



ЭКАН ЛАБОРАТОРНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ ПРИБОРЫ ЭКСПРЕСС-АНАЛИЗА



КОМПЛЕКСНОЕ РЕШЕНИЕ ДЛЯ ОЦЕНКИ КАЧЕСТВА ПРОДУКЦИИ



ВЛАГОМЕТРИЯ



ИНФРАСКАН 4200

ИНФРАКРАСНАЯ
СПЕКТРОСКОПИЯ



ОПТИКО-КОМПЬЮТЕРНАЯ
ДИАГНОСТИКА



ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ
ЛАБОРАТОРНОЕ
ОБОРУДОВАНИЕ

+7 (812) 649-77-69

г. Санкт-Петербург, ул. Политехническая, д. 6

info@ekan.spb.ru

ekan.spb.ru

ekanspb

ekan_lab

Белизнамер БАРС



Мельница КАЛИБР



Пурка МЕРА



Анализатор САПФИР



Г.П. Петров, доктор техн. наук,
ООО «ЭКАН», г. Санкт-Петербург,

О.И. Бундина, канд. экон. наук,
«Всероссийский научно-исследовательский институт зерна и продуктов его переработки» – филиал ФГБНУ «Федеральный научный центр пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН, г. Москва,

Е.Г. Парфенова,
«Уральский научно-исследовательский институт метрологии» – филиал Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д.И. Менделеева, г. Екатеринбург,

Т.С. Рутковская,
ООО «ЭКАН», г. Санкт-Петербург

doi: 10.32462/0235-2508-2023-32-5-30-33
УДК 664.76

Разработка экспресс-метода спектроскопии в ближней инфракрасной области для определения влажности, белка и количества клейковины

Производство зерна составляет основу агропромышленного комплекса Российской Федерации и является наиболее крупной подотраслью сельского хозяйства, от развития которой в значительной степени зависит продовольственная безопасность страны [17], обеспеченность населения продуктами питания, его уровень жизни, а также финансовое состояние сельскохозяйственных товаропроизводителей, предприятий элеваторно-складского хозяйства и мукомольно-крупяной промышленности.

При производстве и переработке зерна для оценки его качества применяются стандартизованные показатели, основными среди которых являются влажность, массовая доля белка и количество клейковины [11].

Важнейшим показателем качества зерна и продуктов его переработки является влажность зерна, которая играет решающую роль в сохранности зерна, а также влияет на переработку зерна. От уровня влажности зависит выход и качество готовой продукции, а также затраты энергии на её производство. В этой связи необходим систематический контроль за влажностью зерна на всех этапах его хранения и переработки. Различают 4 состояния зерна по влажности: сухое, средней сухости, влажное и сырое. Согласно действующим стандартам, в зависимости от вида и класса зерна, этот показатель варьирует от 13,5 до 15%.

Аннотация. Производство зерна составляет основу агропромышленного комплекса России. Для оценки качества зерна при его производстве и переработке основными показателями являются влажность, массовая доля белка и количества клейковины. Применение стандартизованных методов определения данных показателей для оперативного контроля в технологическом процессе является трудоёмким и длительным. Поэтому на практике успешно применяются инструментальные экспресс-методы. Одним из наиболее распространённых инструментальных методов является метод спектроскопии в ближней инфракрасной области спектра. Определение влажности, белка, количества клейковины методом спектроскопии в ближней инфракрасной области с применением ИК-анализаторов для оценки качества зерна выявило необходимость его стандартизации в целях массового использования на элеваторах, хлебоприёмных предприятиях и испытательных лабораториях.

Ключевые слова: зерно, экспресс-метод, влажность, массовая доля белка, количество клейковины, ИК-анализаторы.

