larson P. A., Johnson R. R., DeVries J. W., Martin D. L. Gas chromatographic determination of total fat extracted from food samples using hydrolysis in the presence of antioxidant. *J AOAC Int*. 1994;77(4):960–965.
12. Zou W., Lusk C., Messer D., Lane R. Fat contents of cereal foods: Comparison of classical with recently developed extraction techniques. *J AOAC Int*. 1999;82(1):141–150.
13. Skurikhin I. M. All about food from the point of view of a chemist: reference publication / I. M. Skurikhin. Moscow, Higher school, 1991. 288 p.
14. Prudnikov S. M., Vitiuk B. Ia., Zverev L. V. NMR method for determination of moisture and oil content of agricultural materials. *Conformity assessment methods*. 2009;(9):18–19. (in Russ.).
15. Efimenko S. G. I., Efimenko S. K. Determination of oil and moisture contents in mustard seeds using ir-spectrometry. *Oil Crops*. 2019;(4):36–44.
16. Federal Law of July 21, 2014 N254-FZ «On Amendments to the Federal Law» On Ensuring the Uniformity of Measurements «. *Sobr. legislation Ros. Federation*. 2014. no. 30, art. 4255.
17. The procedure for attestation of a measurement technique (method) taken as a reference measurement technique (method), approved by the Decision of the Board of the Eurasian Economic Commission dated 7 June 2016 no. 68. (in Russ.).
18. Koryakov V. I., Medvedevskikh M. Y., Medvedevskikh S. V. et al. Development of standard samples of mass fractions of moisture and protein in grain and grain products. *Measurement Techniques*. 2012;54:1198–1202. <https://doi.org/10.1007/s11018-012-9871-8>.
19. Wilde D. J. Optimum seeking methods. NY, Prentice. Hall. Inc., 1964. 423 p.
20. 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, 2013. 62 p. (in Russ.).
21. EURACHEM / CITAC Guide CG 4. Quantifying uncertainty in analytical measurement. Available at: https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/QUAM2012_P1_RU.pdf.
22. GOST R ISO 5725-5-2002 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 5. Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement method. Moscow, Standartinform, 2009. 58 p.
23. Doerffel V. K. *Statistik in der analytischen Chemie*. Moscow, Mir, 1994. 268 p.
24. GOST 10857–64 Oil seeds. Methods for determination of oil content. Moscow, Standartinform, 2010. 6 p.
25. GOST 32749–2014 Oilseeds, oilcakes and oilmeals. Determination of moisture, oil, protein and fiber by Near-Infrared Reflectance. Moscow, Standartinform, 2015. 8 p.
26. GOST 8.597-2010 State system for ensuring the uniformity of measurements. Oilseeds and oilseeds residues. Determination of oiliness and moisture content using pulsed nuclear magnetic resonance spectrometry. Moscow, Standartinform, 2011. 11 p.
27. Medvedevskikh S. V., Medvedevskikh M. Yu., Karpov Yu. A. General approaches to the estimation of the uncertainty of the results of reproducing units of water content in solids and materials. *Measurement Techniques*. 2015;(8):65–70.
28. Krasheninina M. P., Medvedevskikh M. Y., Medvedevskikh S. V. et al. An Estimate of the Metrological Characteristics of a Standard Sample of the Composition of Dried Whole Milk using Primary and Secondary State Standards. *Measurement Techniques*. 2013;56:1076–1082. <https://doi.org/10.1007/s11018-013-0333-8>.
29. Medvedevskikh M. Yu., Sergeeva A. S., Krasheninina M. P., Shokhina O. S. State primary reference procedure for the measurement of ash mass fraction in food, foodstuff and alimentary raw materials. *Industrial laboratory. Diagnostics of materials*. 2019;85(6):70–80. (in Russ.). <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2019-85-6-70-80>.
30. GOST ISO Guide 35–2015 Reference materials. General and statistical principles for certification. Moscow, Standartinform, 2017. 66 p.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Сергеева Анна Сергеевна – канд. хим. наук, старший научный сотрудник лаборатории метрологии влагометрии и стандартных образцов УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург,
ул. Красноармейская, 4
e-mail: sergeevaas@uniim.ru
ORCID: 0000-0001-8347-2633

Парфенова Елена Геннадьевна – старший научный сотрудник лаборатории метрологии влагометрии и стандартных образцов УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург,
ул. Красноармейская, 4
e-mail: vlaga@uniim.ru

Голынец Ольга Станиславовна – и. о. заведующего лабораторией метрологии влагометрии и стандартных образцов УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург,
ул. Красноармейская, 4
e-mail: golynets_olga@uniim.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Anna S. Sergeeva – PhD (Chem.), senior researcher, laboratory for metrological support of moisture measurement and reference materials, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology.

4 Krasnoarmeyskaya str., Ekaterinburg,
620075, Russian Federation
e-mail: sergeevaas@uniim.ru
ORCID: 0000-0001-8347-2633

Elena G. Parfenova – senior researcher, laboratory for metrological support of moisture measurement and reference materials, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology.

4 Krasnoarmeyskaya str., Ekaterinburg,
620075, Russian Federation
e-mail: vlaga@uniim.ru

Olga S. Golynets – acting head of laboratory for metrological support of moisture measurement and reference materials, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology.

4 Krasnoarmeyskaya str., Ekaterinburg,
620075, Russian Federation
e-mail: golynets_olga@uniim.ru