

О ВОЗМОЖНОСТИ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ЭКСПРЕСС-МЕТОДА ИК-СПЕКТРОСКОПИИ ПРИ ОЦЕНКЕ КАЧЕСТВА ЗЕРНА ПШЕНИЦЫ

К.Г. Панкратова, к.б.н., А.Ю. Сазонов, ВНИИА, Л.М. Шалова, ВНИИ сертификации

Резюме. Развитие отечественной экономики требует внедрения и стандартизации инструментальных методов оценки качества зерна, в том числе метода ИК-спектроскопии, широко применяющегося за рубежом. Для успешного использования ИК-анализаторов и эффективного контроля используемых приборов необходимо разработать систему ИК-анализа с научно-методическим центром по ИК-спектроскопии.

Необходимость создания условий для продвижения отечественной продукции на зарубежные рынки и сохранения в рамках СНГ приоритетного торгово-экономического, научно-технического и технологического партнерства, обеспечения соответствия уровня промышленного развития научно-техническому прогрессу в условиях сокращения сферы государственного регулирования экономики и расширения самостоятельности субъектов хозяйствования настоятельно требуют дальнейшего развития и совершенствования в Российской Федерации системы технического регулирования. С вступлением в силу Федерального закона «О техническом регулировании» в России реализуется новая функция национальной системы стандартизации.

Конкретизация путей дальнейшего развития национальной стандартизации получила после утверждения Постановлением Правительства Российской Федерации в 2006 г. «Концепции развития национальной стандартизации до 2010 года». В Концепции предусмотрено повышение эффективности национальной стандартизации за счет обеспечения динамики обновления фонда национальных стандартов, на базе международных стандартов и стандартов промышленно развитых стран. Разработка национальных стандартов должна соответствовать национальным интересам России и развитию ее торговых отношений на международной арене. В данной статье рассмотрены вопросы стандартизации зерна и продуктов его переработки в России и за рубежом.

В настоящее время в стране действует технический комитет по стандартизации № 002 «Зерно и продукты его переработки», который базируется во ВНИИ зерна и является разработчиком всех стандартов на зерно и продукты его переработки. Отечественный фонд составляет около 120 документов на продукцию, методы контроля, терминологию. Из них только 32 документа гармонизированы с международными стандартами ИСО версий 80–90 гг. Работу по обновлению стандартов технический комитет не проводил.

Действующее законодательство неоднозначно решает вопросы по оценке качества зерна и продуктов его переработки. Реорганизация бывшей Росгосхлебинспекции и передача её функций Россельхознадзору и Роспотребнадзору привела к тому, что зерно и продукты его переработки в настоящее время проверяются разными ведомствами по одним и тем же показателям и методам, включая нормы безопасности. К сожалению, не решают проблемы оценки соответствия и идентификации разрабатываемые проекты специальных технических регламентов, в которых на законодательном уровне не удается разграничить полномочия и покончить с двойственностью положения надзорных организаций.

В области методов контроля показателей качества зерна, зернопродуктов и комбикормов на зерновой основе действует две группы стандартов и нормативных документов: 1) на требования к продукции, включая технические условия к

зерну при заготовках (ТУ), что существенно отличает отечественные стандарты от международных, в которых установлены требования к только товарному зерну; 2) на методы контроля.

Анализ качества зерна базируется на прямых и косвенных методах. Основа нормативной базы в этой области была заложена, когда основное развитие получили прямые методы, в основном ручные (визуальная идентификация, ручной счет). Эти методы трудоемки, длительны, характеризуются не всегда высокой точностью, применением громоздкого оборудования, малой производительностью, что затрудняет их применение при оперативном контроле в непрерывных технологических процессах и при торговле.

Так, содержание сырого протеина – одного из основных показателей качества зерна пшеницы, определяется путем пересчета содержания общего азота, найденного методом Кьельдаля, на условный коэффициент. Однако содержание азота в различных белках неодинаково, различен и состав белков в зерне различных сортов пшеницы. В зависимости от условий произрастания, соотношение белкового и небелкового азота в зерне различается, что связано с погодными условиями. Благоприятные условия выращивания изменяют соотношение в сторону увеличения содержания белкового азота, в неблагоприятных условиях увеличивается содержание небелкового азота.

Определение содержания клейковины в зерне пшеницы методом ручной отмывки также связано с некоторыми проблемами, поскольку отмывка водой должна проводиться при строго определенной температуре, а вода в различных лабораториях различается, влияние человеческого фактора также имеет немаловажное значение. Анализ на содержание клейковины лучше проводить в одной и той же лаборатории с использованием метода механической отмывки на приборах. Переход к определению клейковинных белков методом сжигания и учета азота клейковинных белков необходимо проверить экспериментально.

Поэтому основным направлением развития анализа стала разработка экспрессных инструментальных методов контроля, позволяющих уменьшить длительность анализа до нескольких минут. Инструментальные методы часто бывают косвенными и характеризуются тем, что искомый показатель качества измеряется по физическим параметрам функционально с ним связанным, с использованием специальных средств измерений.

Развитие инструментальных методов является общей тенденцией развития современного анализа качества сельскохозяйственных продуктов. Уровень автоматизации анализа качества сельскохозяйственных продуктов еще весьма низок. Число стандартизованных инструментальных методов невелико, а существующие стандарты, как правило, предписывают использование устаревших приборов. Поэтому современные отечественные и зарубежные приборы, разработанные для модернизации существующих стандартизованных методов, могут использоваться только после дополнительной аттестации соответствующей методики выполнения измерений.