Одним из наиболее важных показателей качества зерна также является массовая доля белка, которая определяет биологическую ценность и пищевое достоинство зерна. Массовая доля белка варьируется от 5 до 26%, в зависимости от вида зерновой культуры. Также будет различным и аминокислотный состав белка, что непосредственно влияет на его питательную ценность. От массовой доли белка, в частности, пшеницы, зависит класс зерна. Этот показатель является показателем мукомольных и хлебопекарных свойств пшеницы.

Количество клейковины – основной классообразующий показатель для зерна пшеницы и пшеничной муки в России, он характеризуется количеством клейковинных белков в зерне (глютенины и глиадины), которые составляют около 80% всех белков и концентрируются большей частью в эндосперме зерна. Данный показатель может колебаться в очень широких пределах – от 18 до 40% и более. Наличие и свойства клейковины обуславливают

газоудерживающую способность теста и определяют структуру выпеченного хлеба [1].

Определение влажности, белка, количества клейковины методом спектроскопии в ближней инфракрасной области с применением ИК-анализаторов для оценки качества зерна выявило необходимость его стандартизации в целях массового использования на элеваторах, хлебоприёмных предприятиях и испытательных лабораториях.

До настоящего времени в РФ отсутствовала нормативно-правовая база в сфере обеспечения сохранности зерна и механизмы прослеживаемости партий зерна от производителей до конечных потребителей (от организации-переработчика до страны-импортёра), необходимые для более объективного мониторинга ситуации с качеством и количеством производимого зерна и отслеживания характеристик зерна пшеницы (массовая доля белка, количество клейковины, натура и др.), реализуемой

на рынке, согласующихся с потребностями потребителей и имеющих достаточную точность.

В 2022 г. вступили в силу положения Федерального закона от 30.12.2020 г. № 520-ФЗ «О внесении изменений в Закон РФ «О зерне» и в статью 14 ФЗ «О развитии сельского хозяйства» [18], а также введена в действие Федеральная государственная информационная система прослеживаемости зерна и продуктов переработки зерна (ФГИС «Зерно»). С введением новых требований повысилась актуальность оперативного и достоверного контроля показателей качества зерна. Применение стандартизованных методов для оперативного контроля является трудоёмким и длительным процессом. Поэтому на практике успешно применяются инструментальные экспресс-методы. Одним из наиболее распространённых инструментальных методов является метод спектроскопии в ближней инфракрасной области спектра [10].

Сущность этого экспресс-метода заключается в измерении интенсивности оптического излучения, диффузно отражённого от исследуемой пробы зерна, и определении показателей влажности, массовой доли белка и количества клейковины, выражаемых в процентах.

В 2022 г. в План национальной стандартизации ТК 002 «Зерно, продукты его переработки и маслосемена» была включена разработка национального стандарта ГОСТ Р «Зерно. Определение влажности, белка и количества клейковины методом спектроскопии в ближней инфракрасной области», разработчиками которого выступили: «Всероссийский научно-исследовательский институт зерна и продуктов его переработки» (ВНИИЗ) – филиал ФГБНУ «Федеральный научный центр пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН, ООО «ЭКАН» и «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева». Разрабатываемый проект ГОСТа Р будет распространяться на экспресс-методы

определения основных классовобразующих показателей качества зерна, необходимых в процессе массовой приёмки зерна на хлебоприёмных предприятиях.

В настоящее время разработаны и внедрены в производство различные модели анализаторов – ИНФРАСКАН-1050, ИНФРАСКАН-3150 и ИНФРАСКАН-4200 (выпускаемые ООО «ЭКАН»), которые составляют основу приборной базы ФБГУ «Россельхозцентр». Общее количество успешно работающих анализаторов в РФ и ближнем зарубежье насчитывает более 2000 единиц. В целом ряде филиалов ФБГУ «Россельхозцентр» и в крупнейших агрохолдингах страны внедрены информационные сети на платформе «ЭКАНЕТ», которая позволяет отслеживать техническое состояние оборудования и осуществлять его методическую поддержку, архивировать результаты измерений и оперативно передавать информацию [14].

