

**ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ
ФГУП «ВНИИФТРИ» ПО ОЦЕНКЕ СООТВЕТСТВИЯ
ХАРАКТЕРИСТИК ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ
ТРЕБУЕМЫМ КРИТЕРИЯМ КАЧЕСТВА. МЕТОДЫ
ОЦЕНКИ КАЧЕСТВА ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ,
РАЗРАБОТАННЫЕ ВО ФГУП «ВНИИФТРИ»**

А.В. Апрелев, Е.В. Давыдова, В.А. Смирнов

*ФГУП «ВНИИФТРИ», Менделеево, Московская обл., Россия,
aprelev@vniiftri.ru,
davydova@vniiftri.ru*

Аннотация. Статья посвящена разработке и использованию методов оценки качества пищевых продуктов. Перечисляются Государственные стандарты на эти методы, разработанные во ФГУП «ВНИИФТРИ». Освещается эталонная база в области анализа качества пищевой продукции. Перечисляются наиболее часто и эффективно используемые государственные и рабочие эталоны, которыми располагает ФГУП «ВНИИФТРИ» в этой области.

Ключевые слова: качество пищевой продукции, государственные и рабочие эталоны, методы оценки.

**MEASURING POSSIBILITIES OF FSUE “VNIIFTRI”
ON ASSESSMENT OF CONFORMITY
OF CHARACTERISTICS OF FOOD PRODUCTS
TO THE REQUIRED QUALITY CRITERIA. METHODS
FOR ASSESSING THE QUALITY OF FOOD PRODUCTS
DEVELOPED AT FSUE “VNIIFTRI”**

A. V. Aprelev, E. V. Davydova, V. A. Smirnov

*FSUE “VNIIFTRI”, Mendeleevo, Moscow region, Russia,
aprelev@vniiftri.ru,
davydova@vniiftri.ru*

Annotation. The article is devoted to the development and use of methods for assessing the quality of food products. The State standards for these methods, developed at FSUE “VNIIFTRI”, are listed. The reference base in the field of food quality analysis is covered. The most frequently and effectively used state and working standards are listed, which are possessed by FSUE “VNIIFTRI” in this area.

Key words: quality of food products, state and working standards, assessment methods.

Пища может быть лекарством, а может являться источником множества потенциально опасных и токсичных веществ, называемых контаминантами. Качество продуктов питания напрямую влияет на состояние здоровья [1].

По мнению метрологов, высокое качество пищевых продуктов неразрывно связано с уровнем метрологического обеспечения предприятий пищевой отрасли.

В 2006 году ФГУП «ВНИИФТРИ» активно подключилось к проблеме стандартизации методов испытаний агропромышленной продукции на безопасность, когда функции головной организации по ведению секретариата ТК 335 «Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность» была закреплена за институтом приказом Росстандарта.

В результате работы в ТК 335 и МТК 335 ФГУП «ВНИИФТРИ» разработаны, утверждены и введены в действие следующие межгосударственные стандарты:

- ГОСТ 31652-2012 «Метод электронного парамагнитного резонанса для выявления радиационно-обработанных продуктов, содержащих кристаллический сахар». Настоящий стандарт устанавливает метод обнаружения пищевых продуктов, которые были подвергнуты действию ионизирующего излучения, путём анализа спектра электронного парамагнитного резонанса (ЭПР) исследуемых образцов;
- ГОСТ 31672-2012 «Метод электронного парамагнитного резонанса для выявления радиационно-обработанных продуктов, содержащих целлюлозу». Настоящий стандарт устанавливает метод обнаружения радиационно-обработанных пищевых продуктов, содержащих целлюлозу, путём анализа спектра электронного парамагнитного резонанса (ЭПР) исследуемых образцов;
- ГОСТ Р 52529-2006 «Метод электронного парамагнитного резонанса для выявления радиационно-обработанных мяса и мясопродуктов, содержащих костную ткань». Настоящий стандарт устанавливает метод электронного парамагнитного резонанса (ЭПР) для выявления факта облучения (радиационной стерилизации) мяса крупного рогатого скота, свиней, содержащего костную ткань, с поглощённой дозой более 1 кГр;
- ГОСТ Р 54037-2010. «Продукты пищевые. Определение содержания водорастворимых антиоксидантов амперометрическим методом в овощах, фруктах, продуктах их переработки, алкогольных и безалкогольных напитках».

