

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ РАСТЕНИЕВОДЧЕСКОЙ ПРОДУКЦИИ С ВЫСОКИМ СОДЕРЖАНИЕМ ТОКСИЧНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ

С.А. Деньгина, Г.А. Ступакова, к.б.н., В.М. Иванова, ВНИИА, vniiia317@yandex.ru

Работа выполнена по госзаданию №0572-2014-0009

Приведены результаты разработки стандартных образцов зерновых и овощных культур с высоким содержанием свинца, кадмия, нитратов. Рассмотрена возможность использования их в качестве средства метрологического обеспечения лабораториями АПК для подтверждения соответствия продукции требованиям технических регламентов.

Ключевые слова: стандартный образец, технический регламент, токсичные элементы, аттестуемые характеристики, метрологическое обеспечение.

DOI: 10.25680/S19948603.2018.103.19

Для получения достоверных результатов экологического мониторинга и их соответствия требованиям, установленным законодательными и нормативными правовыми актами и государственными стандартами, при проектировании и функционировании системы экологического мониторинга необходимы: соблюдение метрологических правил и норм, регламентирующих использование средств измерений, средств метрологического обеспечения измерений, вспомогательного и испытательного оборудования, применение методик выполнения измерений.

Эффективность метрологического контроля, контроля стабильности и точности результатов измерений, а в итоге контроля достоверности получаемых результатов напрямую связана с уровнем обеспечения лабораторий стандартными образцами (СО).

ВНИИ агрохимии является назначенной организацией – участником Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов, в функции которой входит разработка мероприятий по обеспечению отрасли стандартными образцами всех категорий. Разработана обширная номенклатура стандартных образцов растениеводческой продукции, включающей пищевую продукцию, продовольственное сырье, корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Однако, существует дефицит СО с высоким содержанием нитратов, токсичных элементов, используемых в качестве средства метрологического обеспечения для оценки загрязненной агропродукции и подтверждения лабораторией АПК компетентности в обеспечении качества выдаваемых результатов анализа во всем установленном диапазоне применяемой методики испытаний.

Методика. В рамках поставленной задачи была разработана методика внесения солей токсичных элементов (свинца, кадмия) в материал стандартного образца. В качестве матрицы СО использовали зерновые культуры (пшеница, рожь), как наиболее типичные объекты испытаний лабораторий АПК. Актуальность разработки обусловлена также требованиями технических регламентов и внедрением ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025 [1], включающего необходимость разработки системы менеджмента качества испытательных лабораторий, позволяющей контролировать и подтверждать достоверность проведенных испытаний в заявленной области аккредитации.

Исследования проводили с использованием различных концентраций солей свинца и кадмия с целью по-

лучения содержания аттестуемых элементов на уровне ПДК и выше, обусловленных требованиями ТР ТС 015/2011. Был применен атомно-абсорбционный метод определения токсичных элементов [2]. При определении метрологических характеристик СО проводили оценку влияния источников характеристики погрешности (неопределенности) аттестованных значений СО. Основными из них являются [3, 4]: стандартное отклонение (стандартная неопределенность), обусловленное неоднородностью материала СО и стандартное отклонение (стандартная неопределенность), обусловленное нестабильностью значений аттестуемой характеристики СО. По итогам проведенных исследований на основе разработанной математической модели обработки результатов оценки характеристики однородности [5] и стабильности [6] материала СО сделаны следующие выводы: материал СО однороден и стабилен по всем исследуемым компонентам, определен срок годности экземпляра СО – 5 лет, в течение которого его метрологические характеристики находятся в установленных пределах. Метрологические характеристики определены способом межлабораторной аттестации [7], в которой принимали участие 104 лаборатории агрохимической службы, имеющие опыт исследований зерновых культур.

Результаты и их обсуждение. Аттестованные значения содержания свинца и кадмия в разработанных стандартных образцах состава зерна пшеницы и зерна ржи и их сопоставимость с предельно допустимыми уровнями токсичных элементов (свинца и кадмия) приведены в таблице 1.

1. Метрологические характеристики стандартных образцов состава зерна пшеницы, зерна ржи и требования технического регламента (ТР ТС 015/2011 «О безопасности зерна») к объектам технического регулирования

Предельно допустимые уровни токсичных элементов, мг/кг, не более		Интервал значений аттестованных характеристик, мг/кг			
Зерно, поставляемое на кормовые цели	Зерно, поставляемое на пищевые цели	Стандартный образец состава зерна ржи СО ЗР-03	Стандартный образец состава зерна пшеницы СО ЗПМ-01		
Злаковые культуры (пшеница, ячмень, овес, рожь, тритикале, просо, сорго, кукуруза)	Злаковые культуры (пшеница, рожь, тритикале, овес, ячмень, просо, гречиха, рис, кукуруза, сорго)				
Свинец	5,0	Свинец	0,5	0,7 – 1,0	2,2 – 4,4
Кадмий	0,5	Кадмий	0,1	0,3 – 0,4	0,9 – 1,8

Разработанные СО состава зерна пшеницы и зерна ржи, помимо высокого содержания свинца и кадмия, содержат аттестованные значения других показателей безопасности и качества (белок, зола, фосфор, калий, кальций, сахар, крахмал, медь, цинк, железо, мышьяк; сырая клейковина, качество клейковины (ИДК) – для пшеницы), позволяющих их использовать в качестве средств метрологического обеспечения при проведении оценки зерновых культур и их идентификации.

