

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Научная статья
УДК 006.91:641.14

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-4-57-75>



Совершенствование Государственной первичной референтной методики измерений массовой доли жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье

А. С. Сергеева  

УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», г. Екатеринбург, Россия
 sergeevaas@uniim.ru

Аннотация: С целью обеспечения метрологической прослеживаемости измерений массовой доли жира в 2018 году была разработана, аттестована и утверждена Государственная первичная референтная методика измерений массовой доли жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье (ГПРМИ). ГПРМИ распространяется на пробы молока сухого, сметаны, творога, сыра, мяса и мясных продуктов, сухих яичных продуктов, смеси молочной, каши зерновой, зерно-молочной, консервов для детского питания и устанавливает требования к процедуре измерений массовой доли жира экстракционно-гравиметрическим методом Рэнделла. В процессе применения ГПРМИ была выявлена необходимость расширения области ее применения.

Цель представленного в статье исследования – совершенствование ГПРМИ массовой доли жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье. По ходу исследования выполнен анализ нормативных документов, определяющих требования к новым объектам измерений, диапазонам измерений и показателям точности. Установлены параметры измерений и их допускаемые пределы варьирования для новых объектов.

В результате совершенствования в область применения ГПРМИ включены молоко и сливки питьевые, молоко и сливки сгущенные, филе рыбное, мясо рыбы, включая фарш, хлебобулочные изделия, мучные кондитерские изделия, макаронные изделия, какао-порошок, шоколад, мука из зерновых культур, орехов, паста ореховая, в т. ч. арахисовая. Оценка показателей точности ГПРМИ проведена с использованием стандартных образцов утвержденного типа, пищевых продуктов и продовольственного сырья.

Разработанная процедура измерений обеспечивает запас по точности результатов измерений по ГПРМИ в сравнении со стандартизованными методиками измерений от двух до 25 раз в зависимости от объекта и диапазона измерений. В рамках проведения межлабораторных сличительных испытаний опробована процедура применения ГПРМИ для оценки правильности результатов измерений, полученных с использованием стандартизованных методик измерений.

В ходе проведения пилотных сличений КООМЕТ, а также анализа зарубежных стандартных образцов продемонстрирована эквивалентность ГПРМИ аналогичным методикам измерений иностранных государств. Показана применимость ГПРМИ для определения аттестованного значения массовой доли жира при характеристике стандартных образцов.

Ключевые слова: метрологическая прослеживаемость, первичная референтная методика измерений, массовая доля жира, метод Рэнделла, пищевые продукты

Принятые сокращения: ГПРМИ – Государственная первичная референтная методика измерений; ГСО – стандартный образец утвержденного типа; ИК спектроскопия – инфракрасная спектроскопия; МСИ – межлабораторные сличительные испытания; СО – стандартный образец; СКО – среднее квадратическое отклонение.

Ссылка при цитировании: Сергеева А. С. Совершенствование Государственной первичной референтной методики измерений массовой доли жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье // Эталоны. Стандартные образцы. 2024. Т. 20, № 4. С. 57–75. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-4-57-75>.

Статья поступила в редакцию 09.10.2024; одобрена после рецензирования 28.10.2024; принята к публикации 25.12.2024.

MODERN METHODS OF ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS

Research Article

Improvement of the State Primary Reference Measurement Procedure for the Determination of Mass Fraction of Fat Content in Food Products and Food Raw Materials

Anna S. Sergeeva  

UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, Yekaterinburg, Russia
 sergeevaas@uniim.ru

Abstract: In order to ensure metrological traceability of fat mass fraction measurements, the State Primary Reference Measurement Procedure (SPRMP) for the Determination of Mass Fraction of Fat in Food Products and Food Raw Materials was developed, certified and approved in 2018. The SPRMP applies to samples of milk powder, sour cream, cottage cheese, cheese, meat and meat products, dry egg products, milk mixtures, grain porridge, grain-milk mixtures, canned baby food and establishes requirements for the procedure for measuring the mass fraction of fat using the Randall extraction-gravimetric method. In the process of applying the SPRMP, the need to expand the scope of its application was identified. The purpose of the research is to improve the SPRMP of the mass fraction of fat in food products and food raw materials. An analysis of regulatory documents defining requirements for new measurement objects, measurement ranges and accuracy indicators has been completed. The measurement parameters and their permissible variation limits for new objects have been established. As a result of improvement, the scope of application of the SPRMP includes drinking milk and cream, condensed milk and cream, fish fillet, fish meat, including minced meat, bakery products, flour confectionery, pasta, cocoa powder, chocolate, flour from cereals, nuts, nut paste, including peanut. An assessment of the accuracy indicators of the SPRMP was carried out using certified reference materials, food products and food raw materials. The developed measurement procedure made it possible to ensure

a margin of accuracy of the measurement results using the SPRMP in comparison with standardized measurement procedures from 2 to 25 times, depending on the object and the measurement range. As part of the interlaboratory comparison tests, the procedure for using the SPRMP to assess the correctness of measurement results obtained using standardized measurement procedures was tested. During the COOMET pilot comparisons, as well as the analysis of foreign reference materials, the equivalence of the SPRMP to similar measurement methods of foreign countries was demonstrated. The applicability of the SPRMP for determining the certified value of the mass fraction of fat during the characterization of reference materials was demonstrated.

Keywords: metrological traceability, primary reference measurement procedure, mass fraction of fat, Randall method, food products

Abbreviations used: SPRMP – State Primary Reference Measurement Procedure; GSO – certified reference material; IR spectroscopy – infrared spectroscopy; ICT – interlaboratory comparison tests; RM – reference material; SD – standard deviation.

For citation: Sergeeva A. S. Improvement of the State Primary Reference Measurement Procedure for the Determination of Mass Fraction of Fat Content in Food Products and Food Raw Materials. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2024;20(4):57–75. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-4-57-75>.

The article was submitted 09.10.2024; approved after reviewing 28.10.2024; accepted for publication 25.12.2024.

Введение

Актуальное состояние

В соответствии с 102-ФЗ¹, первичная референтная методика (метод) измерений – референтная методика (метод) измерений, позволяющая получать результаты измерений без их прослеживаемости. Первичные референтные методики (методы) измерений с наивысшей в Российской Федерации точностью реализуются на одном комплекте оборудования и должны быть применимы для оценки правильности результатов измерений, полученных с использованием любых других (включая референтные) методик (методов) измерений одних и тех же величин (приказ Минпромторга № 4091)². С целью обеспечения метрологической прослеживаемости измерений массовой доли жира в 2018 г. была разработана, аттестована и утверждена ГПРМИ массовой доли жира в пищевых продуктах

и продовольственном сырье (регистрационный номер ФР.ПР1.31.2018.00001) [1]. ГПРМИ распространяется на пробы молока сухого, сметаны, творога, сыра, мяса и мясных продуктов, сухих яичных продуктов, смеси молочной, каши зерновой, зерно-молочной, консервов для детского питания и устанавливает требования к процедуре измерений массовой доли жира методом Рэнделла. ГПРМИ продемонстрировала высокую востребованность. За период 2018–2023 гг. с ее применением были охарактеризованы 18 утвержденных типов СО, которые применяют при контроле точности результатов измерений, аттестации методик измерений, испытаниях в целях утверждения типа, поверки, калибровки анализаторов пищевых продуктов, установлении приписанных значений при проведении МСИ [2–4]. Вместе с тем, в процессе применения ГПРМИ была выявлена необходимость расширения области ее применения на ранее неохваченные группы пищевой продукции, в частности – хлебобулочные, кондитерские, макаронные изделия и сырье для их производства, рыбную продукцию.