Наши предложения нашли отражение в Плане мероприятий по реализации «Долгосрочной стратегии развития зернового комплекса Российской Федерации до 2035 г.». В частности, появилась необходимость существенно сократить продолжительность исследования качества зерна, осуществляя этот процесс в поле. В этом случае можно использовать компактные лаборатории на колёсах, так называемые мобильные лаборатории. ИК-анализаторы выступают в качестве основного инструмента при комплектовании таких лабораторий [13].

В этой связи при разработке проекта национального стандарта в качестве инструментальной базы был выбран отечественный ИК-анализатор «ИНФРАСКАН», сравнительные испытания которого осуществляли в ряде лабораторий как государственных структур, так и частных сельскохозяйственных предприятий и холдингов.

В ходе исследований проведена оценка показателей прецизионности (повторяемости и воспроизводимости), а также пока-

зателей точности и правильности. Экспериментальные работы проводили в производственных и испытательных лабораториях в разных регионах России с применением специально изготовленных в УНИИМ стандартных образцов зерна и продуктов его переработки для определения в них состава (ГСО 9734–2010) и стандартных образцов – массовой доли клейковины в зерне (ГСО 10887–2017). Аттестованные значения влажности установлены на Государственном первичном эталоне единицы массовой доли и массовой (молярной) концентрации воды в твёрдых и жидких веществах и материалах (ГЭТ 173–2017), а аттестованные значения массовой доли белка – на Государственном вторичном эталоне единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в твёрдых и жидких веществах и материалах на основе объёмного титриметрического метода анализа (ГВЭТ 176–1–2010) [9]. Аттестованные значения массовой доли клейковины устанавливали на основании межлабораторного эксперимента [12].

В каждую лабораторию было направлено по 6 образцов пшеницы и по 3 образца ячменя с разными значениями определяемых показателей. В каждой лаборатории было получено $n = 3$ результатов наблюдений в условиях повторяемости.

Обработку полученных результатов проводили с учётом положений [2–5] и [16].

В соответствии с [16] использовали метод оценки показателей качества с помощью набора стандартных образцов в условиях получения экспериментальных данных в нескольких лабораториях. Полученные значения показателей повторяемости, воспроизводимости, правильности и точности приведены в таблице.

В проекте стандарта также предусмотрена процедура контроля точности измерений в соответствии с [15] как с применением стандартных образцов утверждённого типа, так и стандартизованных методик (методики сравнения):

для влажности – по 6; для массовой доли белка – по 7 и для количества клейковины – по 8.

В настоящее время разработан проект первой редакции ГОСТ Р «Зерно. Определение влажности, белка, количества клейковины методом спектроскопии в ближней инфракрасной области», который включает 14 разделов и 1 приложение.

В области применения проекта стандарта указано, что он распространяется на зерно пшеницы, ячменя и устанавливает определение влажности, массовой доли белка, количества клейковины методом спектроскопии в ближней инфракрасной области в следующих диапазонах:

- ✓ влажность – от 5 до 25%;
- ✓ массовую долю белка в пересчёте на сухое вещество (СВ) – от 5 до 20%;
- ✓ количество клейковины (для пшеницы) – от 17 до 40%.

В проекте стандарта представлены разделы по подготовке к проведению измерений, которые включают отбор и подготовку проб, подготовку ИК-анализатора, а также проведение измерений.

В проекте стандарта за окончательный результат измерений каждого показателя принимают среднеарифметическое значение трёх независимых результатов измерений каждого показателя, выполненных в условиях повторяемости.

При этом отмечено, что при разногласиях контрольные определения показателей проводят:

- влажность – по ГОСТ 13586.5–2015;
- массовую долю белка в пересчёте на сухое вещество (СВ) – по ГОСТ 10846–1991;

- количество клейковины (для пшеницы) – по ГОСТ Р 54478–2011.

