

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Научная статья

УДК 664.236:006.82:543.21


<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-4-74-87>



Измерения массовой доли сырой клейковины в зерне и муке: от разработки методики измерений – к изготовлению стандартных образцов для поверки ИК-анализаторов

Е. Г. Парфенова  , С. Н. Молодых, М. В. Ильюк, М. О. Мязина

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

 vlaga@uniim.ru

Аннотация: Новые правила ведения Федеральной государственной информационной системы «Зерно» повышают требования к оперативности и достоверности вносимых сведений о результатах измерений показателей качества зерна. Один из основных показателей для приемки зерна и передачи данных во ФГИС «Зерно» – массовая доля сырой клейковины, которую определяют с помощью ИК-анализаторов состава зерна утвержденного типа. ИК-анализаторы нуждаются в своевременной поверке. Разработка новых доступных средств поверки является актуальной.

Цель описанного в статье исследования – разработка методики измерений и стандартных образцов массовой доли сырой клейковины в зерне и муке для сокращения времени и средств на проведение поверок ИК-анализаторов и, в конечном счете, повышения точности проводимых ИК-анализаторами измерений.

С данной целью исследованы влияющие на результаты измерений факторы, оценены вклады каждого влияющего фактора. В результате для повышения точности измерений предложен целый ряд подходов. Во-первых, использование дистиллированной воды с регламентированной температурой для отмывания клейковины. Во-вторых, замена ручного способа механизированным, применение более точных весов, использование пресса для отжима клейковины. В-третьих, рекомендованы предварительное определение массовой доли влаги исходной навески зерна (муки) для дальнейшего расчета массы навески и некоторые другие условия.

В статье приведены характеристики разработанной авторами публикации ФР.1.31.2025.50337 «ГСИ. Методика измерений массовой доли сырой клейковины в зерне и муке» и результаты исследования метрологических характеристик стандартных образцов массовой доли сырой клейковины в зерне и муке, аттестованных с применением этой методики.

Применение данной методики позволит серийно выпускать стандартные образцы для метрологического обеспечения измерений содержания клейковины. Внедрение стандартных образцов сделает средства поверки ИК-анализаторов доступными для региональных метрологических центров. Аккредитованные испытательные лаборатории смогут самостоятельно проводить контроль точности. В целом вырастет качество метрологических услуг для предприятий зерноперерабатывающего комплекса.

Ключевые слова: методика измерений, стандартные образцы, ИК-анализатор, массовая доля клейковины, сырая клейковина, зерно пшеницы, исследование зерна, качество зерна, качество муки

Для цитирования: Измерения массовой доли сырой клейковины в зерне и муке: от разработки методики измерений – к изготовлению стандартных образцов для поверки ИК-анализаторов / *Е. Г. Парфенова* [и др.] // *Эталоны. Стандартные образцы*. 2025. Т. 21, № 4. С. 74–87. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-4-74-87>

Статья поступила в редакцию 16.06.2025; одобрена после рецензирования 20.11.2025; принята к публикации 25.12.2025.

REFERENCE MATERIALS

Research Article

Measurement of Wet Gluten Content in Wheat Grain and Flour: From the Development of a Measurement Procedure – to the Production of Reference Materials for Calibration of IR Analyzers

Elena G. Parfenova  , Svetlana N. Molodykh, Marina V. Ilyuk, Maria O. Myazina

UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, Yekaterinburg, Russia
[✉vlaga@uniim.ru](mailto:vlaga@uniim.ru)

Abstract: The new regulations for maintaining the Federal State Information System „Grain“ have raised the requirements for the timeliness and reliability of data entered on grain quality measurement results. One of the key parameters for grain acceptance and data submission to the FGIS „Grain“ is the wet gluten content, which is determined using approved IR grain analyzers. These IR analyzers require timely calibration. Therefore, the development of new, accessible calibration tools is a pressing issue.

The goal of the research described in the article is to develop a measurement procedure and reference materials for the wet gluten content in grain and flour, aiming to reduce the time and cost of calibrating IR analyzers and, ultimately, to improve the accuracy of measurements conducted by these analyzers.

To this end, the factors influencing the measurement results were investigated, and the contribution of each influencing factor was evaluated. As a result, a range of approaches has been proposed to enhance measurement accuracy: firstly, the use of distilled water with a regulated temperature for gluten washing; secondly, the replacement of the manual method with a mechanized one, the use of more precise scales, and the employment of a gluten press; thirdly, it is recommended to pre-determine the moisture content of the initial sample of grain (flour) for the subsequent calculation of the sample mass, among other specified conditions. The article presents the characteristics of the measurement procedure FR.1.31.2025.50337, „State System for Ensuring the Uniformity of Measurements (GSI). Procedure for Measuring the Wet Gluten Content in Grain and Flour“, developed by the authors, along with the results of a study of the metrological characteristics of reference materials for wet gluten content in grain and flour, which were certified using this procedure. The application of this procedure will enable the serial production of reference materials for the metrological support of gluten content measurements. The introduction of these reference materials will make calibration tools for IR analyzers accessible to regional metrological centers. Accredited testing laboratories will

be able to perform accuracy control independently. Overall, the quality of metrological services for grain processing enterprises will be enhanced.