Эталонная база ФГУП «ВНИИФТРИ» состоит из 57 государственных первичных эталонов. Применительно к анализу качества пищевой продукции используются следующие государственные первичные эталоны:

- ГЭТ 54-2011 «Государственный первичный эталон показателя рН активности ионов водорода в водных растворах»;
- ГЭТ 132-99 «Государственный первичный эталон единицы удельной электрической проводимости жидкостей в части диапазона от $1 \cdot 10^{-3}$ до 10 см/м»;

- ГЭТ 163-2010 «Государственный первичный эталон единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов»;
- ГЭТ 171-2011 «Государственный первичный эталон показателей рХ активности ионов в водных растворах»;
- ГЭТ 83-2017 «Государственный первичный эталон единицы количества парамагнитных центров»;
- ГЭТ 217-2018 «Государственный первичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов показателей рХ активности ионов в водных растворах на основе гравиметрического и спектральных методов»;
- ГЭТ 209-2014 «Государственный первичный специальный эталон единицы мощности поглощённой дозы интенсивного фотонного, электронного и бета-излучения для радиационных технологий».

А также государственные эталоны:

- Стандарт-титры для приготовления буферных растворов — рабочих эталонов рН 1-го и 2-го разрядов СТ-рН (рег. № 45142-10);
- Буферные растворы — рабочие эталоны рН 2-го разряда БР-рН (рег. № 45143-10);
- Меры кислотности МрН-1,2 (рег. № 47547-11);
- Стандарт-титры СТ-ОВП-01 (рег. № 61364-15).

Рабочие эталоны активности ионов в водных растворах РЭАИ:

- Эталоны рабочие активности ионов натрия в водных растворах РЭАИ-Na (рег. № 43471-09);
- Эталоны рабочие активности ионов калия в водных растворах РЭАИ-K (рег. № 43472-09);
- Эталоны рабочие активности ионов фтора в водных растворах РЭАИ-F (рег. № 43473-09);
- Эталоны рабочие активности ионов хлора в водных растворах РЭАИ-Cl (рег. № 43476-09);
- Рабочий эталон — Набор мер белизны НМБ-569;
- Рабочий эталон измерения объёмной доли этилового спирта в диапазоне 0–100 % об.;
- Рабочие эталоны активности ионов брома в водных растворах РЭАИ-бром (рег. № 49026-12);
- Рабочие эталоны активности ионов йода в водных растворах РЭАИ-йод (рег. № 49025-12);
- Рабочие эталоны активности нитрат-ионов в водных растворах РЭАИ-нитрат (рег. № 49027-12);
- Меры размера и счётной концентрации монодисперсных частиц МНР.

Точное измерение элементного состава пищевых продуктов и сельскохозяйственной продукции имеет важное значение для обеспечения безопасности продукции и поддержания её надлежащего качества.

Для элементного анализа неорганических компонентов большое распространение получили методы оптико-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-ОЭС) и масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС). Во ФГУП «ВНИИФТРИ» разрабатываются стандартные образцы для методов с индуктивно связанной плазмой (ИСП-СО) с целью их дальнейшего применения для метрологического обеспечения измерений содержания металлов в различных веществах и материалах методами ААС, ИСП-ОЭС и ИСП-МС. На данный момент 4 типа прошли экспертизу, утверждены приказами Росстандарта и имеют статус ГСО.

Теоретические исследования проводятся с использованием методов вариационного анализа, теории вероятностей и математической статистики. Экспериментальные исследования выполняются с использованием аппаратуры, прослеживаемой к государственным первичным эталонам в области физико-химических измерений ФГУП «ВНИИФТРИ», а также стандартных методов и средств. Метрологическое обеспечение экспериментальных исследований достигается путём использования сертифицированных и поверенных образцов, мер, поверенной аппаратуры.

Сотрудниками ФГУП «ВНИИФТРИ» проводятся исследования по разработке и уточнению целого ряда методов, позволяющих оценивать качество пищевых продуктов и воды. Перечислим некоторые из них:

- метод оценки качества воды по показателям активности ионов водорода и концентрации растворенного кислорода;
- метод идентификации сахара по его происхождению;
- метод определения содержания метанола в этаноле;
- метод оценки свежести хлеба;
- метод электронного парамагнитного резонанса для выявления радиационно обработанных мяса и мясопродуктов, содержащих костную ткань;
- метод обнаружения цианидин-3-о-глюкозида в безалкогольных напитках и соках и красных винах;
- метод определения уровня радиационной обработки пищевых продуктов с целью продления срока хранения, деконтаминация и радуризация и т.п.;
- метод определения наличия синтетических красителей в напитках и кондитерских изделиях.

Результаты применения некоторых из перечисленных методов на практике можно охарактеризовать положениями, приведёнными ниже.

Метод оценки качества воды по показателям активности ионов водорода и концентрации растворенного кислорода

Наблюдается корреляция значений концентрации растворенного кислорода и активности ионов водорода. Так, в образцах с содержанием кислорода от 9 до 13 мг/дм³ значение водородного показателя лежит в диапазоне от 6,0 до 7,9, а в образцах с содержанием кислорода менее 5 мг/дм³ значение водородного показателя лежит в диапазоне от 2,0 до 5,9 [1].

