

---

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

---



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р  
53600—  
2009

---

## СЕМЕНА МАСЛИЧНЫЕ, ЖМЫХИ И ШРОТЫ

Определение влаги, жира, протеина и клетчатки  
методом спектроскопии в ближней  
инфракрасной области

Издание официальное

БЗ 10—2009/687



Москва  
Стандартинформ  
2010

## Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

### Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт жиров» Российской Академии сельскохозяйственных наук (ВНИИЖ)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 238 «Масла растительные и продукты их переработки»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 декабря 2009 г. № 913-ст

4 В настоящем стандарте учтены основные нормативные положения Американского стандарта химиков-жировиков AOCS Am 1-92, проверен 2009, «Определение масличности, содержания влаги и летучих веществ, и протеина методом ИК-спектроскопии в ближней инфракрасной области» (AOCS Am 1-92, reapproved 2009 «Determination of Oil, Moisture and Volatile Matter, and Protein by Near-Infrared Reflectance», NEQ)

### 5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет*

© Стандартиформ, 2010

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

## Содержание

1 Область применения . . . . .	1
2 Нормативные ссылки . . . . .	1
3 Сущность метода . . . . .	2
4 Условия проведения измерений. . . . .	2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы . . . . .	2
6 Подготовка к измерению . . . . .	2
7 Выполнение измерений . . . . .	3
8 Обработка результатов . . . . .	4
9 Метрологические характеристики метода. . . . .	4
10 Требования безопасности при проведении работ . . . . .	5
11 Требования к квалификации оператора . . . . .	5
Приложение А (справочное) Основные технические характеристики ИК-анализаторов, с помощью которых проводились испытания и оценка метрологических характеристик. . . . .	6

## СЕМЕНА МАСЛИЧНЫЕ, ЖМЫХИ И ШРОТЫ

Определение влаги, жира, протеина и клетчатки методом спектроскопии  
в ближней инфракрасной области

Oilseeds, oilcakes and oilmeals.  
Determination of moisture, oil, protein and fiber by near-infrared reflectance

Дата введения — 2011—01—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на масличные семена, жмыхи и шроты и устанавливает метод спектроскопии в ближней инфракрасной области для одновременного определения следующих показателей качества:

- массовой доли жира (в диапазоне измерений от 1 % до 60 %);
- массовой доли влаги и летучих веществ (в диапазоне измерений от 1 % до 18 %);
- массовой доли протеина (в диапазоне измерений от 5 % до 80 %);
- массовой доли клетчатки (в диапазоне измерений от 5 % до 35 %).

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 51417—99 (ИСО 5983:97) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Определение массовой доли азота и вычисление массовой доли сырого протеина. Метод Кельдаля

ГОСТ Р 52839—2007 Корма. Методы определения содержания сырой клетчатки с применением промежуточной фильтрации

ГОСТ 12.2.007.0—75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 10852—86 Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 10856—96 Семена масличные. Метод определения влажности

ГОСТ 10857—64 Семена масличные. Методы определения масличности

ГОСТ 13496.4—93 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания азота и сырого протеина

ГОСТ 13496.15—97 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания сырого жира

ГОСТ 13979.0—86 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 13979.1—68 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Методы определения влаги и летучих веществ

**П р и м е ч а н и е** — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

### 3 Сущность метода

Метод основан на регистрации спектров отражения анализируемых проб в ближней инфракрасной области (800 — 2500 нм) и определении в них массовых долей влаги и летучих веществ, жира, протеина и клетчатки. Расчет значений показателей производится по заранее созданным градуировочным моделям.

### 4 Условия проведения измерений

4.1 При подготовке и проведении измерений в помещении лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающей среды . . . . . от 15 °С до 30 °С;  
относительная влажность воздуха . . . . . от 20 % до 90 %;  
напряжение питающей сети . . . . . (220 ± 15) В;  
частота переменного тока . . . . . (50 ± 2) Гц.

4.2 При проведении градуировки ИК-анализатора и выполнении текущих анализов используют однотипное измельчающее устройство и точно соблюдают методику измельчения проб, так как размер частиц существенно влияет на результат измерений.

### 5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

5.1 ИК-анализатор для регистрации спектров отражения в ближней инфракрасной области (800 — 2500 нм) с индикацией результатов на экране персонального компьютера или дисплее прибора и с предусмотренной в некоторых моделях распечаткой результатов на встроенном принтере.