Keywords: measurement procedure, reference materials, IR analyzer, gluten content, wet gluten, wheat grain, grain analysis, grain quality, flour quality

For citation: Parfenova EG, Molodykh SN, Ilyuk MV, Myazina MO. Measurement of wet gluten content in wheat grain and flour: from the development of a measurement procedure – to the production of reference materials for calibration of IR analyzers. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2025;21(4):74–87. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-4-74-87>

The article was submitted 16.06.2025; approved after reviewing 20.11.2025; accepted for publication 25.12.2025.

Введение

Значительный экспортный потенциал Российской Федерации в области зерна обусловлен уникальными характеристиками российского зерна. По данным Союза экспортеров и производителей зерна, экспортный потенциал России по зерну в 2025 г. может достичь 45 млн т, из которых 40 млн т – пшеница^{1, 2}. Но реализация озвученных прогнозов возможна только при условии высокого качества сырья. Поэтому задача защиты отечественного рынка от недоброкачественной и фальсифицированной продукции очень актуальна [1, 2].

В 2022 г. со вступлением в силу Федерального закона № 520-ФЗ³ была введена ФГИС «ЗЕРНО»⁴. Новые нормативные требования значительно ужесточили критерии оперативности и надежности измерений показателей качества зерна.

Один из ключевых показателей при приеме зерна и передаче данных в ФГИС «ЗЕРНО» – массовая доля сырой клейковины. Данный

показатель является определяющим для присвоения зерну классов от 1-го (наивысшего) до 5-го (непродовольственного) и прямо отражается на доходности бизнеса: реализация пшеницы по 4-му и 5-му классам означает для сельхозпроизводителей потерю средств, вложенных в выращивание урожая [3, 4].

Клейковина – комплекс белковых веществ зерна, способных при набухании в воде образовывать вязкую эластичную массу. Массовая доля сырой клейковины (количество сырой клейковины) – это отношение массы отмытой сырой клейковины к массе анализируемой пробы размолотого зерна при его влажности не более 18 %, выраженное в процентах. В соответствии с ГОСТ 9353⁵ по количеству клейковины зерно относят к I–VI классам пшеницы.

Кроме того, в хлебопекарной промышленности клейковина определяет эластичность и упругость теста при смешивании с водой и служит одним из критериев качества муки. Таким образом, измерение содержания количества клейковины – важный параметр качества зерна пшеницы при изготовлении пшеничной муки [5]. На ухудшение качества клейковины влияют различные факторы: погодные условия при выращивании зерна, генетика сорта, природные условия роста, минеральное питание растений и технологические проблемы, особенно связанные с процессом отмычки клейковины [6, 7].

Для проверки качества зерна широко используются ИК-анализаторы состава зерна утвержденного типа [8–10]. В случае возникновения спорных ситуаций прибегают

¹ Союз экспортеров оценил экспортный потенциал РФ по зерну в 2025 году в 45 млн т. Режим доступа: <https://www.interfax.ru/business/1000202> (дата обращения: 16.06.2025).

² Обзор мирового и российского рынков зерновых по состоянию на 21.01.2025 года // ГКУ КК «Кубанский сельскохозяйственный ИКЦ». Режим доступа: https://www.kaicc.ru/sites/default/files/obzor_zerno_rf_i_mir_21.01.2025.pdf (дата обращения: 16.06.2025).

³ О внесении изменений в Закон Российской Федерации «О зерне» и статью 14 Федерального закона «О развитии сельского хозяйства»: Федер. закон от 30 декабря 2020 г. № 520-ФЗ.

⁴ ФГИС «ЗЕРНО» – Федеральная государственная информационная система прослеживаемости зерна и продуктов его переработки.

⁵ ГОСТ 9353–2016 Пшеница. Технические условия.

к арбитражному методу анализа. Для определения количественного содержания клейковины в зерне и продуктах его переработки применяются стандартизированные методы измерений, такие как ГОСТ Р 54478 [11], ГОСТ 31699, ГОСТ 27839–2013, ГОСТ ISO 21415-2-2019⁶. В этих стандартах предусмотрено как ручное определение клейковины, так и использование механических устройств.

Однако при применении этих методик часто возникают разногласия относительно классификации зерна по соответствующим классам из-за отсутствия в стандартах четких норм точности, а также влияния человеческого фактора. Несмотря на наличие существенных методических погрешностей, ручной метод отмывания клейковины в Российской Федерации признан арбитражным.

В нашей стране в качестве арбитражной методики применяется «отмывание клейковины вручную»: для зерна – по ГОСТ Р 54478–2011; для муки пшеничной – по ГОСТ 27839–2013 (указанная арбитражная методика включена в доказательную базу ТР ТС 027/2012⁷). В отдельных случаях, например, при экспортных операциях, в зависимости от требований покупателей клейковина в зерне может определяться по ГОСТ 31699–2012 (ISO 21415-1:2006).

В табл. 1 приведен краткий обзор применяемых методик измерений массовой доли сырой клейковины и их метрологические характеристики.

Анализ данных табл. 1 показывает, что во всех методиках реализован гравиметрический метод измерений, но разными способами – ручным или с применением механизированного

устройства. Установлено, что в методиках не в полном объеме или вовсе отсутствуют:

- метрологические характеристики применяемого метода;
- требования к контролю точности полученных результатов.