Таким образом, цель настоящей работы состояла в совершенствовании ГПРМИ массовой доли жира в пищевых продуктах

¹ Об обеспечении единства измерений: Федеральный закон от 26.06.2008 № 102-ФЗ.

² Об утверждении Порядка аттестации первичных референтных методик (методов) измерений, референтных методик (методов) измерений и методик (методов) измерений и их применения: приказ Министерства промышленности и торговли Рос. Федерации от 15 декабря 2015 г. № 4091.

и продовольственном сырье путем включения новых объектов измерений. Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие задачи: 1) сформулировать исходные данные на совершенствование ГПРМИ; 2) установить параметры измерений и их допускаемые пределы варьирования для новых объектов; 3) оценить показатели точности ГПРМИ для новых объектов и подтвердить наивысшую точность ГПРМИ; 4) опробовать процедуру применения ГПРМИ для оценки правильности результатов измерений, полученных с использованием других методик измерений; 5) продемонстрировать эквивалентность ГПРМИ аналогичным методикам (методам) измерений иностранных государств; 6) рассмотреть применение ГПРМИ для определения характеристик СО.

Обзор нормативных документов

С целью формулирования исходных данных на совершенствование ГПРМИ был выполнен анализ документов, определяющих требования к новым объектам измерений

в части измерений содержания жира. Так, массовая доля жира является одним из идентификационных признаков, устанавливаемых для шоколада и какао-продуктов в соответствии с техническим регламентом ТР ТС 021/2011³, для молока питьевого, сливок питьевых, молока и сливок сгущенных – ТР ТС 033/2013⁴. Допустимые уровни содержания жира в соответствии с перечисленными регламентами представлены в табл. 1.

Кроме того, согласно ТР ТС 022/2011⁵, содержание жира должно быть указано в маркировке всей пищевой продукции.

³ ТР ТС 021/2011 О безопасности пищевой продукции: Технический регламент Таможенного Союза от 9 декабря 2011 г. № 880 (с изменениями на 23 июня 2023 года).

⁴ ТР ТС 033/2013 О безопасности молока и молочной продукции: Технический регламент Таможенного союза от 9 октября 2012 г. № 67 (с изменениями на 23 июня 2023 года).

⁵ ТР ТС 022/2011 Пищевая продукция в части ее маркировки: Технический регламент Таможенного союза от 9 декабря 2011 г. № 881 (с изменениями на 14 сентября 2018 года).

Таблица 1. Допустимые уровни содержания жира в соответствии с техническими регламентами Таможенного союза

Table 1. Permissible levels of fat content in accordance with the technical regulations of the Customs Union

Технический регламент	Наименование продукта	Массовая доля жира, %
ТР ТС 021/2011	шоколад молочный, экстрамолочный	25 и более (масло какао и молочный жир)
	какао-порошок и какао-жмых	10–20
	какао-порошок обезжиренный	менее 10
	какао-порошок и какао-жмых повышенной жирности	более 20
ТР ТС 033/2013	питьевое молоко	0,1–9,9
	сливки питьевые, в том числе стерилизованные	10–34
	сливки питьевые, высокожирные	35–58
	молоко стерилизованное сгущенное (концентрированное)	0,2–16
	молоко сгущенное с сахаром	0,2–16
	сливки сгущенные с сахаром	19,0–20,0

Нормированные значения массовой доли жира для хлебобулочных, кондитерских, макаронных изделий, сырья для их производства, рыбной продукции также установлены более чем в 60 национальных и межгосударственных стандартах⁶. Так, например, массовая доля жира в палочках хлебных по ГОСТ 28881–90 составляет от 3 до 6%; в печенье по ГОСТ 24901–2014 не более (25–45)%; в изделиях макаронных быстрого приготовления по ГОСТ 31749–2012 не более 25 %; в муке пшеничной хлебопекарной по ГОСТ 26574–2017 в зависимости от сорта от 0,9 до 2,2 %. Для установления соответствия продукции требованиям стандартов на технические условия применяют

⁶ГОСТ 28881–90 Палочки хлебные. Общие технические условия. ГОСТ 24901–2014 Печенье. Общие технические условия. ГОСТ 31749–2012 Изделия макаронные быстрого приготовления. Общие технические условия. ГОСТ 26574–2017 Мука пшеничная хлебопекарная. Технические условия.

стандартизованные или аттестованные методики измерений массовой доли жира, основанные на различных методах, которые требуют проведения контроля точности получаемых результатов измерений.

Для измерений массовой доли жира в перечисленных группах пищевой продукции используют различные модификации экстракционно-гравиметрического метода [6], рефрактометрию [7], бутирометрию [8], инфракрасную (ИК) спектроскопию [9, 10], ультразвук [11], ядерный магнитный резонанс [12]. Применяемые в Российской Федерации стандартизованные методики измерений представлены в табл. 2.

По результатам проведенного анализа нормативных документов и литературных данных были сформулированы исходные данные на совершенствование ГПРМИ, включающие новые объекты измерений, требования к диапазонам измерений массовой доли жира и показателям точности.

Таблица 2. Метрологические характеристики стандартизованных методик измерений массовой доли жира

Table 2. Metrological characteristics of standardized methods for measuring the mass fraction of fat

Объект измерений	Нормативный документ*	Метод	Диапазон измерений, %	Границы абс. погрешности, ± Δ, %
Молоко сухое	ГОСТ ISO 1736–2014	Розе-Готтлиба	–	0,2–0,3
	ГОСТ 22760–77	Розе-Готтлиба	10–30	0,15–0,30
	ГОСТ 29247–91	Бутирометрия	–	0,5–1,0

*ГОСТ ISO 1736–2014 Молоко сухое и сухие молочные продукты. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (контрольный метод). ГОСТ 22760–77 Молочные продукты. Гравиметрический метод определения жира. ГОСТ 29247–91 Консервы молочные. Методы определения жира. ГОСТ 5867–2023 Молоко и молочные продукты. Методы определения жира. ГОСТ 30648.1–99 Продукты молочные для детского питания. Методы определения жира. ГОСТ 32255–2013 Молоко и молочные продукты. Инструментальный экспресс-метод определения физико-химических показателей идентификации с применением инфракрасного анализатора. ГОСТ 34455–2018 Продукция молочная. Определение массовой доли жира методом Вейбулла-Бернтропа. ГОСТ Р 51452–99 Консервы молочные сгущенные. Гравиметрический метод определения массовой доли жира. ГОСТ 7636–85 Рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные и продукты их переработки. Методы анализа. ГОСТ 31795–2012 Рыба, морепродукты и продукция из них. Метод определения массовой доли белка, жира, воды, фосфора, кальция и зола спектроскопией в ближней инфракрасной области. ГОСТ 5668–2022 Изделия хлебобулочные. Методы определения массовой доли жира. ГОСТ ISO 11085–2016 Корма, зерно и продукты его переработки. Определение содержания сырого и общего жира методом экстракции Рэнделла. ГОСТ 31902–2012 Изделия кондитерские. Методы определения массовой доли жира.