Одним из таких методов является спектроскопия в ближней инфракрасной области спектра, которая получила значительное распространение в мире для экспрессного определения различных показателей качества зерна, в том числе содержания белка, влаги, жира и других компонентов. Имеются данные об использовании этих приборов для

определения содержания клейковины, золы, клетчатки, кальция, фосфора, а также стекловидности, числа падения и других показателей качества.

Метод ближней инфракрасной спектроскопии для определения содержания белка в зерне пшеницы (метод 39-10) одобрен Американской ассоциацией химиков зерна. Разработке и совершенствованию метода способствует организованный в 1985 г. Международный комитет по ближней инфракрасной спектроскопии (ICNIR). Метод стандартизован многими национальными и международными организациями: Американская Ассоциация официальных аналитических химиков (Association of Official Analytical Chemists – AOAC), Международная Ассоциация Науки и Технологии Зерна (International Association for Cereal Science and Technology – ICC), Австралийский Королевский институт химии (Royal Australian Chemical Institute – RACI), Национальный институт стандартов и технологии США (US National Institute of Standards and Technology – NIST). Существующая приборная техника позволяет использовать метод как в составе стационарной, так и передвижной лаборатории. Наряду с традиционными лабораторными приборами, такими как Foss NIRSystems и отечественные Инфралюм ФТ-10 (Люмэкс) и Спектран-ИТ (Инари-Технологии), созданы переносные приборы на автономном батарейном питании, такие как ZX-50 фирмы Zeltex и Mininfra Scan-T фирмы Infracont, а также стационарные приборы, которые можно устанавливать непосредственно на производственных линиях и проводить измерения в режиме реального времени (например, InfraAlyzer 600 (Bran+Luebbe), KJT-30 и JE-500 (Kett) и др.).

В настоящее время в России предлагаются десятки приборов (в том числе несколько отечественных моделей) для экспресс-анализа качества зерна. Однако не все они внесены в Госреестр как ИК-анализаторы. Многие из них аттестованы как ИК-спектрофотометры и используют специальные методики выполнения измерений для анализа зерна.

Поскольку в стране существует несколько организаций, имеющих право аттестации, нельзя быть уверенными в обеспечении условий единства измерений и сопоставимости характеристик приборов. Никакой координации работ по созданию и методическому сопровождению приборов, необходимых отечественному сельскому хозяйству, не осуществляется. В России также не существует стандарта на анализ зерна методом ИК-спектроскопии, что затрудняет использование ИК-анализаторов.

В связи с этим, а также учитывая включение содержания белка в ГОСТ Р 52554-2006 «Пшеница. Технические условия» в качестве обязательного показателя при приемке зерна пшеницы, ВНИИА подготовил проект национального стандарта «Зерно. Определение качества зерна пшеницы методом спектроскопии в ближней инфракрасной области».

Государственный стандарт на методику выполнения измерений показателей качества зерна методом ИК-спектроскопии позволит использовать ИК-анализаторы для экспрессной и точной оценки параметров качества зерна

пшеницы на различных стадиях технологической цепи от производства зерна до потребителя. Стандарт должен также регламентировать условия проведения измерений, требования к пробоподготовке, основные процедуры измерения и метрологические характеристики метода.

Однако внедрение стандарта в практику измерений и успешное использование ИК-анализаторов для оценки качества зерна требует развития системы ИК-анализа в масштабе страны, что в свою очередь требует проведения комплекса специальных мероприятий, включая создание научно-методического центра по ИК-спектроскопии. Основными задачами центра должны быть: 1) сбор и обобщение информации о состоянии приборной базы страны и информации о поступлении новых приборов; 2) создание и аттестация единого градуировочного массива образцов для градуировки и проверки градуировочных характеристик всех моделей ИК-анализаторов, находящихся в эксплуатации на предприятиях страны и вновь разработанных (или поступивших на Российский рынок); 3) проведение регулярной корректировки градуировочных характеристик всех моделей анализаторов с целью получения единой градуировки на большом статистическом массиве образцов зерна различных почвенно-климатических районов произрастания и передачи корректировочных коэффициентов всем приборам с применением сети Интернет; 4) стандартизация Методики выполнения измерений (МВИ) показателей качества зерна пшеницы методом спектроскопии в ближней инфракрасной области и проведение промышленной апробации на зерне нового урожая на местах использования анализаторов; 5) регулярное проведение межлабораторных сличительных испытаний ИК-анализаторов для подтверждения характеристик правильности и прецизионности стандартизованной МВИ (при появлении новых приборов, при необходимости введения новых сортов пшеницы в единый градуировочный массив и др.); 6) организация метрологического контроля и надзора за состоянием анализаторов и стандартизованной МВИ во всех регионах страны в соответствии требованиями с применением контрольных образцов зерна пшеницы, приготовленных и аттестованных в соответствии требованиями ГОСТ Р 8.563 «ГСИ. ИК-анализаторы состава зерна и кормов. Методика поверки»; 7) разработка экспрессных и точных средств контроля в ранге государственных стандартных образцов показателей качества зерна (массовых долей влаги, белка, клейковины) для эффективного контроля метрологических характеристик ИК-анализаторов и методик выполнения измерений аналитическими методами и с применением ИК-анализаторов; 8) обоснование и организация работ по созданию сети ИК-анализаторов для обеспечения разработки единой градуировки и единства измерений показателей качества зерна с использованием ИК-анализаторов по всей стране.

Достоверность и воспроизводимость метода ИК-спектроскопии обеспечит его скорейшее внедрение в практику оценки зерна пшеницы.