«Ручной способ отмывки» клейковины характеризуется рядом несовершенств и погрешностей, которые могут привести к значительному разбросу результатов измерений, существенно повлиять на точность и воспроизводимость результатов:

- отсутствие учета влажности навески измельченного зерна при расчете количества воды для отмывания;
- большой допуск по температуре и качеству используемой воды.

Основной недостаток «ручного способа отмывки» клейковины – методическая составляющая, которая зависит от квалификации оператора. Таким образом, вариабельность результатов, полученных «ручным способом отмывки», может привести к погрешностям при классификации зерна и определении его стоимости.

Перечисленные выше обстоятельства предопределяют своевременность разработки (а) методик измерений массовой доли сырой клейковины с более высокими точностными характеристиками; (б) СО для контроля точности, валидации существующих стандартизованных методик, применяемых на зерноперерабатывающих предприятиях и аккредитованных испытательных лабораториях.

Цели исследования: (а) разработать методику измерений массовой доли сырой клейковины с оптимальными условиями измерений и методологические подходы; (б) разработать СО массовой доли сырой клейковины в зерне и муке, обладающие метрологической прослеживаемостью.

Поставленные задачи:

- изучить влияющие факторы на результаты измерений массовой доли сырой клейковины в зерне и муке;
- обнаружить закономерности, влияющие на результаты измерений массовой доли сырой клейковины в зерне и муке;
- выработать методологические подходы к разработке методики и СО измерений массовой доли сырой клейковины.

⁶ ГОСТ Р 54478–2011 Зерно. Методы определения количества и качества клейковины в пшенице. ГОСТ 31699–2012 Пшеница и пшеничная мука. Определение содержания клейковины. Часть 1. Ручной метод. ГОСТ 27839–2013 Мука пшеничная. Методы определения количества и качества клейковины. ГОСТ ISO 21415–2–2019 Пшеница и пшеничная мука. Определение содержания клейковины. Часть 2. Определение содержания сырой клейковины и индекса клейковины (глютен-индекса) механическим способом.

⁷ ТР ТС 027/2012 «О безопасности отдельных видов специализированной пищевой продукции, в том числе диетического лечебного и диетического профилактического питания».

Таблица 1. Методики измерений массовой доли сырой клейковины и их метрологические характеристики

Table 1. Methods for measuring wet gluten content and their metrological characteristics

Наименование нормативного документа на методику измерений	Объект измерений	Метод измерения	Способ отмывания клейковины	Метрологические характеристики методики измерений
ГОСТ Р 54478–2011 Зерно. Методы определения количества и качества клейковины в пшенице	Зерно мягкой и твердой пшеницы, производимое по ГОСТ 9353–2016	Гравиметрический	Ручной	Диапазон измерений массовой доли сырой клейковины: от 22,8 до 30,8 %. Среднее квадратическое отклонение повторяемости: 0,195 %. Предел повторяемости: 0,55 %. Среднее квадратическое отклонение воспроизводимости: 0,659 %. Предел воспроизводимости: 1,85 %. Границы абсолютной погрешности метода: $\pm 1,32$ %.
		Гравиметрический	Механизированный	Диапазон измерений массовой доли сырой клейковины: от 19,20 до 40,5 %. Среднее квадратическое отклонение повторяемости: 0,349 %. Предел повторяемости: 0,98 %. Среднее квадратическое отклонение воспроизводимости: 0,577 %. Предел воспроизводимости: 1,62 %. Границы абсолютной погрешности метода: $\pm 1,15$ %.
ГОСТ 31699–2012 (ISO 21415–1:2006) Пшеница и пшеничная мука. Определение содержания клейковины. Часть 1. Ручной метод	Пшеница и пшеничная мука (<i>Triticum aestivum</i> L. и <i>Triticum durum</i> Desf.)	Гравиметрический	Ручной	Предел повторяемости, не более: – для зерен пшеницы 1,9 г/100 г; – для пшеничной муки 1,5 г/100 г; – для зерен твердой пшеницы 0,9 г/100 г; – для крупки из твердой пшеницы 2,1 г/100 г.

Окончание табл. 1

End of Table 1

Наименование нормативного документа на методику измерений	Объект измерений	Метод измерения	Способ отмывания клейковины	Метрологические характеристики методики измерений
ГОСТ 31699–2012 (ISO 21415–1:2006) Пшеница и пшеничная мука. Определение содержания клейковины. Часть 1. Ручной метод	Пшеница и пшеничная мука (<i>Triticum aestivum</i> L. и <i>Triticum durum</i> Desf.)	Гравиметрический	Ручной	Предел воспроизводимости, не более: – для зерен пшеницы 9,5 г/100 г; – для пшеничной муки 7,7 г/100 г; – для зерен твердой пшеницы 14,0 г/100 г; – для крупки из твердой пшеницы 11,7 г/100 г.
ГОСТ 27839–2013 Мука пшеничная. Методы определения количества и качества клейковины	Пшеничная мука	Гравиметрический	Ручной Механизированный	Абсолютное расхождение между результатами двух определений в условиях повторяемости не превышает 1,0 %.
ГОСТ ISO 21415–2–2019 Пшеница и пшеничная мука. Определение содержания клейковины. Часть 2. Определение содержания сырой клейковины и индекса клейковины (глютен-индекса) механическим способом	Пшеничная мука (<i>Triticum aestivum</i> L. и <i>Triticum durum</i> Desf.)	Гравиметрический	Механизированный	Диапазон измерений содержания сырой клейковины*: от 17,6 до 34,7 %. Стандартное отклонение повторяемости S_r : 0,4 %. Предел повторяемости r : 1,1 %. Стандартное отклонение воспроизводимости S_R : 1,0 %. Предел повторяемости R : 2,8 %.