Окончание табл. 2

End of Table 2

Объект измерений	Нормативный документ*	Метод	Диапазон измерений, %	Границы абс. погрешности, $\pm \Delta$, %
Молоко питьевое	ГОСТ 5867–2023	Бутирометрия	1–6	0,15
	ГОСТ 22760–77	Розе-Готтлиба	0,5–5	0,03
	ГОСТ 30648.1–99	Бутирометрия, Розе-Готтлиба	0,5–5	0,03–0,08
	ГОСТ 32255–2013	ИК спектроскопия	0,1–6,0	0,10
	ГОСТ 34455–2018	Вейбулла-Бернтропа	0,1–5,0	0,05
Сливки питьевые	ГОСТ 5867–2023	Бутирометрия	–	0,7–1,1
	ГОСТ 30648.1–99	Розе-Готтлиба	10–30	0,15–0,25
	ГОСТ 32255–2013	ИК спектроскопия	6,1–42,0	0,12
	ГОСТ 34455–2018	Вейбулла-Бернтропа	свыше 5	0,15–0,25
Молоко сгущенное, сливки сгущенные	ГОСТ Р 51452–99	Розе-Готтлиба	4–20	0,09–0,15
	ГОСТ 29247–91	Бутирометрия	–	0,15–1,60
Филе рыбное, мясо рыбы, включая фарш	ГОСТ 7636–85	Сокслет	–	0,5
	ГОСТ 31795–2012	ИК спектроскопия	2–20	0,8
Хлебобулочные изделия	ГОСТ 5668–2022	Экстракционно-гравиметрический, рефрактометрия, бутирометрия, ИК спектроскопия	0,1–20,0	0,005–1,3
	ГОСТ ISO 11085–2016	Рэнделл с гидролизом	1,07–27,08	0,80
Мучные кондитерские изделия, какао-порошок, шоколад, паста ореховая, в т. ч. арахисовая	ГОСТ 31902–2012	Экстракционно-гравиметрический, рефрактометрия	0–60	0,4–0,8
Макаронные изделия, мука из зерновых культур, орехов	ГОСТ 31749–2012	Сокслет	–	0,7
	ГОСТ ISO 11085–2016	Рэнделл с гидролизом	1,07–27,08	0,80

Материалы и методы
Объекты исследований

Область применения ГПРМИ определяется в соответствии с кодами Общероссийского классификатора продукции по видам экономической деятельности (ОКПД2)⁷. В качестве

⁷ ОК 034-2014 (КПЕС 2008) Общероссийский классификатор продукции по видам экономической деятельности.

образцов при разработке параметров измерений и оценивании показателей точности (аттестации ГПРМИ) для новых объектов измерений использовали однородные по составу, стабильные пробы пищевых продуктов (табл. 3).

Пробы продуктов массой не менее (50–200) г помещали в герметичный контейнер, снабженный информацией о способе их взятия и хранения до проведения измерений.

Таблица 3. Образцы пищевой продукции для разработки и аттестации ГПРМИ
Table 3. Samples of food products for development and certification of the SPRMP

Объект измерений	Код ОКПД2	Анализируемые образцы
Молоко сухое	10.51.2	молоко сухое обезжиренное, молоко сухое цельное
Молоко питьевое	10.51.11	молоко питьевое пастеризованное, молоко питьевое ультрапастеризованное
Сливки питьевые	10.51.12	сливки питьевые стерилизованные
Молоко сгущенное	10.51.51	молоко сгущенное с сахаром, молоко сгущенное вареное
Сливки сгущенные		сливки сгущенные
Филе рыбное, мясо рыбы, включая фарш	10.20.11	филе скумбрии охлажденное
	10.20.23.130	филе минтая сублимированное, филе трески вареное сублимированное
Хлебобулочные изделия	10.72.11	сухари пшеничные
	10.72.19	соломка ванильная
	10.86.10.700	палочки хлебные мультизлаковые детские
Мучные кондитерские изделия	10.72.12	тарталетки вафельные, печенье сахарное
	10.86.10.800	пирожное бисквитное для питания детей
Макаронные изделия	10.73.11	макаронные изделия группы А, изделия макаронные быстрого приготовления
Какао-порошок	10.82.13	какао-порошок обезжиренный
	10.82.14	какао-порошок с ароматизатором
Шоколад	10.82.21.110	шоколад молочный
	10.82.22.110	шоколад горький
	10.82.23.110	шоколад белый
Мука из зерновых культур, орехов	10.61.2	мука рисовая, мука ржаная, мука овсяная
	10.39.23	мука миндальная
Паста ореховая, в т. ч. арахисовая	10.39.22.130	паста арахисовая кремовая

Непосредственно перед отбором навесок пробы измельчали и тщательно перемешивали.

Метод измерений

В основу ГПРМИ положен улучшенный экстракционно-гравиметрический метод Рэнделла [5], представляющий собой модификацию широко применяемой техники экстракции по Сокслету. При проведении измерений выполняли следующие операции: 1) гидролиз навесок продукта раствором соляной кислоты; 2) отделение жировой фазы фильтрованием через тигли с пористой мембраной, заполненные песком и целитом; 3) высушивание тиглей с остатком после фильтрации; 4) экстракция содержимого тиглей растворителем, включающая экстракцию в кипящем растворителе, промывку растворителем, капающим с конденсатора, отгонку (регенерацию) растворителя; 5) высушивание и взвешивание стаканов с жиром.

Средства измерений и оборудование

Кислотный гидролиз выполняли на аппарате для гидролиза HU-6 (VELP SCIENTIFICA, Италия). Для фильтрации применяли компрессор мембранный МК 1,5×2 (VLADISART, Россия). Экстракцию осуществляли на экстракционном аппарате SER148/6 (VELP SCIENTIFICA, Италия). Высушивание осадка после фильтрации и содержимого экстракционных стаканов проводили в сушильном шкафу FED-115 (WTB Binder, Германия). Для взвешивания использовали весы лабораторные электронные LE225D (Sartorius AG, Германия). Контроль времени гидролиза и экстракции осуществляли с применением секундомера механического СОСпр-26-2 (ОАО «Златоустовский часовой завод», Россия).

Результаты и обсуждение

Установление параметров измерений для новых объектов

При установлении параметров измерений для новых объектов, включаемых в область применения ГПРМИ, основывались на режимах измерений, установленных в межгосударственных и национальных стандартах (табл. 1). С целью повышения точности проводили их проверку и уточнение. Так,

в стандартизованных методиках (например, ГОСТ 5668–2022) отсутствуют конкретные значения температуры гидролиза и экстракции, объема растворителя. Вариация данных параметров может привести к существенному расхождению результатов измерений, вследствие чего они должны быть четко установлены.

Существенное влияние на степень извлечения жира из продукта также оказывает применяемый растворитель. В рамках исследований был поставлен эксперимент по сопоставлению результатов измерений, получаемых при использовании разных растворителей. В качестве примера в табл. 4 представлены результаты сравнения для проб макаронных изделий группы А и печенья сахарного.

Как видно из табл. 4, при использовании хлороформа для экстракции жира из проб печенья сахарного получены завышенные результаты, что обусловлено протеканием химической реакции между хлороформом и сахарами, сопровождающейся потемнением содержимого тигля и увеличением массы осадка. В остальных случаях результаты измерений массовой доли жира являются сопоставимыми друг с другом, при этом среднеквадратическое отклонение (СКО) результатов определения для гексана ниже, чем для петролейного эфира. Поэтому гексан был выбран в качестве растворителя. Дополнительно были проанализированы результаты измерений по ГПРМИ, полученные с использованием гексана, и результаты измерений по стандартизованным методикам измерений, реализованным в сторонних лабораториях, с применением эфира петролейного (40–70), эфира диэтилового, смеси метанола и хлороформа. Результаты измерений также являлись сопоставимыми друг с другом с учетом погрешностей применяемых методик.