Метод идентификации сахара по его происхождению

С ростом спроса на тростниковый сахар выяснилось, что большинство образцов, представленных на рынке, являются свекловичным сахаром-рафинадом, окрашенным с помощью мелассы, патоки или других красителей. Предлагается создать нормативную базу и методики, позволяющие классифицировать сахар как: сахар тростниковый комковой, сахар-рафинад окрашенный, сахар-рафинад мелассированный и т.д. — с целью информировать покупателя о свойствах продукта [3].

Метод определения содержания метанола в этаноле

Доказана возможность применения метода низкотемпературной ЭПР-спектроскопии для классификации спиртов на примере этанола и метанола. Установлена возможность определения наличия 1 % метанола в смеси с этанолом. Обнаружена зависимость интенсивности спектральной линии от концентрации метанола в смеси. Доказан возможный подход для применения ЭПР-спектроскопии при проверке качества водки. Разработка метода обнаружения в смеси концентрации вещества (например, метанола) с 1 до 0,01 % [4].

Метод определения уровня радиационной обработки пищевых продуктов

В настоящее время достаточно часто применяются радиационная обработка пищевых продуктов с целью продления срока хранения, деконтаминация, радуризация и т.п.

Метод обеспечивает высокую точность измерения доз интенсивных излучений фотонного, электронного и бета-излучений современных технологических установок для радиационной обработки различных материалов и медицинских изделий; продукции пищевой и сельскохозяйственной промышленности; изделий радиоэлектронной, космической индустрии.

*Метод обнаружения цианидин-3-о-глюкозида
в безалкогольных напитках и соках и красных винах*

Метод относится к производству алкогольных и безалкогольных напитков и может быть использован в центрах контроля качества указанной продукции (а также соков) и контрольно-аналитических лабораториях при проведении анализа антоцианов в таких продуктах, как красные вина, ликёро-водочная продукция (произведённая с использованием плодового сырья, содержащего антоцианы), соки, а также во фруктовых напитках.

Метод запатентован в результате совместной работы с Федеральным научным центром пищевых систем имени В.М. Горбатова [5].

*Метод определения наличия синтетических красителей
в напитках и кондитерских изделиях*

Созданы база данных численных значений оптической плотности синтетических красителей, применяемых в качестве добавок в напитки и пищевые продукты, и библиотека спектров натуральных соков (содержащих антоцианы) в диапазоне длин волн видимой части спектра от 400 до 760 нм.

База данных предназначена для обеспечения быстрого доступа к полученным результатам при идентификации красителей, используемых для докрашивания и окрашивания напитков, для определения натуральности вина, соков, сокодержущих напитков при проведении научных исследований и для контроля качества продукции пищевых производств [6].

Метод измерений антиоксидантной активности

Антиоксидантная активность (АОА) является одной из основных характеристик живых систем, характеризующих состояние организма, популяции и всей окружающей среды в целом. Соотношение свободных радикалов и антиоксидантов является основной характеристикой пищевых продуктов. ФГУП «ВНИИФТРИ» уже несколько лет проводит работу в следующих направлениях:

- создание комплексной системы оценки АОА биологических объектов, предполагающей разработку стандартных количественных аналитических методов, с помощью которых можно получить всю необходимую информацию о структуре и свойствах этих объектов;
- метрологическое обеспечение измерений в области вольтамперометрии и ЭПР-спектрометрии в системе «антиоксиданты — свободные радикалы».

Рабочие СИ антиоксидантной активности (СИ АОА) — неотъемлемая часть инфраструктуры измерительных технологий в биологии, медицине, производстве пищевых продуктов, обеспечивающая её функционирование, безопасность и совместимость. Измерения АОА являются одной из двух основных характеристик живых систем, характеризующих состояние организма, популяции и всей окружающей среды в целом. Точно так же соотношение свободных радикалов и антиоксидантов является основной характеристикой пищевых продуктов. На сегодняшний день изучение антиоксидантных свойств природных веществ и биоматериалов, а также создание объективного, надёжного и воспроизводимого метода АОА пищевых продуктов, напитков, растительного сырья, фитопрепаратов на его основе, биологически активных добавок являются одной из актуальных проблем.