* Под термином «диапазон измерений содержания сырой клейковины» следует понимать «диапазон измерений массовой доли сырой клейковины». Термины «массовая доля сырой клейковины» и «количество сырой клейковины» являются аналогичными по смыслу.

* The term „measurement range of wet gluten content“ should be understood as „measurement range of the mass fraction of wet gluten“. The terms „mass fraction of wet gluten“ and „quantity of wet gluten“ are similar in meaning.

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

Материалы и методы

Образцы для исследований

В качестве образцов для исследований послужили:

– зерно мягкой пшеницы сорта «Экстра», рядовой и фуражной, зерно твердой пшеницы. Образцы были предоставлены производителями: экспериментальной площадкой Академии наук РФ – ФГБНУ «Уральский федеральный

аграрный научно-исследовательский центр УрО РАН» и макаронной фабрикой.

– мука пшеничная сортов первого, второго, высшего, сорта «Экстра», крупчатка, обойная, предоставленные мукомольным заводом.

Средства измерений

Установка измерительная эталонная 1-го разряда массовой доли влаги в твердых

веществах и материалах ЭУВТ-1 (рабочий эталон)⁸.

Весы лабораторные с границами абсолютной погрешности $\pm 0,005$ г и секундомер электронный «СЧЕТ-1М» с дискретностью 0,001 с.

Испытательное оборудование

Испытательное оборудование для проведения экспериментальных работ прошло процедуру аттестации:

– тестомесилка лабораторная У1-ЕТК-1М, обеспечивающая замес теста однородной консистенции из размолотого зерна, муки и питьевой воды в течение (18 ± 1) с;

– устройство для механизированного отмывания клейковины У1-МОК-1МТ с частотой вращения рабочего органа (на холостом ходу) (57 ± 1) об/мин.

Вспомогательные устройства, материалы

Мельница лабораторная технологическая ЛМТ-1, обеспечивающая крупность помола с величиной схода с сита из проволоочной сетки № 067 не более 1 % и проход через сито из полиамидной ткани № 41/43 ПА не менее 60 и не более 70 %.

Пресс для выделения клейковины ПКМ-12 (ООО «ЭКАН», Россия).

Сито из полиамидной ткани № 41/43 ПА.

Сито из проволоочной сетки № 067.

Сито из полиамидной ткани № 22,7 ПЧ-150.

Сито из металлической сетки размером 0,35/20.

Методы измерений

Аттестованное значение СО устанавливали гравиметрическим методом с применением методики измерений № 243.0108/2024⁹.

⁸ 47685–11 Установка измерительная эталонная 1-го разряда массовой доли влаги в твердых веществах и материалах ЭУВТ-1. Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. Режим доступа: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/cm/mts?page=1&size=20&sort=number&sort=desc&text=47685-11> (дата обращения: 16.06.2025).

⁹ ФР.1.31.2025.50337 ГСИ. Методика измерений массовой доли сырой клейковины в зерне и муке. Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. Режим доступа: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/16/items/1423129> (дата обращения: 16.06.2025).

Характеристику неопределенности аттестованного значения СО оценивали по РМГ 93, согласно которой установили основные источники неопределенности аттестованного значения СО:

- неоднородность материала СО;
- нестабильность значений аттестуемой характеристики СО;
- способ определения аттестованного значения СО.

Результаты и обсуждение

Методологические подходы к разработке методики

Фактической базой для разработки методологических подходов и оптимизации условий анализа измерений массовой доли сырой клейковины послужили:

– практический опыт авторов разработанного ранее ГСО 10887–2017 с аттестованным значением, установленным по результатам межлабораторного эксперимента;

– результаты межлабораторных сличительных испытаний (МСИ), проведенных в период с 2016 по 2024 г. среди испытательных лабораторий, осуществляющих анализ зерна пшеницы и муки.

В общей сложности изучены результаты измерений более 100 лабораторий – участников раундов МСИ по анализу пшеницы и муки, в которых УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» выступал в роли провайдера. Все лаборатории выполняли исследования по методике, описанной для пшеницы – в ГОСТ Р 54478–2011, для муки – в ГОСТ 27839–2013.

Провайдер отметил у 8 % лабораторий статистически значимые отклонения от приписанных значений. Для выявления факторов, потенциально влияющих на точность выполнения измерений, был проведен углубленный анализ применяемых лабораториями процедур и методик определения массовой доли сырой клейковины. Среди возможных причин наблюдаемых отклонений идентифицированы методические, обусловленные квалификацией исполнителя, качеством применяемой воды для отмывания клейковины.

Таким образом, для повышения точности измерений в методику отмывания клейковины

в зерне (муке) было предложено внести дополнительные требования.