Для выбора массы навески использовали метод дихотомии, или половинного деления [13]. В качестве правой и левой границ выбраны массы навески 1 и 9 г соответственно. При навеске менее 1 г масса экстрагированного жира будет низкой, что приведет к резкому повышению погрешности от взвешивания. При навеске свыше 9 г увеличивается вероятность неполного извлечения, обусловленного особенностью применяемого метода и оборудования. Остальные параметры процедуры измерений

Таблица 4. Выбор растворителя
Table 4. Selecton of a solvent

Объект измерений	Растворитель	Массовая доля жи- ра, %	СКО ре- зультатов определе- ний ($n = 5$), %	Абсолютное расхожде- ние, %	Нормированные зна- чения границы абсо- лютной погрешности при $P=0,95, \pm \Delta_n$, %
Макаронные изделия группы А	гексан для ВЭЖХ, 99,85 %	1,57	0,03	-0,03	0,10
	эфир петролейный (40–70), х. ч.	1,54	0,04		
Печенье сахарное	гексан для ВЭЖХ, 99,85 %	17,19	0,07	0,04	0,25
	эфир петролейный (40–70), х. ч.	17,23	0,13		
	гексан для ВЭЖХ, 99,85 %	17,19	0,07	0,45	0,25
	хлороформ, х. ч.	18,03	0,84		

оставляли фиксированными. Результаты исследований по выбору массы навески на примере проб печенья сахарного представлены в табл. 5.

Выбранная масса навески, обеспечивающая наименьшее СКО результатов определений массовой доли жира в пробах печенья сахарного, составила 6 г.

При выборе параметров гидролиза и экстракции был использован метод покоординатной оптимизации [13]. Поиск оптимума, т. е. параметров измерений, обеспечивающих полноту

извлечения жира (выход графика на плато) при минимальном СКО получаемых результатов определения, осуществляли поочередным варьированием каждого из параметров. Результаты измерений при варьировании параметров гидролиза и экстракции на примере проб печенья сахарного представлены в табл. 6 и на рис. 1–3.

Согласно данным табл. 6, для проб печенья сахарного выбранный объем раствора соляной кислоты составил 80 см³, объем гексана 60 см³.

Таблица 5. Выбор массы навески методом дихотомии для проб печенья сахарного
Table 5. Selection of sample weight by dichotomy method for sugar biscuit samples

Пара результатов	Масса навески m_i , г	Результат измерений, %, при m_i	Отн. СКО результатов определений, %, при m_i
Первая пара	1	15,97	3,1
	9	16,92	1,3
Вторая пара	5	17,12	0,7
	9	16,96	1,4
Третья пара	5	17,16	0,6
	7	17,18	0,5
Выбор массы навески	6	17,19	0,4

Таблица 6. Результаты варьирования объема раствора соляной кислоты при гидролизе и объема гексана при экстракции для проб печенья сахарного

Table 6. Results of varying the volume of hydrochloric acid solution during hydrolysis and the volume of hexane during extraction for sugar biscuit samples

Объем раствора соляной кислоты при гидролизе, см ³	Массовая доля жира, %	Отн. СКО результатов определений, %	Объем гексана при экстракции, см ³	Массовая доля жира, %	Отн. СКО результатов определений, %
40	16,65	3,3	40	16,90	0,6
60	16,98	1,5	60	17,19	0,4
80	17,19	0,4	80	17,20	0,5
100	17,21	0,8	100	16,85	1,1

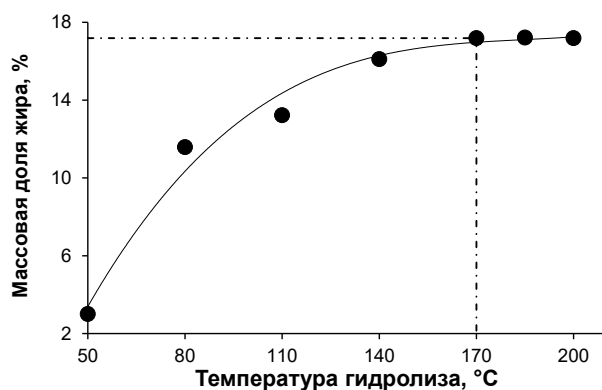


Рис. 1. Результаты варьирования температуры гидролиза для проб печенья сахарного

Fig. 1. Results of varying the hydrolysis temperature for sugar biscuit samples

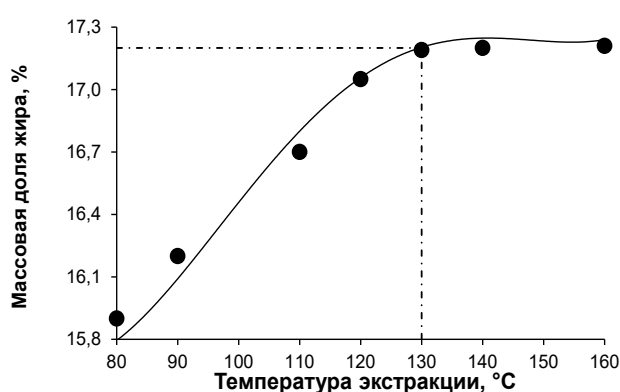


Рис. 3. Результаты варьирования температуры экстракции для проб печенья сахарного

Fig. 3. Results of varying the extraction temperature for sugar biscuit samples

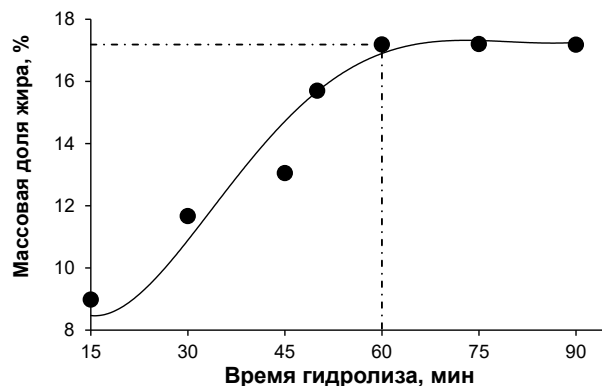


Рис. 2. Результаты варьирования времени гидролиза для проб печенья сахарного

Fig. 2. Results of varying hydrolysis time for sugar biscuit samples

В соответствии с рис. 1–3, для проб печенья сахарного выбрано время гидролиза 60 мин, температура гидролиза 170 °C, температура экстракции 130 °C.

Процедура измерений предполагает проведение трехступенчатой экстракции, что позволяет обеспечить полноту извлечения жира, а также снизить СКО результатов определений. Результаты измерений для различных продуктов, полученные для разного числа ступеней экстракции, представлены в табл. 7. Видно, что при переходе от одной к трем ступеням экстракции достигается полнота извлечения жира и наблюдается снижение СКО в 1,3–4 раза.