В разделе «Прецизионность» приведены результаты межлабораторных испытаний, на основании которых получены значения пределов повторяемости и воспроизводимости, а также показатель точности.

Таким образом, разработка и внедрение в практику стандартизованного экспресс-метода определения влажности, массовой доли белка и количества клейковины, основанного на методе спектроскопии в ближней инфракрасной области, позволит использовать ИК-анализаторы как в сфере производства и переработки зерна, так и в сфере государственного регулирования.

Литература

1. Бундина, О.И. О проекте национального стандарта ГОСТ Р «Зерно. Определение влажности, белка, количества клейковины методом спектроскопии в ближней инфракрасной области» / В сб. Технологии. Метрология. Стандартизация. Материалы II ежегодной международной научно-практической конференции. Группа компаний «ЭКАН». – Санкт-Петербург, 2022. – С. 47–49.
2. ГОСТ Р ИСО 5725–1–2002. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Ч. 1. Основные положения и определения. – М.: Госстандарт России. 2002. – 37 с.
3. ГОСТ Р ИСО 5725–2–2002. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Ч. 2. Основной метод

определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений. – М.: Госстандарт России. 2002. – 51 с.

4. ГОСТ Р ИСО 5725–4–2002. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Ч. 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений. – М.: Госстандарт России. 2002. – 32 с.
5. ГОСТ Р ИСО 5725–6–2002. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Ч. 6. Использование значений точности на практике. – М.: Госстандарт России, 2002. – 51 с.
6. ГОСТ 13586.5–2015. Зерно. Метод определения влажности. – М.: Стандартинформ. – 2019. – 24 с.
7. ГОСТ 10846–91. Зерно и продукты его переработки. Метод определения белка. – М.: Стандартинформ. – 2009. – 8 с.
8. ГОСТ Р 54478–2011. Зерно. Методы определения количества и качества клейковины в пшенице. – М.: Стандартинформ. – 2012. – 23 с.
9. Коряков, В.И. Разработка стандартных образцов массовой доли влаги и белка в зерне и зернопродуктах / В.И. Коряков [и др.] // Измерительная техника. – 2011. – № 10. – С. 62–65.
10. Крищенко, В.П. Ближняя инфракрасная спектроскопия. – М.: Изд. дом «КРОН-пресс», 1997. – 638 с.
11. Мелешкина, Е.П. О совершенствовании метода определения количества и качества клейковины в зерне и муке из пшеницы / Е.П. Мелешкина // Международная научно-практическая конференция, посвящённая памяти

Диапазоны измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости, показателей правильности и точности

Показатель	Диапазон измерений, %	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение повторяемости), σ_p , %	Показатель воспроизводимости (среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %	Предел повторяемости ($n = 3$) r , %	Предел воспроизводимости ($N = 2$) R , %	Показатель правильности (границы абсолютной неисключенной систематической погрешности при $P = 0,95$), $\pm \Delta_c$, %	Показатель точности (границы абсолютной погрешности результатов измерений) при $P = 0,95$, $\pm \Delta$, %
Влажность	От 5 до 25	0,08	0,18	0,25	0,5	0,4	0,5
Массовая доля белка	От 5 до 20	0,11	0,25	0,35	0,7	0,5	0,6
Количество клейковины	От 17 до 40	0,33	0,8	1,1	2,2	1,6	2

В. М. Горбатова. – 2016. – № 1. – С. 216–218.

12. *Парфёнова, Е. Г.* Разработка стандартных образцов массовой доли клейковины в зерне пшеницы / *Е. Г. Парфёнова, М. И. Баклыков, А. С. Запорожец, С. Н. Молодых* // Молодежь и наука. Международный аграрный научный журнал. – 2017. – № 3. – С. – 43.

13. *Петров, Г. П.* Комплекс оборудования ГК «ЭКАН» для мобильных лабораторий / *Г. П. Петров, В. Н. Бойцова, Т. С. Рутковская* // Хлебопродукты. – 2023. – № 3. – С. 28–31.