1. Использование дистиллированной воды с регламентированной температурой для отмывания клейковины обеспечит стабильность процесса гидратации клейковинных белков.

2. Замена ручного метода на механизированный процесса отмывания устранит влияние человеческого фактора и обеспечит более равномерное и эффективное удаление крахмала и других водорастворимых компонентов из клейковины.

3. Применение более точных весов и пресса для отжима клейковины позволит с большей достоверностью определять массу клейковины и степень ее обезвоживания.

4. Проведение процедуры предварительного определения массовой доли влаги в исходной навеске зерна (муки) для последующего расчета массы навески и некоторых других параметров даст возможность скорректировать массу используемой навески, чтобы привести содержание сухого вещества к требуемому значению, что критически важно для получения сопоставимых результатов.

В совокупности эти изменения позволят значительно улучшить качество и точность результатов измерений массовой доли сырой клейковины.

Подтверждение выдвинутой гипотезы проведено путем аттестации методики на специально подготовленных контрольных образцах в необходимом диапазоне измерений массовой доли сырой клейковины. В результате эксперимента были установлены и подтверждены:

– диапазон измерений массовой доли сырой клейковины;

– значения показателей повторяемости, внутрилабораторной прецизионности, правильности, точности, расширенной неопределенности.

Разработанная методика № 243.0108/2024 аттестована и зарегистрирована в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений. Метрологические характеристики методики представлены в табл. 2.

Основным назначением методики является определение характеристик СО. Применение данной методики позволяет серийно выпускать СО, предназначенные для метрологического обеспечения измерений содержания клейковины в аккредитованных испытательных лабораториях и предприятиях зерноперерабатывающего комплекса.

Разработка СО массовой доли сырой клейковины в зерне и муке
Выбор образцов для исследований

Для материалов, рассматриваемых в качестве кандидатов в СО, были тщательно отобраны образцы зерна и муки разных сортов, обеспечивающие репрезентативное распределение значений массовой доли сырой клейковины по всему диапазону измерений, включая начальные, средние и конечные значения.

Перед проведением измерений зерно тщательно подготавливали и кондиционировали. Затем отбирали случайным образом пробы для исследования однородности и стабильности материала для изготовления СО.

Определение массовой доли влаги пробы зерна/муки проводили на рабочем

Таблица 2. Диапазон измерений; значения характеристик погрешности и ее составляющих; значения показателей неопределенности измерений

Table 2. Measurement range; values of error characteristics and its components; values of expanded measurement uncertainty

Диапазон измерений массовой доли сырой клейковины, %	Показатель повторяемости σ_r , %	Показатель внутрилабораторной прецизионности σ_{R_d} , %	Показатель правильности (при $P=0,95$), $\pm \Delta c$, %	Показатель точности (при $P=0,95$), $\pm \Delta L$, %	Суммарная стандартная неопределенность, u_c , %	Расширенная неопределенность при $k=2$, U_L , %
от 16,00 до 40,00	0,11	0,16	0,26	0,40	0,20	0,40

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

эталоне – установке измерительной эталонной 1-го разряда массовой доли влаги в твердых веществах и материалах ЭУВТ-1. В зависимости от полученного значения массовой доли влаги рассчитывали массу навески пробы зерна/муки, необходимую для проведения дальнейших измерений массовой доли сырой клейковины в соответствии с методикой измерений массовой доли сырой клейковины в зерне и муке¹⁰.

Исследование метрологических характеристик СО

Аттестованное значение СО было установлено гравиметрическим методом по утвержденной методике измерений массовой доли сырой клейковины в зерне и муке¹¹.

Характеристику неопределенности аттестованного значения СО оценивали по РМГ 93¹², в соответствии с которой приняты основные источники неопределенности аттестованного значения СО:

- неоднородность материала СО;
- нестабильность значений аттестуемой характеристики СО;
- способ определения аттестованного значения СО.

Исследования однородности и стабильности показали:

¹⁰ Там же.

¹¹ Там же.

¹² РМГ 93–2015 Государственная система обеспечения единства измерений. Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов. М. : Стандартинформ, 2016. 28 с.

– для исследованных экземпляров СО пробы однородны;

– неопределенность от неоднородности не превышает 0,12 %.

Стабильность СО в условиях хранения и транспортирования характеризуется соответственно:

– стандартной неопределенностью от долговременной нестабильности u_{lts} ;

– стандартной неопределенностью от кратковременной нестабильности u_{sts} .

Обработкой результатов по алгоритму [12] установлено, что неопределенность от долговременной нестабильности не превышает 0,13 %.

Для оценки неопределенности от кратковременной нестабильности материала СО смоделировали условия окружающей среды, соответствующие минимальному и максимальному значениям температуры при транспортировании: $T = (5 \pm 1) ^\circ\text{C}$ и $T = (45 \pm 1) ^\circ\text{C}$. На основании расчетов было установлено, что неопределенность от кратковременной нестабильности не превышает 0,07 %.

Путем исследований и расчетов стабильности установлен срок годности СО – 2 года.

Результаты оценивания неопределенности от способа определения аттестованного значения СО объединены в табл. 3.