Аналогичные экспериментальные исследования по установлению параметров измерений были проведены для всех новых пищевых

Таблица 7. Результаты измерений в зависимости от числа ступеней экстракции
Table 7. Measurement results depending on the number of extraction stages

Объект измерений	1 ступень экстракции		2 ступени экстракции		3 ступени экстракции		4 ступени экстракции	
	Массовая доля жи-ра, %	Отн. СКО, %	Массовая доля жи-ра, %	Отн. СКО, %	Массовая доля жи-ра, %	Отн. СКО, %	Массовая доля жи-ра, %	Отн. СКО, %
Мука рисовая	0,46	1,8	0,53	1,4	0,55	1,1	0,56	1,2
Мука ржаная	0,81	1,8	0,98	1,5	1,26	0,7	1,26	0,7
Сухари пшеничные	1,67	0,9	1,71	0,8	1,74	0,6	1,75	0,6
Печенье сахарное	16,88	0,5	17,09	0,5	17,19	0,4	17,21	0,5
Сливки питьевые	19,85	0,4	20,00	0,2	20,05	0,1	20,06	0,1
Шоколад молочный	39,86	0,11	40,35	0,09	40,65	0,07	40,68	0,09
Мука миндальная	55,19	0,15	55,30	0,09	55,55	0,09	55,57	0,11

продуктов, включенных в область применения ГПРМИ.

Оценивание показателей точности для новых объектов

После установления параметров измерений была проведена оценка погрешности (неопределенности) результатов измерений массовой доли жира. При этом была использована следующая модель измерений:

W_{ijtk} = W_j + \delta_j + B_{ij} + H_{ijt} + \epsilon_{ijtk}, (1)

где W_j – общее среднее значение результатов измерений для уровня j=1,...,q; \delta_j – систематическая погрешность (неопределенность) методики измерений; B_{ij} – составляющая погрешности (неопределенности), связанная с влиянием i-го оператора i=1,...,p; H_{ijt} – составляющая погрешности (неопределенности), обусловленная различием между пробами (неоднородностью материала проб) t=1,...,m; \epsilon_{ijtk} – случайная погрешность (неопределенность) результата измерений k=1,...,n, полученная оператором i на уровне j в условиях повторяемости для пробы t.

Показатели прецизионности были оценены с использованием модели гетерогенного материала по ГОСТ Р ИСО 5725–5–2002⁸ с обработкой результатов путем двухфакторного дисперсионного анализа (ANOVA).

Оценка СКО неисключенной систематической погрешности (стандартной неопределенности смещения) включала суммирование всех источников погрешности (неопределенности), входящих в уравнение измерений (2), а также учет методических факторов, обусловленных возможным отклонением параметров измерений от установленных значений.

Массовую долю жира W_F, %, в испытуемой пробе вычисляли по формуле

W_F = \frac{\sum_{q=1}^3 \left(\frac{m_{\text{стакан+жир},q} - m_{\text{стакан},q}}{m_{\text{стакан+жир},0,q} + m_{\text{стакан},0,q}} \right)}{m_{\text{нав},2} - m_{\text{нав},1}} \cdot 100, (2)

⁸ ГОСТ Р ИСО 5725-5-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений.

где $m_{\text{стакан}+\text{жир},q}$ – масса стакана с экстрагированным жиром после q -й стадии экстракции и высушивания экстракта, $q=1,2,3$, г; $m_{\text{стакан},q}$ – масса стакана, используемого при q -й стадии экстракции, г; $m_{\text{стакан}+\text{жир},0,q}$ – масса стакана с экстрагированным жиром после q -й стадии экстракции и высушивания экстракта при контрольном определении (холостая проба), г; $m_{\text{стакан},0,q}$ – масса стакана при контрольном определении (холостая проба) при q -й стадии экстракции, г; $m_{\text{нав},1}$ – масса тары (бумажного фильтра – для твердой пробы, стакана – для жидкой пробы), г; $m_{\text{нав},2}$ – масса навески с тарой, г.

При совершенствовании ГПРМИ коэффициенты влияния методических факторов (параметров измерений) были изучены для различных точек диапазона измерений массовой доли жира при использовании проб молока питьевого, печенья сахарного и муки миндальной путем проведения факторного эксперимента [13]. Матрица планирования факторного эксперимента для проб печенья сахарного представлена в табл. 8.

Рассчитанные значения коэффициентов влияния, полученные при обработке экспериментальных данных регрессионным анализом с помощью Microsoft Excel, а также установленные допускаемые отклонения параметров измерений для проб печенья сахарного представлены в табл. 9.

Графическое представление вкладов от различных источников в неопределенность результатов измерений массовой доли жира для проб молока питьевого с массовой долей жира ($0,540 \pm 0,015$)%, сухарей пшеничных с массовой долей жира ($2,012 \pm 0,030$)%, печенья сахарного с массовой долей жира ($17,18 \pm 0,25$)% изображено на рис. 4.

Получено, что при низком содержании жира (до 5%) значительным является вклад от методических факторов, а при повышении содержания жира наиболее существенным является вклад вследствие разброса результатов параллельных определений.

По результатам обработки экспериментальных данных по образцам для оценивания, приведенным в табл. 3, была установлена линейная

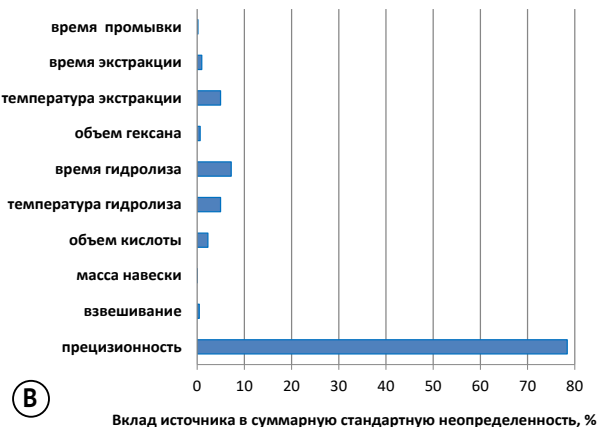
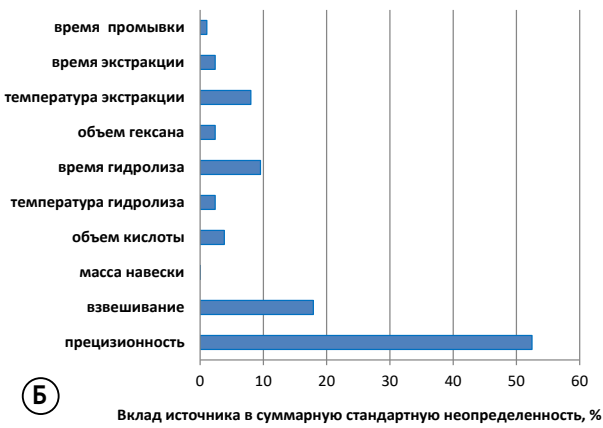
Таблица 8. Матрица планирования факторного эксперимента для проб печенья сахарного

Table 8. Factorial experiment design matrix for sugar biscuit samples

Параметр измерений	Единица величины	Оптимальное значение, X_0	Величина варьирования	Максимальное значение, X_+	Минимальное значение, X_-
Масса навески	г	6,0	1,0	7,0	5,0
Объем соляной кислоты	см ³	80	10	90	70
Температура гидролиза	°C	170	10	180	160
Время гидролиза	мин	60	10	70	50
Объем растворителя	см ³	60	10	70	50
Температура экстракции	°C	130	10	140	120
Время экстракции	мин	240	40	280	200
Время промывки	мин	180	30	210	150

Таблица 9. Значение коэффициентов влияния для проб печенья сахарного
Table 9. The significance of the influence coefficients for sugar biscuit samples

Наименование	Параметр измерений		Коэффициент влияния	
	Единица величины	Допускаемое отклонение	Единица величины	Значение
Масса навески	г	0,1	%/г	-0,0146
Объем соляной кислоты	см ³	2	%/см ³	0,0115
Температура гидролиза	°С	5	%/°С	0,0068
Время гидролиза	мин	5	%/мин	0,0082
Объем растворителя	см ³	2	%/см ³	0,0061
Температура экстракции	°С	5	%/°С	0,0068
Время экстракции	мин	5	%/мин	0,0030
Время промывки	мин	5	%/мин	0,0012
Масса навески	г	5	%/г	-0,0146



зависимость расширенной неопределенности от массовой доли жира в пробе. В связи с чем в качестве нормированных значений были приняты значения, рассчитанные для верхней границы поддиапазонов измерений. Диапазоны измерений массовой доли жира и значения показателей точности для новых объектов, включенных в область применения в рамках совершенствования ГПРМИ, представлены в табл. 10.

