

**ООО «ЭКАН»**

**ЗЕРНО.  
МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ  
ИЗМЕРЕНИЙ (МВИ)**

**ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА ЗЕРНА (ВЛАЖНОСТИ, МАССОВЫХ ДОЛЕЙ БЕЛКА,  
ЖИРА, КЛЕТЧАТКИ, ЗОЛЫ, СЫРОЙ КЛЕЙКОВИНЫ (пшеница)) МЕТОДОМ  
СПЕКТРОСКОПИИ В БЛИЖНЕЙ ИНФРАКРАСНОЙ ОБЛАСТИ С ПРИМЕНЕНИЕМ  
АНАЛИЗАТОРА ИНФРАКРАСНОГО ИНФРАСКАН-3150**

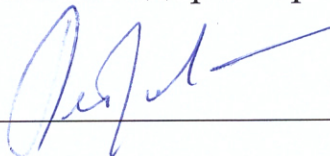
**№ 4434-012-27520549-2015**

г. Санкт-Петербург  
2015 г

**Предисловие**

**УТВЕРЖДЕНА:**

Генеральный директор ООО «ЭКАН»

  
\_\_\_\_\_ Г.П. Петров

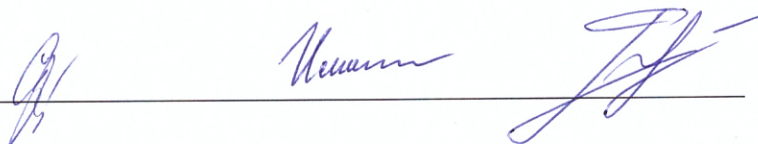
« 10 » ноября 2015г.



**РАЗРАБОТАНА:**

Лабораторией ООО «ЭКАН»

Сухоносков И.Г., Илюхина Г.М., Плис Т.Б.

  
\_\_\_\_\_

Настоящая МВИ не может быть полностью или частично воспроизведена, тиражирована и распространена без разрешения ООО «ЭКАН».



## **Сведения о методике.**

1. РАЗРАБОТАНА: ООО «ЭКАН»
2. ИСПОЛНИТЕЛИ: Сухоносков И.Г., Илюхина Г.М., Плис Т.Б.
3. УТВЕРЖДЕНА: ООО «ЭКАН» 10 ноября 2015 г.

## Содержание

1. Назначение и область применения.....	5
2. Нормативные ссылки .....	5
3. Нормы погрешности результатов измерений.....	6
4. Средства измерений, вспомогательные устройства и оборудование .....	6
5. Метод измерений.....	7
6. Требования безопасности .....	7
7. Требования к квалификации операторов.....	7
8. Условия измерений .....	7
9. Подготовка к измерениям .....	8
10. Выполнение измерений.....	9
11. Обработка и оформление результатов измерений.....	9
12. Контроль точности результатов измерений.....	11
Приложение А (Рекомендуемое) Форма записи результатов измерений контроля повторяемости .....	13



---

**МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ (МВИ)**  
**показателей качества зерновых культур (влажности, массовых долей белка, жира, клетчатки, золы, сырой клейковины (пшеница)) методом спектроскопии в ближней инфракрасной области с применением анализатора ИНФРАСКАН-3150**

---

Дата введения                      10.11.2015г.

### 1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений влажности, массовых долей белка, сырой клейковины (пшеница), жира, золы, клетчатки (далее МВИ) в зерновых культурах методом спектроскопии в ближней инфракрасной области с применением анализатора инфракрасного ИНФРАСКАН-3150.

МВИ предназначена для контроля качества зерновых культур.

### 2. НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 8.563–2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений.

ГОСТ Р 8.581-2001 Государственная система обеспечения единства измерений. Установки для измерений влажности зерна и зернопродуктов воздушно-тепловые. Методика поверки.

ГОСТ Р ИСО 5725-2–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений.

ГОСТ Р ИСО 5725-6–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.

ГОСТ Р 52554-2006 Пшеница. Технические условия.

ГОСТ 8.432-81 ГСИ. Влажность зерна и продуктов его переработки. Методика выполнения измерений на образцовой вакуумно-тепловой установке.

ГОСТ 12.1.004–91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования.

ГОСТ Р 12.1.019–2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

ГОСТ 12.2.091-2012 Безопасность электрических контрольно-измерительных приборов и лабораторного оборудования. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ 10846-91 Зерно и продукты его переработки. Метод определения белка.



МВИ № 4434-012-27520549-2015

ГОСТ Р 54478–2011 Зерно. Методы определения количества и качества клейковины в пшенице.

ГОСТ 13586.3–2015 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб.

ГОСТ 13586.5–2015 Зерно. Метод определения влажности.