Основное назначение разрабатываемых СО – оценку метрологических характеристик средств измерений – экспериментально подтвердили на практике с использованием ИК-анализаторов разных типов массового применения отечественного

Таблица 3. Результаты оценки характеристик неопределенности аттестованного значения СО и ее составляющих

Table 3. Results of assessing the uncertainty characteristics of the reference material's certified value and its components

Наименование образца	Аттестованное значение, %	u_{char} , %	u_{lts} , %	u_{sts} , %	u_h , %	$u_c(\hat{A})$	U , %
Зерно мягкой пшеницы сорта «Экстра»	22,00	0,231	0,13	0,05	0,09	0,286	0,57
Мука пшеничная (второй сорт)	26,78	0,230	0,13	0,04	0,06	0,274	0,55
Зерно твердой пшеницы	32,90	0,233	0,13	0,06	0,11	0,292	0,58

Окончание табл. 3
End of Table 3

Наименование образца	Аттестованное значение, %	u_{char} , %	u_{lis} , %	u_{sts} , %	u_h , %	$u_c(\hat{A})$	U , %
Мука пшеничная (обойная)	21,06	0,223	0,13	0,06	0,08	0,275	0,55
Зерно мягкой (фуражной) пшеницы	18,65	0,225	0,13	0,07	0,12	0,294	0,59
Зерно мягкой пшеницы	25,16	0,225	0,13	0,06	0,10	0,284	0,57
Мука пшеничная (крупчатка)	30,58	0,226	0,13	0,05	0,08	0,277	0,55
Мука пшеничная (сорт Экстра)	28,86	0,237	0,13	0,06	0,07	0,286	0,57
Мука пшеничная (высший сорт)	29,73	0,235	0,13	0,06	0,07	0,285	0,57
Мука пшеничная (первый сорт)	31,18	0,221	0,13	0,06	0,08	0,275	0,55

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

производства по стандартизированной методике ГОСТ Р 71208–2024¹³ и ИК-анализаторах иностранного производства в соответствии с руководством по эксплуатации.

В табл. 4 с результатами измерений приведено смещение результата измерений

¹³ ГОСТ Р 71208–2024 Зерно. Определение влажности, белка, количества клейковины методом спектроскопии в ближней инфракрасной области.

(погрешность) ИК-анализатора относительно аттестованного значения СО.

Набор СО состоит из восьми типов СО, материал которых представляет собой зерно пшеницы цельное или измельченное и продукты его переработки – муку пшеничную (табл. 3), – расфасованные массой от 100 до 700 г в полиэтиленовую герметичную упаковку с этикеткой.

Таблица 4. Результаты измерений СО на ИК-анализаторах
Table 4. Measurements results of RMs using IR Analyzer

Наименование материала СО	Аттестованное значение, %	Тип анализатора	Результат измерений на ИК-анализаторе, %	Смещение результата измерений, %	Погрешность анализатора, нормированная в описании типа, %
Зерно мягкой пшеницы сорта «Экстра»	22,0	ИНФРАСКАН	22,5	0,5	±2,0
		Infratec 1241	23,2	1,2	±2,0
		Infracont	21,4	-0,6	±2,0
Зерно твердой пшеницы	32,9	ИНФРАСКАН	32,4	-0,5	±2,0
		Infratec 1241	31,0	-1,9	±2,0
		Infracont	31,5	-1,4	±2,0

Окончание табл. 4

End of Table 4

Наименование материала СО	Аттестованное значение, %	Тип анализатора	Результат измерений на ИК-анализаторе, %	Смещение результата измерений, %	Погрешность анализатора, нормированная в описании типа, %
Зерно мягкой (фуражной) пшеницы	18,7	ИНФРАСКАН	20,2	1,5	$\pm 2,0$
		Infratec 1241	19,9	1,2	$\pm 2,0$
		Infracont	20,1	1,4	$\pm 2,0$
Зерно мягкой пшеницы	25,2	ИНФРАСКАН	24,5	-0,7	$\pm 2,0$
		Infratec 1241	24,1	-1,1	$\pm 2,0$
		Infracont	23,7	-1,5	$\pm 2,0$

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

Метрологические характеристики объединены в табл. 5.

Разработанные СО прошли процедуру утверждения типа. Наименование и номер

Таблица 5. Нормируемые метрологические характеристики СО из набора СО

Table 5. Standardized metrological characteristics of RMs from the RM set

Материал СО	Индекс СО в наборе	Интервал допускаемых аттестованных значений СО, %	Границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения СО при $P = 0,95$, %	Допускаемое значение расширенной неопределенности аттестованного значения СО при $k = 2$, $P = 0,95$, %
Зерно мягкой пшеницы	КЛ-1 СО УНИИМ	от 18,0 до 36,0	$\pm 0,6$	0,6
Зерно твердой пшеницы	КЛ-2 СО УНИИМ			
Мука пшеничная (сорт Экстра)	КЛ-3 СО УНИИМ			
Мука пшеничная (высший сорт)	КЛ-4 СО УНИИМ			
Мука пшеничная (крупчатка)	КЛ-5 СО УНИИМ			
Мука пшеничная (первый сорт)	КЛ-6 СО УНИИМ			
Мука пшеничная (второй сорт)	КЛ-7 СО УНИИМ			
Мука пшеничная (обойная)	КЛ-8 СО УНИИМ			

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

в Госреестре СО: СО массовой доли сырой клейковины в зерне и муке (набор КЛ СО УНИИМ) ГСО 12858-2025/ГСО 12865-2025.