Сравнительная характеристика показателей точности ГПРМИ (табл. 10) и показателей

Рис. 4. Графическое представление вкладов от различных источников в суммарную стандартную неопределенность результатов измерений массовой доли жира для проб молока питьевого (а), сухарей пшеничных (б), печенья сахарного (в)

Fig. 4. Graphical representation of contributions from various sources to the total standard uncertainty of the measurement results of the mass fraction of fat for samples of drinking milk (a), wheat rusks (b), sugar biscuits (c)

Таблица 10. Диапазоны измерений, значения показателей точности для новых объектов, включенных в область применения в рамках совершенствования ГПРМИ

Table 10. Measurement ranges, values of accuracy indicators for new objects included in the scope of application in the framework of the improvement of the SPRMP

Объект измерений	Диапазон измерений массовой доли жира, %	Абсолютная расширенная неопределенность при $k=2$, $P=0,95$, %
Молоко сухое	от 0,1 до 0,8 включ. св. 0,8 до 10 включ. св. 10 до 45 включ.	0,040 0,080 0,15
Молоко питьевое	от 0,5 до 6 включ.	0,015
Сливки питьевые	от 9 до 42 включ.	0,060
Молоко сгущенное	от 4 до 10 включ. св. 10 до 16 включ.	0,040 0,070
Сливки сгущенные	от 18 до 20 включ.	0,10
Филе рыбное, мясо рыбы, включая фарш	от 0,5 до 3 включ. св. 3 до 20 включ.	0,15 0,25
Хлебобулочные изделия	от 1,5 до 6 включ. св. 6 до 20 включ.	0,030 0,10
Мучные кондитерские изделия	от 1 до 10 включ. св. 10 до 40 включ.	0,15 0,25
Какао-порошок	от 0,5 до 10 включ. св. 10 до 25 включ.	0,10 0,20
Шоколад	от 25 до 60 включ.	0,25
Макаронные изделия	от 1 до 5 включ. св. 5 до 25 включ.	0,10 0,20
Мука из зерновых культур, орехов	от 0,5 до 1,0 включ. св. 1 до 5 включ. св. 5 до 30 включ. св. 30 до 70 включ.	0,050 0,10 0,15 0,25
Паста ореховая, в т. ч. арахисовая	от 30 до 70 включ.	0,30

точности стандартизованных методик измерений (табл. 2) показала, что ГПРМИ позволяет получать результаты измерений массовой доли жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье с наивысшей в Российской Федерации точностью. Запас по точности ГПРМИ по отношению к стандартизованным методикам измерений составляет от 2 до 25 раз в зависимости от объекта и диапазона измерений.

Результаты сличений

Экспериментальное опробование процедуры применения ГПРМИ для оценки правильности результатов измерений, полученных с использованием других методик измерений, было проведено путем организации раундов МСИ с участием российских испытательных лабораторий по определению показателей качества шоколада (МСИ 241-ШОК-01/2024) и сухого молока (МСИ 241-МП-05/2024).

В раунде МСИ 241-ШОК-01/2024 каждому участнику был предоставлен набор из двух образцов: ШОК(1) – молочный шоколад и ШОК(2) – горький шоколад, расфасованных по 70 г в пластиковые банки с крышками, снабженными этикеткой. Для измерений массовой доли жира участники использовали рефрактометрический и экстракционно-гравиметрический методы в соответствии с ГОСТ 31902–2012. Качество результатов измерений оценивали в соответствии с п. 9.7.2 ГОСТ Р 50779.60–2017⁹ путем сравнения значений числа E_n с установленными нормативами контроля. 67 % участников продемонстрировали удовлетворительные результаты измерений массовой доли жира в молочном и горьком шоколаде.

В раунде МСИ 241-МП-05/2024 каждому участнику был предоставлен набор из двух образцов: МП(1) – молоко сухое обезжиренное и МП(2) – молоко сухое цельное, расфасованных по 100 г в двойные герметичные полиэтиленовые пакеты, снабженные этикеткой. Для измерений массовой доли жира участники использовали бутирометрический (кислотный) метод в соответствии с ГОСТ 5867–2023, ГОСТ 29247–91. По результатам МСИ все лаборатории показали удовлетворительные результаты измерений массовой доли жира в обезжиренном и цельном сухом молоке.

Экспериментальное подтверждение эквивалентности ГПРМИ аналогичным методикам (методам) измерений иностранных государств проведено путем проведения пилотных сличений в рамках Евро-Азиатского сотрудничества государственных метрологических учреждений (КООМЕТ) в области измерений пищевой ценности шоколада (КООМЕТ 879/RU-a/23) и в области измерений пищевой ценности сухого молока (КООМЕТ 880/RU-a/23).

В пилотных сличениях КООМЕТ приняли участие национальные метрологические институты Российской Федерации (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), Республики Беларусь (БелГИМ), Китайской Народной Республики (НИМ).

Результаты сличений КООМЕТ 879/RU-a/23 продемонстрировали эквивалентность высоко-

точных методик измерений массовой доли жира в молочном и горьком шоколаде на основе экстракционно-весового метода, применяемого БелГИМ, и на основе метода Рэнделла (ГПРМИ), применяемого УНИИМ – филиалом ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Результаты сличений КООМЕТ 880/RU-a/23 показали эквивалентность высокоточных методик измерений массовой доли жира в обезжиренном и цельном сухом молоке на основе метода Розе-Готтлиба, применяемых НИМ, БелГИМ, и на основе метода Рэнделла (ГПРМИ), применяемой УНИИМ – филиалом ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

В рамках исследований также было проведено измерение массовой доли жира в СО зарубежных изготовителей: СО ERM-BC381 состава ржаной муки производства Института стандартных образцов и измерений (IRMM – Institute for Reference Materials and Measurements, Бельгия); СО muva-MP-0223 состава молока сухого цельного и СО muva-S-0820 состава молочного шоколада производства MUVA Kempten GmbH (Германия). Все указанные СО охарактеризованы в рамках межлабораторного эксперимента с применением методов измерений, указанных в табл. 11. Данные по сравнению аттестованных значений СО и результатов измерений по ГПРМИ также представлены в табл. 11.

Как видно из табл. 11, результаты измерений массовой доли жира по ГПРМИ для всех зарубежных СО согласуются с аттестованным значением СО с учетом неопределенностей, что также свидетельствует об эквивалентности ГПРМИ методикам (методам) измерений иностранных государств.