Другая проблема, связанная с оценкой растениеводческой продукции, заключается в обеспечении достоверности результатов содержания нитратов в объектах испытаний. Причинами, вызывающими чрезмерное содержание нитратов в урожае сельскохозяйственных культур, являются: применение необоснованно высоких доз азотных удобрений, неудовлетворительное качество азотных удобрений; неравномерное распределение азотных удобрений по поверхности поля при их внесении; чрезмерное увлечение поздними подкормками сельскохозяйственных культур азотом; нарушение сбалансированности соотношения между азотом и другими элементами питания (в первую очередь фосфором и калием); низкий уровень культуры земледелия и технологической дисциплины при выполнении работ; недопустимое пренебрежение к введению научно обоснованных севооборотов на огромных посевных площадях и преобладание монокультур; отсутствие сортовой политики при выведении и выращивании сортов с низким уровнем нитратов в урожае; отсутствие должного эффективного контроля за ходом выполняемых работ и за качеством конечного продукта.

Для необходимой точности результатов испытаний и экспериментального подтверждения лабораторией своей технической компетентности при проведении оценки безопасности овощных культур были разработаны стандартные образцы состава капусты белокочанной и картофеля. Материал стандартных образцов представляет собой овощи, высушенные путем термической обработки до достижения массовой доли влаги, обеспечивающей их сохранность в соответствии с требованиями технических условий на продукцию [8, 9]. Проведенные исследования выявили высокое содержание нитратов, свинца и кадмия в материалах СО.

Аттестацию стандартных образцов проводили в условиях межлабораторного эксперимента, в аттестационных анализах участвовало 50 аккредитованных испытательных лабораторий. Нитраты в материалах СО определяли ионометрическим методом с учетом приготвления экстрагирующего раствора для семейства крестоцветных (для капусты) в соответствии с п.5.3.2 методики испытаний [10]. Определение токсичных элементов осуществляли атомно-абсорбционным методом [2]. Аттестованные значения содержания нитратов, свинца и кадмия в разработанных стандартных образцах состава капусты белокочанной и картофеля и их сопоставимость с предельно допустимыми уровнями токсичных элементов приведены в таблице 2.

2. Метрологические характеристики стандартных образцов состава капусты белокочанной, картофеля и требования технического регламента (ТР ТС 021/2011 «О пищевой продукции») к объектам технического регулирования

Овощи, картофель, бахчевые культуры, ягоды и продукты из них, в том числе консервы из овощей		Интервал значений аттестованных характеристик, мг/кг	
Предельно допустимые уровни токсичных элементов, мг/кг, не более		Стандартный образец состава капусты белокочанной ОСО 10-221-2017	Стандартный образец состава картофеля ОСО 10-224-2017
Свинец	0,5	0,22 – 0,50	0,26 – 0,58
Кадмий	0,03	0,021 – 0,061	0,037 – 0,093
Нитраты: картофель	250	-	437 - 933
капуста белокочанная	900	1581 - 3369	-

Заключение. Разработанные стандартные образцы позволяют обеспечить необходимую точность измерений и достоверность оценки соответствия объектов технического регулирования требованиям технических регламентов и могут быть применены для:

- обеспечения необходимой точности результатов испытаний и экспериментального подтверждения лабораторией своей технической компетентности при проведении оценки качества и безопасности растениеводческой продукции;
- проверки, калибровки, градуировки средств измерений;
- метрологической аттестации методик выполнения измерений и контроля погрешностей методик выполнения анализа в процессе их применения;
- проведения межлабораторных сравнительных испытаний в качестве контрольного образца для оценки квалификации лабораторий, проводящих оценку соответствия объектов технического регулирования;
- подтверждения квалификации лиц, непосредственно участвующих в проведении испытаний;
- оценивания характеристик функционирования лабораторий по выполнению определенных испытаний или измерений и постоянного мониторинга за ними.

Литература

1. ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2009. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий.
2. ГОСТ 30178-96. Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения токсичных элементов.
3. Р 50.2.058-2007. Государственная система обеспечения единства измерений. Оценка неопределенностей аттестованных значений стандартных образцов.
4. ISO/REMCO Guide 35-2006. Reference materials. General and statistical principles for certification.
5. ГОСТ 8.531-2002. Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава монокристаллических и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности.
6. Р 50.2.031-2003. Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Методика оценивания характеристики стабильности.
7. ГОСТ 8.532-2002. Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация. Содержание и порядок проведения работ.
8. ГОСТ 32065-2013. Овощи сушеные. Общие технические условия.
9. ГОСТ 28432-90. Картофель сушеный. Технические условия.
10. ГОСТ 29270-95. Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения нитратов.

REFERENCE STANDARDS OF PLANT PRODUCTS WITH HIGH CONTENT OF TOXIC ELEMENTS

S.A. Dengina, G.A. Stupakova, V.M. Ivanova

Pryanishnikov Institute of Agrochemistry, Pryanishnikova ul. 31A, 127550 Moscow, Russia, e-mail: vniia317@yandex.ru

In this article we discussed the results of reference samples development for high content of lead, cadmium and nitrates in grain and vegetable crops. We also evaluated the possibility of their use as means of metrological support by agrarian and industrial complex laboratories for confirmation of compliance of production to technical regulations requirements.

Key words: reference material, technical regulation, toxic elements, certified characteristics, metrological support.