ГОСТ 13496.15-2016 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения массовой доли сырого жира.

ГОСТ 31675-2012 Корма. Методы определения содержания сырой клетчатки с применением промежуточной фильтрации.

ГОСТ 26226-95 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения сырой золы.

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.

ГОСТ 30483–97 Зерно. Методы определения общего и фракционного содержания сорной и зерновой примесей; содержания мелких зерен и крупности; содержания зерен пшеницы, поврежденных клопом – черепашкой; содержания металломагнитной примеси.

### 3. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Погрешность результатов измерений по данной МВИ не превышает регламентированных значений и соответствует характеристикам приведенным в таблице 1.

Таблица 1- Диапазоны измерений показателей качества и характеристики погрешности результатов измерений

Показатель	Диапазон измерений массовой доли, %	Стандартное отклонение повторяемости $\sigma_r$ , %	Стандартное отклонение воспроизводимости $\sigma_R$ , %	Границы абсолютной погрешности результатов измерений $\pm\Delta$ , % (P=0,95)
Влажность	5 - 20	0,2	0,32	0,5
Белок	7 - 20	0,2	0,3	0,6
Клейковина	14 - 42	0,5	1,0	2,0
Жир	1,5 - 4	0,2	0,3	0,4
Зола	1- 2,5	0,2	0,3	0,3
Клетчатка	2 - 5	0,5	0,7	1,0

### 4. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И ОБОРУДОВАНИЕ

При выполнении измерения используются следующие средства измерений, вспомогательные устройства и оборудование:

4.1 Средства измерений:

- Анализатор инфракрасный ИНФРАСКАН-3150. Руководство по эксплуатации



#### 4.2 Вспомогательные устройства и оборудование:

- мельница лабораторная, обеспечивающая размол зерна до прохода через сито из проволочной сетки № 08 не менее 95% от массы измельченного образца (например: мельницы лабораторные серии ВЬЮГА, БОРЕЙ или другие аналогичные, обеспечивающие требуемое качество размола).

- устройство для удаления металломагнитных примесей по ГОСТ 17809;

- стеклянные емкости с плотно закрывающимися крышками по ГОСТ 25336 для хранения проб;

- сито лабораторное с размером ячеек 0,8 мм по документу, в соответствии с которым оно изготовлено;

- ложечка, пинцет, шпатель, кисточка.

### 5. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Сущность метода заключается в измерении отношения двух световых потоков: потока, диффузно отраженного исследуемым образцом, и потока, диффузно отраженного контрольным образцом (эталоном) в ближней инфракрасной области спектра (1400-2500 нм) и расчете массовой доли определяемого компонента с помощью градуировочной модели, полученной по данным измерений образцов с известными значениями содержания определяемых компонентов. На основании результатов измерений на определенных длинах волн производится расчет содержания того или иного компонента в исследуемом образце.

### 6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1 При выполнении измерений необходимо соблюдать требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ Р 12.1.019-2009, а также соблюдать требования, изложенные в эксплуатационной документации на анализатор инфракрасный ИНФРАСКАН-3150.

6.2 При эксплуатации анализаторы должны быть заземлены в соответствии с требованиями ГОСТ 12.2.091-2002.

### 7. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

7.1 К выполнению измерений на анализаторе могут быть допущены лица со средним или высшим техническим образованием, изучившие руководство по эксплуатации, освоившие методику выполнения измерений и прошедшие инструктаж по технике безопасности.

### 8. УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 При выполнении измерений должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С ..... $23 \pm 5$  ;

- относительная влажность воздуха, не более, %...80;

- атмосферное давление, кПа ..... 84 - 106,7 (630-800 мм. рт. ст.);

- напряжение питающей сети с частотой 50 Гц, В .....  $220 \pm 22$ .



8.2 Анализатор следует эксплуатировать в лабораторном помещении без повышенной опасности поражения электрическим током.

В одном помещении с анализатором не следует размещать другие приборы, имеющие незащищенные в отношении радиопомех камеры разряда и устройства зажигания газоразрядных ламп.

8.3 Анализатор следует устанавливать на ровной горизонтальной поверхности, избегая воздействия прямых солнечных лучей и других источников яркого света, на расстоянии не менее 1,5 метров от отопительных приборов. В помещении должны быть обеспечены:

- защитное заземление;
- отсутствие сквозняков, паров кислот, щелочей, масел, бензина, краски и других веществ, влияющих на стабильность работы анализатора;
- отсутствие прямого попадания солнечных и тепловых лучей;
- отсутствие ударных, вибрационных и электромагнитных воздействий на анализатор.

К анализатору должна быть подведена сеть с напряжением 220 В, частотой 50 Гц.