После совершенствования методика была утверждена в качестве ГПРМИ массовой доли жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье М.241.01/RA.RU.311866/2018 с изменением № 1 (приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 07.11.2024 № 2657) с сохранением ей регистрационного номера ФР.ПР1.31.2018.00001.

Разработка стандартных образцов

В рамках исследований была проведена разработка следующих типов СО:

⁹ ГОСТ Р 50779.60–2017 Статистические методы. Применение при проверке квалификации посредством межлабораторных испытаний.

Таблица 11. Результаты измерений массовой доли жира в иностранных СО

Table 11. Measurement results of the mass fraction of fat in foreign RMs

Индекс СО	Материал СО	Метод характеристики СО	Аттестованное значение массовой доли жира в СО, %	Результат измерений по ГПРМИ, %
EMR-BC381	мука ржаная	гидролиз раствором соляной кислоты, экстракция петролейным эфиром или смесью петролейного и диэтилового эфиров	$1,36 \pm 0,16$	$1,42 \pm 0,10$
muva-MP-0223	молоко сухое цельное	метод Розе-Готтлиба	$26,37 \pm 0,38$	$26,32 \pm 0,20$
muva-S-0820	шоколад молочный	метод Вейбулла-Бернтропа	$40,41 \pm 0,70$	$40,65 \pm 0,25$

– СО состава шоколада (набор ШОК-1 СО УНИИМ) ГСО 12274–2023/ГСО 12276–2023 [14];

– СО состава муки миндальной (ММ-1 СО УНИИМ) ГСО 12388–2023 [15].

ГСО 12274–2023/ГСО 12276–2023 представляет собой шоколад кондитерский (молочный, горький и белый) в форме капель (каллет), расфасованный по (30–100) г по требованию заказчиков в пластиковые банки с крышками или двойные герметичные полиэтиленовые или металлизированные пакеты с этикеткой.

ГСО 12388–2023 представляет собой муку миндальную тонкого помола, расфасованную по (30–50) г в двойные герметичные полиэтиленовые или металлизированные пакеты с этикеткой.

Аттестованные значения массовой доли жира были определены методом Рэнделла в соответствии с параметрами измерений, установленными в ходе совершенствования ГПРМИ.

Нормированные метрологические характеристики СО указаны в табл. 12. Срок годности экземпляров СО составляет 6 месяцев.

Таблица 12. Нормируемые метрологические характеристики СО

Table 12. Standardized metrological characteristics of RMs

Наименование СО	Аттестуемая характеристика	Интервал аттестованных значений, %	Абсолютная расширенная неопределенность при $k=2$, $P=0,95$, %
ГСО 12274–2023/ ГСО 12276–2023 Стандартные образцы состава шоколада (набор ШОК-1 СО УНИИМ)	Массовая доля влаги	0,40–2,00	0,20
	Массовая доля азота	0,60–2,80	0,05
	Массовая доля белка	3,8–14,8	0,3
	Массовая доля жира	25,0–50,0	0,4
	Массовая доля золы	1,00–3,50	0,10
ГСО 12388–2023 Стандартный образец состава муки миндальной (ММ-1 СО УНИИМ)	Массовая доля влаги	3,00–8,00	0,12
	Массовая доля азота	2,90–5,80	0,06
	Массовая доля белка	15,0–30,0	0,3
	Массовая доля жира	45,0–70,0	0,3
	Массовая доля золы	0,50–4,00	0,05

Разработанные СО предназначены для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений, установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики, калибровки, поверки, проведения испытаний в целях утверждения типа средств измерений.

Заключение

Проведено совершенствование ГПРМИ массовой доли жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье (ФР.ПР1.31.2018.00001) с расширением области применения на неохваченные ранее группы продукции, такие как хлебобулочные, кондитерские и макаронные изделия, сырье для их производства, рыбная продукция.

Использование высокоточного оборудования, автоматизация процесса измерений, увеличение числа параллельных определений, повышение степени гомогенизации проб, выбор оптимальных параметров и допускаемых пределов их варьирования с привлечением методов дихотомии, покоординатной оптимизации, факторного эксперимента позволили обеспечить запас по точности результатов измерений по ГПРМИ по сравнению со стандартизованными методиками измерений от 2 до 25 раз в зависимости от объекта и диапазона измерений.

По результатам пилотных сличений в рамках KOOMET 879/RU-a/23, KOOMET 880/RU-a/23, а также анализа зарубежных СО продемонстрирована эквивалентность ГПРМИ аналогичным методикам измерений иностранных государств.

В ходе реализации раундов МСИ проведено экспериментальное опробование процедуры применения ГПРМИ для оценки правильности результатов измерений, полученных с использованием других методик измерений.

Показана применимость ГПРМИ для определения аттестованного значения массовой доли жира при характеристике СО состава шоколада (ГСО 12274–2023/ ГСО 12276–2023) и СО состава муки миндальной (ГСО 12388–2023).

Благодарности: Автор выражает благодарность УНИИМ – ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» за предоставление технической базы для проведения экспериментов.

Acknowledgments: The author expresses gratitude to the UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology for providing the technical base for conducting the experiments.

Вклад автора: Автор подтверждает единичную ответственность за следующее: сбор данных, анализ и интерпретацию результатов, а также подготовку рукописи.

Contribution of the author: The author confirms sole responsibility for the following: data collection, analysis and interpretation of results, and manuscript preparation.

Конфликт интересов: Автор заявляет об отсутствии конфликта интересов. Работа выполнена в рамках диссертационного исследования «Разработка комплекса метрологического обеспечения измерений показателей пищевой ценности пищевой продукции». Научный консультант: Собина Е. П., д-р техн. наук, директор УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», член редакционной коллегии журнала «Эталон. Стандартные образцы».

Материал статьи подготовлен на основе доклада, представленного на VI Международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях» (Екатеринбург, 3–6 сентября 2024 г.).

Conflict of interests: The author declares no conflict of interest. The work was carried out within the framework of the dissertation research «Development of a metrological support complex for the food industry». Scientific consultant: Egor P. Sobina, Dr. Sci. (Eng.), Director of UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, a member of the editorial board of the journal «Measurement Standards. Reference Materials.» The material of the article was prepared on the basis of a report presented at the VI International Scientific Conference «Reference Materials in Measurements and Technology» (Yekaterinburg, September 3–6, 2024).

Финансирование: Работа выполнена в рамках внутренней НИР «Пищевая ценность» (рег. номер ИКРБС 123081600025–4 от 16.08.2023).

Funding: The work was carried out within the framework of the internal research project «Food value» (reg. number IKRBS123081600025–4 dated 16.08.2023).