14. *Петров, Г. П.* ЭКАН – 15 лет успеха: продолжаем движение // Хлебопродукты. – 2020. – № 6. – С. 18–19.

15. РМГ 76–2014 ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа. – М.: Стандартинформ. – 2015. – 114 с.

16. РМГ 61–2010 ГСИ. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки. – М.: Стандартинформ. – 2012. – 62 с.

17. Указ Президента Российской Федерации от 21.01.2020 г. № 20 «Об утверждении Доктрины продовольственной безопасности Российской Федерации». URL: <https://docs.cntd.ru/document/564161398> (дата обращения: 20.01.2023).

18. Федеральный закон от 30.12.2020 г. № 520-ФЗ «О внесении изменений в Закон РФ «О зерне» и статью 14 ФЗ «О развитии сельского хозяйства». URL: <http://publication.pravo.gov.ru/Document/View/0001202212190007> (дата обращения: 20.01.2023). 2022, с. 3.

Development of express method of near-infrared spectroscopy to determine moisture, protein, gluten amount

G. P. Petrov, *EKAN LLC, Saint-Petersburg*, **O. I. Bundina**, *cand. of econ. sciences, All-Russian Scientific and Research Institute for Grain and Products of its Processing – Branch for Gorbato Research Center for Food Systems, Moscow*, **E. G. Parfenova**, *UNIIM–VNIIM im. D. I. Mendeleev branch, Yekaterinburg*, **T. S. Rutkovskaya**, *EKAN LLC, Saint-Petersburg*

Abstract. Grain production is the basis of the agro-industrial complex of Russia. The main indicators for assessing the quality of grain in its production and processing are moisture, protein and gluten content. The application of standardized methods of determining these indicators for the operational control in the technological process is labor-intensive and time-consuming. Therefore, in practice, express instrumental methods are successfully used. One of the most common instrumental methods is the method of spectroscopy in the near infrared region of the spectrum. Determination of moisture, protein, gluten amount by near infrared spectroscopy method with the use of infrared analyzers to assess the quality of grain has revealed the need for its standardization for mass use at grain elevators, bakeries and testing laboratories.

Keywords: grain, express method, national standard, moisture, protein, gluten content, infrared analyzers.

Bibliography

1. *Bundina, O. I.* O proekte nacional'nogo standarta GOST R «Zerno. Opredelenie vlazhnosti, belka, kolichestva klejkoviny metodom spektroskopii v blizhnej infrakrasnoj oblasti» [About the draft national standard GOST R «Grain. Determination of moisture, protein, and the amount of gluten by near-infrared spectroscopy»] // *Tekhnologii. Metrologiya. Standartizaciya. Materialy II ezhegodnoj mezhdunarodnoj nauchno-prakticheskoy konferencii. Gruppy kompanij «EKAN»* [Technologies. Metrology. Standardization. Materials of the II annual International scientific and practical conference. EKAN Group of Companies]. 2022, Pp. 47–49.

2. GOST R ISO 5725–1–2002. Accuracy (correctness and precision) of measurement methods and results. Part 1. Basic provisions and definitions. – М.: Gosstandart of Russia, 2002. – 37 p.

3. GOST R ISO 5725–2–2002. Accuracy (correctness and precision) of measurement methods and results. Part 2. The main method for determining the repeatability and reproducibility of the standard measurement method. – М.: Gosstandart of Russia, 2002. – 51 p.

4. GOST R ISO 5725–4–2002. Accuracy (correctness and precision) of measurement methods and results. Part 4. Basic methods for determining the correctness of the standard measurement method. – М.: Gosstandart of Russia, 2002. – 32 p.

5. GOST R ISO 5725–6–2002. Accuracy (correctness and precision) of measurement methods and results. Part 6. Using precision values in practice. – М.: Gosstandart of Russia, 2002. – 51 p.