Заключение

В ходе исследования выработаны методологические подходы к разработке методики и СО измерений массовой доли сырой клейковины.

Разработанная методика № 243.0108/2024 «ГСИ. Методика измерений массовой доли сырой клейковины в зерне и муке» (номер в реестре ФР.1.31.2025.50337, номер свидетельства об аттестации 243.0108/RA.RU.311866/2024) стала основой для создания и выпуска набора из восьми типов СО. Наименование и номер в Госреестре СО: СО массовой доли сырой клейковины в зерне и муке (набор КЛ СО УНИИМ) ГСО 12858-2025/ГСО 12865-2025. Прослеживаемость аттестованного значения СО к единице величины «масса», воспроизводимой ГЭТ 3 Государственным первичным эталоном единицы массы – килограмма, обеспечена проведением измерений по аттестованной методике измерений, предусматривающей применение поверенных средств измерений (весов).

Главные достижения работы:

- доказана возможность на основе разработанной методики измерений массовой доли сырой клейковины серийно выпускать стандартные образцы для метрологического обеспечения измерений содержания клейковины в аккредитованных испытательных лабораториях и на предприятиях зерноперерабатывающего комплекса;

- доказаны характеристики произведенных СО: высокая практическая значимость, доступная стоимость, короткие сроки изготовления.

Массовое оснащение государственных региональных метрологических центров новыми СО существенно повысит доступность метрологических услуг и сократит время их предоставления.

Благодарности: Авторы выражают признательность ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В. М. Горбатова» РАН за обучение и консультации сотрудников УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». Отдельная благодарность и. о. заведующего отделом «Безопасность и качество зерна

и зернопродуктов» ВНИИЗ – филиала ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В. М. Горбатова» РАН Коваль А. И. за обучение и практическое освоение методов измерений содержания клейковины. Выражаем признательность д-ру техн. наук Собина Е. П., директору УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», за неоценимый вклад в постановку многофакторного эксперимента и помощь в разработке методологии.

Acknowledgments: The authors express their gratitude to the V. M. Gorbатов Federal Research Center for Food Systems of the Russian Academy of Sciences (RAS) for the training and consultations provided to the workers of the UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology. Special thanks are extended to A. I. Koval, Acting Head of the „Grain and Grain Product Safety and Quality“ Department of the All-Russian Research Institute of Grain and Its Processing Products (VNIIZ) – Branch of the V. M. Gorbатов Federal Research Center for Food Systems of the RAS, for the training and practical mastery of gluten content measurement methods. We are grateful to E. P. Sobina, Dr. Sci. (Eng.), Director of the UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev All-Russian Research Institute of Metrology, for invaluable contribution to the design of the multifactorial experiment and assistance in developing the measurement procedure.

Вклад авторов: Все авторы внесли свой вклад в концепцию и дизайн исследования. Парфенова Е. Г. – руководство исследованием, концептуализация, проведение исследования, валидация, создание рукописи и ее редактирование; Молодых С. Н., Илюк М. В. – проведение исследования; Мязина М. О. – визуализация.

Contribution of the authors: All authors contributed to the concept and design of the study. Parfenova E. G. – study supervision, conceptualization, research, calibration, manuscript preparation and editing; Molodykh S. N., Ilyuk M. V. – study implementation; Myazina M. O. – visualization.

Конфликт интересов: Авторы декларируют отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов, связанных с публикацией настоящей статьи.

Conflict of interest: The authors declare no conflicts of interest related to the publication of this article.

Финансирование: Статья подготовлена в рамках научно-исследовательской работы «Разработка высокоточной методики измерений и стандартных образцов массовой доли сырой клейковины», шифр «Клейковина»,

УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Funding: The article was prepared as part of the research project „Development of a High-Precision Measurement Procedure and Reference Materials for Wet Gluten Content“, code-named „Gluten“ [Kleykovina], UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev All-Russian Research Institute of Metrology.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Мелешкина Е. П. Нужно ли нам качество зерна // Хлебопродукты. 2011. № 6. С. 12–16.
2. Мелешкина Е. П., Коломиец С. Н., Бундина О. И. Хлебопекарные свойства товарной пшеницы в современных условиях // Пищевая промышленность. 2025. № 3. С. 24–27. <https://doi.org/10.52653/PPI.2025.3.3.005>
3. Гладышева О. В., Барковская Т. А. Оценка продуктивности и качества зерна яровой мягкой пшеницы // Вестник российской сельскохозяйственной науки. 2016. № 6. С. 46–48.
4. Основные причины, ведущие к несоответствию между качеством закупаемого зерна пшеницы и производством муки из нее в России / А. В. Алабушев [и др.] // Зерновое хозяйство России. 2017. Т. 4, № 52. С. 27–32.
5. Мелешкина Е. П. Методы определения количества и качества клейковины в зерне и муке из пшеницы // Контроль качества продукции. 2016. № 11. С. 26–29.
6. Шаболкина Е. Н., Шевченко С. Н., Анисимкина Н. В. Индекс деформации (ИДК), определяемый в зерне, как критерий качества клейковины пшеницы // Зерновое хозяйство России. 2021. № 2. С. 69–74. <https://doi.org/10.31367/2079-8725-2021-74-2-69-74>
7. Адекватность оценки качества клейковины твердой пшеницы в соответствии с параметрами регламентированными ГОСТом / П. Н. Мальчиков [и др.] // Зернобобовые и крупяные культуры. 2019. № 2 (30). С. 118–124. <https://doi.org/10.24411/2309-348X-2019-11101>
8. Разработка стандартных образцов массовой доли сырой клейковины в зерне пшеницы / Е. Г. Парфенова [и др.] // Молодежь и наука. 2017. № 3. С. 41.
9. Разработка экспресс-метода спектроскопии в ближней инфракрасной области для определения влажности, белка и количества клейковины / Г. П. Петров [и др.] // Хлебопродукты. 2023. № 5. С. 30–33. <https://doi.org/10.32462/0235-2508-2023-32-5-30-33>
10. Крищенко В. П. Ближняя инфракрасная спектроскопия. М. : Изд. дом «КРОН-пресс», 1997. 638 с.
11. Золотова Г. В. Основные аспекты ГОСТ Р 54478–2011 «Зерно. Методы определения количества и качества клейковины в пшенице» // Хлебопродукты. 2014. № 5. С. 37–39.
12. Об оценке стабильности стандартных образцов / П. В. Мигаль [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 3. С. 65–75. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-3-65-75>

REFERENCES

1. Meleshkina EP. Do we need grain quality. *Khleboproducty*. 2011;6:12–16. (In Russ.).
2. Meleshkina EP, Kolomiets SN, Bundina OI. Baking properties of commercial wheat in modern conditions. *Food Industry*. 2025;3:24–27. (In Russ.). <https://doi.org/10.52653/PPI.2025.3.3.005>
3. Gladysheva OV, Barkovskaya TA. Productivity and quality evaluation of spring wheat grain. *Vestnik of the Russian Agricultural Science*. 2016;6:46–48. (In Russ.).
4. Alabushev AV, Kopus MM, Ionova EV, Dorokhova DP. The main reasons of difference between the quality of bought wheat and the flour made in Russia. *Grain Economy of Russia*. 2017;4(52):27–32. (In Russ.).
5. Meleshkina EP. Methods for determining the quantity and quality of gluten in grain and wheat flour. *Production Quality Control*. 2016;11:26–29. (In Russ.).
6. Shabolkina EN, Shevchenko SN, Anisimkina NV. Deformation index (GDI) in grain as a criterion for wheat gluten quality. *Grain Economy of Russia*. 2021;2:69–74. (In Russ.). <https://doi.org/10.31367/2079-8725-2021-74-2-69-74>
7. Malchikov PN, Shabolkina EN, Myasnikova MG, Sidorenko VS. Adequacy of the estimation quality gluten durum wheat in accordance with parameters regulated state standard. *Legumes and Groat Crops*. 2019;2(30):118–124. (In Russ.). <https://doi.org/10.24411/2309-348X-2019-11101>

8. Parfenova EG, Baklykov MI, Zaporozhets AS, Molodykh SN. Development of standard samples of mass fraction of gluten in wheat grains. *Youth and Science*. 2017;3:41. (In Russ.).
9. Petrov GP, Bundina OI, Parfenova EG, Rutkovskaya TS. Development of express method of near-infrared spectroscopy to determine moisture, protein, gluten amount. *Khleboprodukt*. 2023;5:30–33. (In Russ.). <https://doi.org/10.32462/0235-2508-2023-32-5-30-33>
10. Krischenko WP. Near infrared spectroscopy. Moscow: KRON-press; 1997. 638 p. (In Russ.).
11. Zoloeva GV. The main aspects of GOST R54478–2011 “Grain. Methods for determining the quantity and quality of gluten in wheat”. *Khleboprodukt*. 2014;5:37–39. (In Russ.).
12. Migal PV, Sobina EP, Aronov PM, Kremleva ON, Studenok VV, Firsanov VA et al. On the stability testing of reference materials. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(3):65–75. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-3-65-75>

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Парфенова Елена Геннадьевна – старший научный сотрудник лаборатории метрологии влагометрии и стандартных образцов, УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: vlaga@uniim.ru
<https://orcid.org/0009-0000-4941-6590>

Молодых Светлана Николаевна – инженер лаборатории метрологии влагометрии и стандартных образцов, УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: vlaga@uniim.ru

Илюк Марина Васильевна – старший инженер лаборатории метрологии влагометрии и стандартных образцов, УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: vlaga@uniim.ru

Мязина Мария Олеговна – младший научный сотрудник лаборатории метрологии влагометрии и стандартных образцов, УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: vlaga@uniim.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Elena G. Parfenova – 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: vlaga@uniim.ru
<https://orcid.org/0009-0000-4941-6590>

Svetlana N. Molodykh – Engineer 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: vlaga@uniim.ru

Marina V. Ilyuk – Senior Engineer 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: vlaga@uniim.ru

Maria O. Myazina – Junior Researcher Engineer 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: vlaga@uniim.ru