При эксплуатации анализатор должен быть заземлен в соответствии с требованиями ГОСТ 12.2.091-2002

Рекомендуется подключение прибора к сети электропитания через источник бесперебойного питания (UPS).

После 8 часов непрерывной работы необходимо сделать перерыв (выключить прибор) не менее чем на один час.

## 9. ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЯМ

### 9.1 Отбор проб.

9.1.1 Отбор проб для анализа производится в соответствии с требованиями ГОСТ 13586.3-2015.

9.1.2 Масса исходной пробы должна быть достаточной для проведения измерений – не менее 200 грамм.

### 9.2 Подготовка пробы.

9.2.1 Зерно, подлежащее анализу, (исследуемые пробы) подготавливается в соответствии с требованиями, изложенными в руководстве по эксплуатации РЭ 4434-012-27520549-2015 (п.4.1), а также в соответствии с ГОСТ:

- для определения влажности ГОСТ 13586.5-2015
- для определения белка ГОСТ 10846-91
- для определения количества клейковины ГОСТ Р 54478–2011
- для определения жира ГОСТ 13496.15-2016
- для определения клетчатки ГОСТ 31675-2012
- для определения золы ГОСТ 26226-95



### 9.3 Подготовка анализатора к работе.

9.3.1 Анализатор инфракрасный ИНФРАСКАН-3150 устанавливают, включают и выводят на режим в соответствии с руководством по эксплуатации РЭ 4434-012-27520549-2015 (Раздел 2, Раздел 3 п.3.1.).

## 10. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Измерения массовой доли компонентов (показателей качества) проводится по встроенным методикам (в режиме Измерение) в соответствии с п.3.5. руководства по эксплуатации РЭ 4434-012-27520549-2015 анализатора инфракрасного ИНФРАСКАН-3150. Управление работой измерительного блока осуществляется с помощью сенсорного дисплея (рис.1.1, рис.3.1 РЭ 4434-012-27520549-2015).

10.2 Коррекцию калибровок прибора по образцам проводят в соответствии с п.3.7 руководства по эксплуатации РЭ 4434-012-27520549-2015 анализатора инфракрасного ИНФРАСКАН-3150. Образцы для коррекции калибровок должны отвечать требованиям раздела 9.2 настоящей МВИ и охватывать весь диапазон измерений.

## 11. ОБРАБОТКА И ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Проверка приемлемости результатов измерений

11.1.1 Проверку приемлемости результатов параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, проводят в следующем порядке:

Определяют расхождение между двумя результатами измерений массовой доли исследуемых компонентов  $C$ , %, одной и той же пробы в соответствии с требованиями настоящей методики по формуле

$$|C_2 - C_1| \leq r, \quad (1)$$

где  $C_1$  – результат первичного измерения массовой доли исследуемого компонента в зерновой культуре, %;

$C_2$  – результат повторного измерения массовой доли исследуемого компонента в зерновой культуре, %;

$r$  – предел повторяемости (результатов измерений компонентов в зерновой культуре, значения которого указаны в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 - Значения пределов повторяемости и воспроизводимости результатов измерений

Показатель	Предел Повторяемости $r$ , %	Предел воспроизводимости $R$ , %
Влажность	0,5	1,0
Белок	0,5	1,0
Клейковина	1,5	3,0
Жир	0,3	0,6
Зола	0,3	0,4
Клетчатка	1,0	2,0



11.1.2 Если абсолютное расхождение между полученными результатами двух измерений (далее - абсолютное расхождение) не превышает предела повторяемости (таблица 2), оба результата измерений признают приемлемыми и в качестве окончательного результата указывают среднеарифметическое значение результатов двух определений.

Если абсолютное расхождение превышает предел повторяемости  $r$ , то необходимо получить еще два результата измерений и проверить выполнение условия:

$$C_{\max j} - C_{\min j} \leq CR_{0,95}(4), \quad (2)$$

где  $C_{\max j}$  - максимальное значение из четырех результатов измерений;

$C_{\min j}$  - минимальное значение из четырех результатов измерений;

$CR_{0,95}(4) = 3,6\sigma_r$  - критический диапазон (при доверительной вероятности  $P=0,95$  и четырех измерениях);

$\sigma_r$  - стандартное отклонение повторяемости, значения которого указаны в таблице 1.

11.1.3 Если диапазон результатов четырех измерений меньше критического значения диапазона, то в качестве окончательного результата указывают среднеарифметическое значение четырех результатов измерений.

11.1.4 Если диапазон результатов четырех измерений больше критического диапазона, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями раздела 10, а также их обработку в соответствии с требованиями раздела 11 настоящего документа.

11.2 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

Проверку проводят при получении результатов измерений двумя лабораториями.

Для оценки воспроизводимости могут быть использованы пробы зерновой культуры, при этом пробы должны быть однородны, их количество должно быть подготовлено с необходимым для возможных повторных измерений резервом.