5.2 Измельчающее устройство, обеспечивающее размол семян, жмыхов и шротов до полного прохода через сито с размером ячеек 1 мм.

5.3 Ступка фарфоровая с пестиком.

5.4 Контейнеры (банки) стеклянные или пластмассовые с герметично закрывающимися крышками любого типа, вместимостью не менее 250 см<sup>3</sup>.

5.5 Ткань мягкая хлопчатобумажная.

5.6 Кисти малярные мягкие плоские, с шириной рабочей части (20 — 25 мм).

5.7 Сито лабораторное с размером ячеек 1 мм по документу, в соответствии с которым оно изготовлено.

### 6 Подготовка к измерению

#### 6.1 Отбор проб

6.1.1 Отбор проб масличных семян — по ГОСТ 10852, жмыхов и шротов — по ГОСТ 13979.0.

6.1.2 Масса пробы, отобранной для анализа, должна быть не менее 250 г. Пробу помещают в герметично закрывающуюся тару.

#### 6.2 Подготовка ИК-анализатора к работе

Прибор устанавливают, включают и выводят на режим в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

Перед проведением измерений поверхность измерительной кюветы или защитного стекла интегрирующей сферы прибора должна быть чистой.

#### 6.3 Градуировка ИК-анализатора

Градуировочные модели рассчитывают с помощью многофакторного анализа по спектрам градуировочных образцов с известными значениями определяемых параметров в соответствии с руководством по эксплуатации ИК-анализатора и программного обеспечения.

Градуировочные образцы представляют собой образцы семян масличных культур, жмыхов и шротов с известными значениями массовых долей влаги и летучих веществ, жира, протеина и клетчатки, установленными следующими стандартными методами:

ГОСТ 10856 Семена масличные. Метод определения влажности;

ГОСТ 10857 Семена масличные. Методы определения масличности;

ГОСТ 13496.4 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания азота и сырого протеина;

ГОСТ 13496.15 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания сырого жира;

ГОСТ 13979.1 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Методы определения содержания влаги и летучих веществ;

ГОСТ Р 51417 (ИСО 5983:97) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Определение массовой доли азота и вычисление массовой доли сырого протеина. Метод Кьельдаля;

ГОСТ Р 52839 Корма. Методы определения содержания сырой клетчатки с применением промежуточной фильтрации.

Определение массовых долей протеина и клетчатки в семенах для целей градуировки ИК-анализатора проводят по ГОСТ 13496.4 и ГОСТ Р 52839 соответственно, при этом анализ выполняется в пробе, очищенной от сорной примеси, с последующим пересчетом результата на фактическую засоренность.

Для градуировки ИК-анализатора по каждому показателю используют не менее 40 градуировочных образцов. Образцы подбирают таким образом, чтобы значения массовых долей анализируемого показателя в наборе для градуировки равномерно распределялись по всему диапазону измерений. Значение коэффициента корреляции градуировочной модели должно составлять не менее 0,8.

Подготовка образцов для градуировки ИК-анализатора выполняется в соответствии с 7.1.

#### 6.4 Проверка правильности градуировки

Проверку осуществляют по 10 образцам, не использовавшимся в построении градуировки, с известными значениями анализируемых показателей, установленными стандартными методами. Рассчитывают расхождение между показаниями ИК-анализатора и значением, определенным стандартным методом. Среднее значение отклонения  $\Delta X$  вычисляют по формуле

$$\Delta X = \frac{\sum |X_{\text{ИК}} - X_{\text{ст}}|}{n}, \quad (1)$$

где  $X_{\text{ИК}}$  — значение показателя, полученное методом ИК-спектроскопии;

$X_{\text{ст}}$  — значение показателя, полученное стандартным методом;

$n$  — количество образцов, использованных для проверки градуировки (10).

Значение  $\Delta X$  не должно превышать погрешности стандартного метода. Если это условие не соблюдается, то градуировку дополняют новыми образцами или выполняют заново.

Проверку правильности градуировки проводят непосредственно после выполнения градуировки, а в дальнейшем — периодически, в соответствии с программой производственного контроля.