6. GOST 13586.5–2015. Grain. Method for determining humidity. – М.: Standartinform, 2019, 24 p.

7. GOST 10846–91. Grain and its processed products. Method of protein determination. – М.: Standartinform, 2009, 8 p.

8. GOST R 54478–2011. Grain. Methods for determining the quantity and quality of gluten in wheat. – М.: Standartinform, 2012, 23 p.

9. *Koryakov, V. I., Medvedevskikh, M. Y., Medvedevskikh, S. V., Parfenova, E. G., Sobina, E. P.* Razrabotka standartnyh obrazcov massovoj doli vlagi i belka v zerne i zernoproduktah [Development of standard samples of the mass fraction of moisture and protein in grain and grain products] // *Izmeritel'naya tekhnika* [Measuring equipment]. 2011, № 10, Pp. 62–65.

10. *Krishchenko, V. P.* Blizhnyaya infrakrasnaya spektroskopiya [Near infrared spectroscopy]. – М.: Publishing House «KRON-press». 1997, Pp. 638.

11. *Meleshkina, E. P.* O sovershenstvovanii metoda opredeleniya kolichestva i kachestva klejkoviny v zerne i muke iz pshe-nicy [On improving the method for determining the quantity and quality of gluten in grain and wheat flour] // *Mezhdunarodnaya nauchno-prakticheskaya konferenciya,*

posvyashchennaya pamyati Vasiliya Matveevicha Gorbatova [International scientific and practical conference dedicated to the memory of Vasily Matveevich Gorbato]. 2016, № 1, Pp. 216–218.

12. *Parfenova, E. G., Baklykov, M. I., Zaporozhets, A. S., Molodykh, S. N.* Razrabotka standartnyh obrazcov massovoj doli klejkoviny v zerne pshe-nicy [Development of standard samples of the mass fraction of gluten in wheat grain] // *Molodezh' i nauka. Mezhdunarodnyj agrarnyj nauchnyj zhurnal* [Youth and science. International Agricultural Scientific Journal]. 2017, № 3, Pp. 43.

13. *Petrov, G. P., Boitsova, V. N., Rutkovskaya, T. S.* Kompleks oborudovaniya GK EKAN dlya mobil'nyh laboratorij [EKAN Group equipment complex for mobile laboratories] // *Hleboprodukty* [Bread products]. 2023, № 3, Pp. 28–31.

14. *Petrov, G. P.* EKAN-15 let uspekha: prodolzhaem dvizhenie [EKAN-15 years of success: we continue to move] // *Hleboprodukty* [Bread products]. 2020, № 6, Pp. 18–19.

15. РМГ 76–2014 ГСИ. Internal quality control of the results of quantitative chemical analysis. – М.: Standartinform, 2015. – 114 p.

16. РМГ 61–2010 ГСИ. Indicators of accuracy, correctness, precision of quantitative chemical analysis techniques. Evaluation methods. – М.: Standartinform, 2012. – 62 p.

17. Указ Президента Российской Федерации от 21.01.2020 г. № 20 «Об утверждении Доктрины продовольственной безопасности Российской Федерации» [Decree of the President of the Russian Federation № 20 dated 21.01.2020 «On Approval of the Food Security Doctrine of the Russian Federation»]. – [cited 2023 January 20]. URL: <https://docs.cntd.ru/document/564161398>

18. Federal'nyj zakon ot 30.12.2020 g. № 520-FZ «O vnesenii izmenenij v Zakon RF «O zerne» i stat'yu 14 FZ «O razvitii sel'skogo hozyajstva [Federal Law № 520-FZ of 30.12.2020 «On Amendments to the Law of the Russian Federation «On Grain» and Article 14 of the Federal Law «On the Development of Agriculture»] [Internet]. [cited 2023 January 20]. URL: <http://publication.pravo.gov.ru/Document/View/0001202212190007>. 2022, Pp. 3.