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Reference measurement procedure for the determination of mass fraction of fat content in food / S. V. Medvedevskikh [et al.] // *Accreditation and Quality Assurance*. 2021. Vol. 26. P. 165–175. <https://doi.org/10.1007/s00769-021-01472-w>
2. Применение первичных референтных методик измерений в сфере обеспечения единства измерений / А. С. Сергеева [и др.] // *Законодательная и прикладная метрология*. 2020. № 5 (167). С. 5–9.
3. Первичные референтные методики измерений в пищевой промышленности: опыт применения и перспективы развития / А. С. Сергеева [и др.] // *Эталоны. Стандартные образцы*. 2023. Т. 19, № 4. С. 83–98. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-83-98>
4. Сергеева А. С. Актуальные вопросы определения содержания жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье (обзор) // *Эталоны. Стандартные образцы*. 2024. Т. 20, № 1. С. 59–84. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-1-59-84>
5. Randall E. L. Improved method for fat and oil analysis by a new process of extraction // *Journal of Association of Official Analytical Chemists*. 1974. Vol. 57, № 5. P. 1165–1168. <https://doi.org/10.1093/jaoac/57.5.1165>
6. Shin J.-M., Park S.-K. Comparison of fat determination methods depending on fat definition in bakery products // *LWT – Food Science and Technology*. 2015. Vol. 63, № 2. P. 972–977. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2015.04.011>
7. Zhang Y., Zhao J., Yang H.-W. Comparison and analysis of goodness of fit and fitting formula between milk fat concentration and refractive index // *International Journal of Modeling, Simulation, and Scientific Computing*. 2024. Vol. 15, № 3. P. 2450022. <https://doi.org/10.1142/S1793962324500223>
8. Desai P., Pandya U. Optical Butyrometric reading tube: An approach towards Gerber automation // *Indian Journal of Dairy Science*. 2022. Vol. 75, № 6. P. 536–541. <https://doi.org/10.33785/IJDS.2022.v75i06.007>
9. Wu D., Feng S., He Y. Infrared Spectroscopy Technique for the Nondestructive Measurement of Fat Content in Milk Powder // *Journal of Dairy Science*. 2007. Vol. 90, № 8. P. 3613–3619. <https://doi.org/10.3168/jds.2007-0164>
10. NIRS and MIRS technique for the determination of protein and fat content in milk powder / D. Wu [et al.] // *Proc. SPIE6625, International Symposium on Photoelectronic Detection and Imaging 2007: Related Technologies and Applications*. 2008. 66251S. <https://doi.org/10.1117/12.791230>
11. Ultrasound velocity to measure beef, chicken and fish fillet fat content / M. H. A. Halim [et al.] // 2012 IEEE Student Conference on Research and Development (SCORed), Pulau Pinang, Malaysia, 2012. P. 54–58. <https://doi.org/10.1109/SCORed.2012.6518610>
12. Leung H. K., Anderson G. R., Norr P. J. Rapid Determination of Total and Solid Fat Contents in Chocolate Products by Pulsed Nuclear Magnetic Resonance // *Journal of Food Science*. 1985. Vol. 50, № 4. P. 942–945. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1985.tb12985.x>
13. Дерффель К. Статистика в аналитической химии. Пер. с нем. М.: Мир, 1994. 268 с.
14. Сергеева А. С., Касилюнас А. В., Голынец О. С. О ходе разработки стандартных образцов состава шоколада // *Альманах современной метрологии*. 2024. № 2 (38). С. 65–77.
15. Сергеева А. С., Первухина О. Е., Голынец О. С. О ходе разработки стандартного образца состава муки миндальной // *Метрология 2024: Материалы международной научно-технической конференции*, Минск, 9–10 апреля 2024 года. Минск: БелГИМ, 2024. С. 255–259.

REFERENCES

1. Medvedevskikh S. V., Baranovskaya V. B., Medvedevskikh M. Yu., Krasheninina M. P., Sergeeva A. S. Reference measurement procedure for the determination of mass fraction of fat content in food. *Accreditation and Quality Assurance*. 2021;26:165–175. <https://doi.org/10.1007/s00769-021-01472-w>
2. Sergeeva A. S., Medvedevskikh M. Yu., Studenok V. V., Parfenova E. G. Use of primary reference measurement techniques in the field of assurance of measurement uniformity. *Legal and applied metrology*. 2020;5(167):5–9. (In Russ.).
3. Sergeeva A. S., Kasilyunas A. V., Parfenova E. G., Medvedevskikh S. V. Primary reference measurement procedures in the food industry: usage experience and development prospects. *Measurement standards. Reference materials*. 2023;19(4):83–98. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-83-98>
4. Sergeeva A. S. Current Issues in determining fat content in food products and food raw materials (Review). *Measurement Standards. Reference Materials*. 2024;20(1):59–84. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-1-59-84>
5. Randall E. L. Improved method for fat and oil analysis by a new process of extraction. *Journal of Association of Official Analytical Chemists*. 1974;57(5):1165–1168. <https://doi.org/10.1093/jaoac/57.5.1165>
6. Shin J.-M., Park S.-K. Comparison of fat determination methods depending on fat definition in bakery products. *LWT Food Science and Technology*. 2015;63(2):972–977. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2015.04.011>

7. Zhang Y., Zhao J., Yang H.-W. Comparison and analysis of goodness of fit and fitting formula between milk fat concentration and refractive index. *International Journal of Modeling, Simulation, and Scientific Computing*. 2024;15(03):2450022. <https://doi.org/10.1142/S1793962324500223>
8. Desai P., Pandya U. Optical Butyrometric reading tube: An approach towards Gerber automation. *Indian Journal of Dairy Science*. 2022;75(6):536–541. <https://doi.org/10.33785/IJDS.2022.v75i06.007>
9. Wu D., Feng S., He Y. Infrared Spectroscopy Technique for the Nondestructive Measurement of Fat Content in Milk Powder. *Journal of Dairy Science*. 2007;90(8):3613–3619. <https://doi.org/10.3168/jds.2007-0164>
10. Wu D., Feng S., He C., He Y. NIRS and MIRS technique for the determination of protein and fat content in milk powder. *Proc. SPIE6625, International Symposium on Photoelectronic Detection and Imaging 2007: Related Technologies and Applications*. 2008:66251S. <https://doi.org/10.1117/12.791230>
11. Halim M. H. A., Buniyamin N., Shari M. A. M., Kassim R. A. Ultrasound velocity to measure beef, chicken and fish fillet fat content. *2012 IEEE Student Conference on Research and Development (SCORED), Pulau Pinang, Malaysia*. 2012:54–58. <https://doi.org/10.1109/SCORED.2012.6518610>
12. Leung H. K., Anderson G. R., Norr P. J. Rapid Determination of Total and Solid Fat Contents in Chocolate Products by Pulsed Nuclear Magnetic Resonance. *Journal of Food Science*. 1985;50(4):942–945. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1985.tb12985.x>
13. Doerffel V. K. Statistik in der analytischen Chemie. Moscow: Mir; 1994. 268 p. (In Russ.).
14. Sergeeva A. S., Kasilyunas A. V., Golynets O. S. The progress of development of certified reference material for composition of chocolate. *Al'manac of Modern Metrology*. 2024;2(38):65–77. (In Russ.).
15. Sergeeva A. S., Pervukhina O. E., Golynets O. S. The progress of development of certified reference material for composition of almond flour. *Metrology 2024. Materials of the international scientific and technical conference, Minsk, 9–10 April 2024*. Minsk: BelGIM; 2024. 255–259 p. (In Russ.).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

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

620075, Россия, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, д. 4
e-mail: sergeevaas@uniim.ru
Researcher ID: AAE-7942-2021
<https://orcid.org/0000-0001-8347-2633>

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Anna S. Sergeeva – Cand. Sci. (Chem.), Senior Researcher of the Laboratory for Metrological Support of Moisture Measurement and Reference Materials, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology

4 Krasnoarmeyskaya st., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: sergeevaas@uniim.ru
Researcher ID: AAE-7942-2021
<https://orcid.org/0000-0001-8347-2633>