Каждая лаборатория получает результаты двух последовательных определений влажности, белка, клейковины, жира, золы, клетчатки и проводит проверку приемлемости.

Совместимость окончательных результатов измерений, полученных двумя лабораториями, проверяют, сравнивая абсолютное расхождение между двумя средними результатами измерений, с критической разностью  $CD_{0,95}$ ,

где

$$CD_{0,95} = \sqrt{R^2 - \frac{r^2}{2}} \quad (3)$$

Если критическая разность превышена, то выполняют процедуры, изложенные в 5.3.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

11.3 Полученные результаты регистрируют в протоколах, в которых указывают:

- информацию, необходимую для идентификации пробы измеряемого материала;
- дату отбора пробы и выполнения измерений;
- результат измерения;
- погрешность измерений;
- фамилию оператора;
- обозначение МВИ.



Результаты измерений удостоверяет лицо, проводившее измерения, а при необходимости - руководитель (главный метролог) организации (предприятия), подпись которого заверяют печатью.

## 12. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Контроль точности результатов измерений осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 .

Контроль погрешности результатов измерений влажности проводится одним из следующих способов.

### 12.1 Контроль погрешности измерений влажности

В качестве средств контроля используется комплект проб зерна, приготовленных и аттестованных по ГОСТ Р 8.581-2001.

Контроль погрешности с применением аттестованных проб состоит в сравнении аттестованного значения влажности пробы –  $C$ , с результатом измерения ее влажности на анализаторе –  $W$ .

За результат контрольного измерения принимают среднеарифметическое значение результатов параллельных контрольных определений в соответствии с требованиями эксплуатационной документации на анализатор в случае, если они удовлетворяют требованиям контроля повторяемости по 11.1.

Результат контрольной процедуры  $\hat{\delta}$  – оценку погрешности результата измерений влажности рассчитывают по формуле:

$$\hat{\delta} = W - C \quad (4)$$

Процедуру проведения контрольного измерения признают удовлетворительной, если:

$$\hat{\delta} \leq \Delta, \quad (5)$$

где  $\Delta$  – границы допускаемой абсолютной погрешности по Таблице 1.

При невыполнении условия (5) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (5) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

12.2 Контроль погрешности измерений массовых долей белка, сырой клейковины, жира, золы, клетчатки использованием методики сравнения.

В качестве средств контроля выполняют рабочие пробы. В качестве методики сравнения по ГОСТ Р 8.563-2009 выбирают методы, регламентированные одним из следующих стандартов:

ГОСТ 10846-91 при контроле погрешности результатов измерений белка в зерне;

ГОСТ Р 54478–2011 при контроле погрешности результатов измерений содержания клейковины;

ГОСТ 13496.15-2016 при контроле погрешности результатов измерений жира в зерне;

ГОСТ 31675-2012 при контроле погрешности результатов измерений клетчатки в зерне;

ГОСТ 26226-95 при контроле погрешности результатов измерений золы в зерне.



Контроль погрешности результатов измерений анализируемого компонента с применением методики сравнения состоит в сравнении результатов контрольных измерений одной и той же пробы на анализаторе и по методике сравнения.

Результат контрольной процедуры  $\hat{\delta}$  – оценку погрешности результата измерений каждого показателя рассчитывают по формуле:

$$C - C_{ат} \leq \Delta \quad (6)$$

$C$  - результат измерений анализируемого показателя на анализаторе

$C_{ат}$  - результат измерений анализируемого показателя по методике сравнения

Процедуру проведения контрольного измерения признают удовлетворительной, если:

$$\hat{\delta} \leq 1,41 \Delta, \quad (7)$$

где  $\Delta$  – границы допускаемой абсолютной погрешности при измерении белка, клейковины, жира, золы, клетчатки по Таблице 1.

При невыполнении условия (7) повторяют измерения с использованием другой пробы. При повторном невыполнении условия (7) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.



ПРИЛОЖЕНИЕ А  
(Рекомендуемое)

ФОРМА ЗАПИСИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ  
КОНТРОЛЯ ПОВТОРЯЕМОСТИ

Дата измерения	Наименование измеряемого образца	Наименование показателя	Первый результат измерения $C_1, \%$	Второй результат измерения $C_2, \%$	Предел повторяемости $r, \%$	Норматив предела повторяемости $r, \%$	Измерения проводил
		Влажность					
		Белок					
		Клейковина					
		Жир					
		Зола					
		Клетчатка					
		Влажность					
		Белок					
		Клейковина					
		Жир					
		Зола					
		Клетчатка					
		Влажность					
		Белок					
		Клейковина					
		Жир					
		Зола					
		Клетчатка					