## 7 Выполнение измерений

### 7.1 Подготовка проб к измерению

7.1.1 Температура пробы должна соответствовать температуре окружающей среды, указанной в 4. В случае, если температура пробы отличается от указанной в 4, пробу выдерживают при температуре (15 — 30) °С в течение не менее 1 ч. Затем перемешивают в сосуде легкими движениями, не перетирая. Перемешанную пробу хранят при температуре (15 — 30) °С — не более четырех дней.

7.1.2 Пробу масличных семян для определения массовых долей жира, протеина и клетчатки перед измельчением следует вручную очистить от сорной примеси. Пробу для определения массовой доли влаги и летучих веществ отбирают отдельно, не удаляя из нее сорную примесь. Пробу семян измельчают порциями в измельчающем устройстве в течение 15 с, используя первую порцию помола для «про-масливания» измельчающего устройства и отбрасывая ее. После измельчения каждой порции часть ее с крышки и стенок измельчающего устройства осторожно собирают в тару для пробы. Неразмолотый остаток дополнительно измельчают в течение 15 с, повторяя эту процедуру до тех пор, пока при визуальном осмотре остатка не перестанут наблюдаться частицы размером, превышающим 1 мм в любом линейном измерении. Следует избегать нагревания измельчающего устройства, делая перерывы в работе для его охлаждения.

Пробу жмыхов или шротов в случае, если они находятся в виде твердых кусков или гранул, предварительно измельчают в ступке с помощью пестика, а затем окончательно измельчают в измельчающем устройстве порциями по (5 — 7) г в течение 15 с. Сыпучие образцы измельчают в измельчающем устройстве без предварительной подготовки. Допускается измерение показателей в мелкосеменных масличных культурах (горчице, рапсе, кунжуте, амаранте и др.) без измельчения, если градуировка прибора для этих культур была выполнена аналогичным образом. Измельченный материал помещают во влагонепроницаемый контейнер и выдерживают в нем около 1 ч для достижения температуры помещения.

Хорошо перемешанную анализируемую пробу загружают шпателем в кювету в соответствии с инструкцией к прибору и слегка уплотняют ее, при этом ее необходимо помещать в измерительную кювету таким же образом, как это делалось при регистрации спектров градуировочных образцов — плотность упаковки материала в кювете оказывает большое влияние на интенсивность ИК-спектров.

**П р и м е ч а н и е** — Не допускается насыпать пробу из сосуда, так как это приводит к гравитационному разделению фракций и уменьшает точность анализа.

## 7.2 Выполнение измерений

Измерения производят сразу после заполнения кюветы в соответствии с инструкцией по эксплуатации ИК-анализатора. Для повышения достоверности получаемого результата выполняют три измерения на каждой пробе. Каждую порцию исследуемой пробы загружают в прибор для измерений однократно.

## 8 Обработка результатов

8.1 Обработка результатов измерений производится автоматически.

Массовую долю измеряемого показателя (кроме влаги) в пересчете на абсолютно сухое вещество  $X_1$ , %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{X \cdot 100}{100 - W}, \quad (2)$$

где  $X$  — массовая доля измеряемого показателя, соответствующая показанию прибора, %;

$W$  — массовая доля влаги и летучих веществ, %.

8.2 За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое трех параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости по 9.1.

Полученный результат округляют до первого десятичного знака.

## 9 Метрологические характеристики метода

### 9.1 Приемлемость результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Расхождение между максимальным и минимальным результатами трех измерений, выполненных одним методом, на идентичных анализируемых объектах, в одной лаборатории, одним оператором, с использованием одного оборудования, за короткий промежуток времени, при доверительной вероятности  $P = 0,95$ , не должно превышать значений критических диапазонов для  $n = 3$ ,  $CR_{0,95}(3)$ , приведенных в таблице 1.

### 9.2 Приемлемость результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение между средними значениями результатов измерений, полученными в двух различных лабораториях, выполненных одним методом, на идентичных анализируемых объектах, разными операторами, с использованием различного оборудования, при доверительной вероятности  $P = 0,95$ , не должно превышать значений критических разностей  $CD_{0,95}$ , приведенных в таблице 1.

### 9.3 Показатели точности и прецизионности

Показатели точности и прецизионности измерений массовой доли контролируемых показателей при  $P = 0,95$  приведены в таблице 1.