До настоящего времени отсутствует строгая стандартная единица интегрального показателя общей АОА различных объектов. В зависимости от применяемого метода встречаются различные способы выражения общей АОА, вследствие чего возникают трудности при сопоставлении полученных результатов. Интегральная АОА выражается либо в пересчёте на индивидуальное соединение (кверцетин, аскорбиновую кислоту и др.), либо в абсолютных концентрациях и характеризуется числом кинетических цепей окисления, которые могут оборваться единицей объёма тестируемого объекта. В этом случае количество антиоксидантов пищевых продуктов можно выразить количеством вещества-стандарта (например, мкг дигидрокверцетинана 1 г

продукта), производящего эквивалентный антиоксидантный эффект. Актуально создание шкалы суммарного содержания антиоксиданта в биологических объектах [7].

На данный момент ФГУП «ВНИИФТРИ» располагает полностью модернизированным Государственным первичным эталоном единицы количества парамагнитных центров (КПЦ) в диапазоне 10^{14} – 10^{18} . В качестве РЭ были утверждены Меры КПЦ (ДФПГ, УДА, ОМ), выпускаемые также во ФГУП «ВНИИФТРИ». Спектрометры электронного парамагнитного резонанса (ЭПР-спектрометры) позволяют определять концентрацию и идентифицировать парамагнитные частицы (в том числе свободные радикалы) в любом агрегатном состоянии. Количество парамагнитных центров является единицей измерения усовершенствованного Государственного первичного эталона единицы количества парамагнитных центров (КПЦ) ГЭТ 83-2017, воспроизводящего единицу КПЦ в диапазоне значений КПЦ от 10^{14} до 10^{18} с относительным средним квадратическим отклонением воспроизведения размера единицы КПЦ, не превышающим 2 % на верхней границе значений КПЦ, и с относительной неисключённой систематической погрешностью воспроизведения размера единицы КПЦ в пределах от 1,4 до 10 %, увеличивающейся в сторону уменьшения значений КПЦ [8].

Антиоксиданты и свободные радикалы взаимодействуют как окислитель и восстановитель, следовательно, зная количество свободных радикалов, вступивших в реакцию, мы можем узнать количество антиоксидантов, участвующих в этой реакции. Имея реперные точки, измеренные на ГПЭ единицы количества парамагнитных центров (КПЦ) ГЭТ 83-2017, ФГУП «ВНИИФТРИ» работает над созданием шкалы антиоксидантной активности, которая показывает количество молекул исследуемого вещества, прореагировавших с веществом-стандартом ДФПГ.

Создание шкалы антиоксидантной активности, прослеживаемой к ГПЭ единицы количества парамагнитных центров (КПЦ) ГЭТ 83-2017, позволит обеспечить единство измерения показателя антиоксидантой активности измерений физико-химического состава и безопасности воды, продуктов питания в биологических средах и продуктах биотехнологии на основе физико-химических измерений.

Данному методу доступны для исследования любые вещества, содержащие неспаренный электрон, который испытывает на себе воздействие всех элементов, входящих в состав молекулы вещества, что проявляется в структуре спектра ЭПР конкретного вещества, делая его «визитной карточкой» данного вещества и открывая дорогу в случае необходимости для идентификации этих веществ.

Список литературы

1. Давыдова Е.В., Лесков А.С., Смирнов В.А., Балаханов Д.М. Об эталонной базе метрологического обеспечения пищевой промышленности // Альманах современной метрологии. 2014. № 1. С. 239–246.
2. Дойников А.С., Брянский Л.Н., Крупин Б.Н. Справочник по метрологии. М.: Стандартинформ, 2010. 137 с.
3. Прядка А.А., Лавров Е.А. Разработка методов идентификации сахара по его происхождению // Альманах современной метрологии. 2018. № 16. С. 129–134.
4. Прядка А.А. Идентификация органических соединений по низкотемпературным ЭПР спектрам // Альманах современной метрологии. 2018. № 14. С. 206–210.
5. Апрельев А.В., Давыдова Е.В., Смирнов В.А. Способ обнаружения цианидин 3-о-глюкозида в безалкогольных напитках, соках, красных винах // Альманах современной метрологии. 2020. № 1 (21). С. 218–225.
6. Апрельев А.В., Давыдова Е.В., Смирнов В.А., Прядка А.А., Лавров Е.А. Применение метода спектрального анализа при определении наличия синтетических красителей в биотехнологических средах // Альманах современной метрологии. 2019. № 3 (19). С. 67–71.
7. Апрельев А.В., Давыдова Е.В., Смирнов В.А. Антиоксиданты как критерий безопасности пищевых продуктов // Альманах современной метрологии. 2018. № 16. С. 120–128.
8. Лесков А.С. Государственный первичный эталон единицы количества парамагнитных центров: вчера, сегодня, завтра // Альманах современной метрологии. 2019. № 1 (17). С. 35–43.

Статья поступила в редакцию: 06.09.2020 г.

Статья прошла рецензирование: 16.10.2020 г.

Статья принята в работу: 27.10.2020 г.