Т а б л и ц а 1

В процентах

Определяемый показатель	Диапазон измерений	Границы абсолютной погрешности $\pm \Delta$	Критический диапазон $CR_{0,95}(3)$ , ( $n = 3$ )	Критическая разность $CD_{0,95}$ , ( $n_1 = n_2 = 3$ )
Массовая доля влаги и летучих веществ	От 1 до 8 включ.	0,3	0,2	0,4
	Св. 8 до 18 включ.	0,5	0,4	0,8
Массовая доля сырого жира	От 1 до 5 включ.	0,4	0,3	0,6
	Св. 5 до 20 включ.	1,0	0,7	1,4
	Св. 20 до 40 включ.	1,5	1,1	2,2
	Св. 40 до 60 включ.	2,0	1,4	2,8

Окончание таблицы 1

Определяемый показатель	Диапазон измерений	Границы абсолютной погрешности $\pm \Delta$	Критический диапазон $CR_{0,95}(3), (n = 3)$	Критическая разность $CD_{0,95}, (n_1 = n_2 = 3)$
Массовая доля сырого протеина	От 5 до 20 включ.	0,7	0,5	1,0
	Св. 20 до 40 включ.	1,2	0,9	1,8
	Св. 40 до 80 включ.	1,6	1,1	2,2
Массовая доля сырой клетчатки	От 5 до 10 включ.	1,5	1,1	2,2
	Св. 10 до 35 включ.	2,5	1,8	3,6

Примечание — Оценка метрологических характеристик метода выполнялась с помощью ИК-анализаторов, основные технические характеристики которых приведены в приложении А<sup>1</sup>.

## 10 Требования безопасности при проведении работ

Требования электробезопасности при работе с приборами — по ГОСТ 12.2.007.0—75.

## 11 Требования к квалификации оператора

К работе на ИК-анализаторе допускаются лица, прошедшие обучение работе на приборе и инструктаж по технике безопасности.

<sup>1</sup> Данная информация приводится для удобства пользователей настоящего стандарта.



**Приложение А**  
**(справочное)**

**Основные технические характеристики ИК-анализаторов,  
с помощью которых проводились испытания и оценка метрологических характеристик**

№ п/п	Наименование средства измерений	Основные нормируемые метрологические характеристики	Номер по Госреестру
1	Анализатор инфракрасный ИНФРАСКАН ООО «Экан»	<p>Диапазон длин волн 1400 — 2400 нм</p> <p>Монохроматор — дифракционная решетка</p> <p>Абсолютная погрешность измерения коэффициентов диффузного отражения <math>\pm 5\%</math></p> <p>Абсолютная погрешность установки длин волн <math>\pm 5</math> нм</p> <p>СКО случайной составляющей измерения коэффициента диффузного отражения 0,5 %</p> <p>СКО случайной составляющей погрешности установки длин волн 1 нм</p>	30434—05
2	ИК Фурье-спектрометр МРА (или ИК Фурье спектрометры серии MATRIX) Bruker Optics	<p>Спектральный диапазон интегрирующей сферы 780—2770 нм (<math>12800—3600\text{ см}^{-1}</math>)</p> <p>Максимальное спектральное разрешение <math>2,0\text{ см}^{-1}</math></p> <p>Воспроизводимость волнового числа (по парам воды атмосферы) <math>0,05\text{ см}^{-1}</math></p> <p>Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений по шкале волновых чисел</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- по парам воды атмосферы <math>\pm 0,1\text{ см}^{-1}</math></li> <li>- по специальному стеклянному фильтру BRM 2065 <math>\pm 0,6\text{ см}^{-1}</math></li> </ul> <p>Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений по фотометрической шкале <math>\pm 0,5\%</math></p> <p>Максимальная скорость сканирования 1,4—25,5 мм/с</p>	24470—08

УДК 665.335.4.001.4:006.354

ОКС 67.200.20

Н69

ОКСТУ 9109

Ключевые слова: семена масличные, жмыхи и шроты, метод ИК-спектроскопии в ближней инфракрасной области, условия определения, подготовка пробы, требования безопасности, выражение результатов

---

Редактор *М.Е. Никулина*  
Технический редактор *Н.С. Гришанова*  
Корректор *Т.И. Кононенко*  
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 01.04.2010. Подписано в печать 13.04.2010. Формат 60 × 84  $\frac{1}{8}$ . Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.  
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,80. Тираж 191 экз. Зак. 296.

---

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.  
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.