

2. Ступакова Г. А., Деньгина С. А., Игнатьева Е. Э., Шипицкова Т. И., Митрофанов Д. К. Стандартные образцы кормов в системе метрологического обеспечения лабораторий агропромышленного комплекса // Эталоны. Стандартные образцы. -2021. -№1. -С. 5–20.
3. ГОСТ Р 56383–2015 Корма травяные искусственно высушенные. Технические условия. -М.: Изд-во Стандартиформ, 2020. – 3 с.
4. ГОСТ Р 55452–2021 Сено и сенаж. Общие технические условия. -М.: Изд-во Стандартиформ, 2021. – 9 с.
5. ГОСТ 28432–90 Картофель сушеный. Технические условия. -М.: Изд-во Стандартиформ, 2021. – 20 с.
6. Ступакова Г. А., Игнатьева Е. Э., Деньгина С. А. Стандартные образцы в обеспечении лабораторий АПК. Коллекция стандартных образцов состава разных типов почв, растениеводческой продукции ФГБНУ «ВНИИ агрохимии» // Плодородие. -2021. -№ 5.-С. 87–90.
7. Бурункова Ю. Э., Успенская М. В., Самуйлова Е. О. Растительные масла: свойства, технологии получения и хранения, окислительная стабильность. Учебно-методическое пособие // Ю. Э. Бурункова, М.В.Успенская, Е. О. Самуйлова – СПб.: Изд-во Университет ИТМО, 2020. – 82 с.
8. Васильева И. Е., Шабанова Е. В. Стандартные образцы растительных материалов – инструмент обеспечения единства химических измерений в геохимии, экологии, сельском хозяйстве и фармакологии // Эталоны. Стандартные образцы. -2021. -№2. -С.33-47.
9. Шабанова Е. В., Васильева И. Е., Таусенев Д.С., Scherbarth S., Pierau U. Характерные свойства стандартных образцов кластера «Растения» в коллекции ИГХ СО РАН // Эталоны. Стандартные образцы. -2021. -№3. -С.45-61.

MONITORING THE STABILITY OF QUALITY AND SAFETY INDICATORS DURING LONG-TERM STORAGE OF CROP PRODUCTS

G.A. Stupakova, A.A. Lapushkina, E.E. Ignatieva, T.I. Shchiptsova
 FGBNU All-Russian Research Institute named after D.N. Pryanishnikova
 (FGBNU "VNIИ Agrochemistry"), 127434, Moscow, Pryanishnikova str., 31A

Information is presented on the study of the stability of quality indicators and toxicological contamination under conditions of natural aging of multicomponent reference materials (RM): the composition of the cereal grass mixture СБМТ-01 (GSO 1484-78) and the composition of potato tubers СБМК-01 (GSO 1483-78). The elemental composition of RM was assessed based on the results of an interlaboratory experiment with the participation of 58-128 accredited Testing Laboratories. It has been shown that under the same storage conditions of RM, the mass fraction of fiber, phosphorus, raw ash, calcium, manganese, cadmium and copper does not change for 46 years, starch for 39 years, nitrogen for 20 years in the RM of the cereal grass mixture. Based on a long-term data sample (from 1978 to 2024), the results of determining the mass fraction of nitrogen, fiber, starch, calcium, ash, manganese, zinc, copper and arsenic showed stable results in the RM of potato composition. Examples of unstable indicators of the mass fraction of fat and nitrates in RM are shown. Research and stability monitoring makes it possible to reasonably increase the shelf life of studied objects to 20 years.

УДК 631.452

DOI: 10.25680/S19948603.2024.137.14

РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА СОСТАВА КЛУБНЕЙ КАРТОФЕЛЯ

А.А. Лапушкина, к.б.н., Д.К. Митрофанов, Е.Ю. Ветрова,
ФГБНУ «Всероссийский научно-исследовательский институт
имени Д.Н. Прянишникова» (ФГБНУ «ВНИИ агрохимии»)
127434, г. Москва, ул. Прянишникова, д. 31А

Разработан стандартный образец (СО) состава клубней картофеля (К-04). Исследованы и оценены метрологические характеристики СО, его однородность и стабильность, проведена аттестация на содержание массовых долей нитратов, кадмия, свинца и мышьяка. СО состава клубней картофеля предназначен для обеспечения контроля качества измерений содержания показателей безопасности (массовой доли нитратов, кадмия, свинца и мышьяка) при агроэкологическом мониторинге и научных исследованиях.

Ключевые слова: стандартный образец, однородность, стабильность, показатели безопасности.

Для цитирования: Лапушкина А.А., Митрофанов Д.К., Ветрова Е.Ю. Разработка стандартного образца состава клубней картофеля// Плодородие. – 2024. – №2. – С. 55-58. DOI: 10.25680/S19948603.2024.137.14.

Важным инструментом, способствующим обеспечению точности результатов исследования пищевой продукции, является использование стандартных образцов (СО), многообразия которых позволяет подобрать соответствующий эталон непосредственно под определяемый объект.

Для метрологического сопровождения аналитических работ в целях идентификации и подтверждения соответствия продукции растениеводства требованиям технических регламентов [1,2], ФГБНУ «ВНИИ агрохимии» разрабатывает и внедряет матричные стандартные образцы [3-7]. Образцов, соответствующих анализируемым объектам, т.е. на естественной основе, как правило, не хватает при испытаниях для целей подтверждения соответствия. В настоящее время в Государственном реестре

присутствует ограниченная номенклатура матричных СО пищевой продукции и продовольственного сырья.

Картофель – наиболее потребляемая и одна из стратегических культур в обеспечении продовольственной независимости страны. Поэтому получение урожая гарантированного качества и безопасности также является задачей не менее важной. СО состава клубней картофеля, аттестованные на показатели качества и токсикологического загрязнения, разрабатывались в институте в разные годы (СБМК-01 (ГСО 1483-78), ГСО 3169-85 (СБМК-02), ГСО 11611-2020 (К-03)). Перечисленные образцы были выбраны испытательными лабораториями (ИЛ) в качестве эталонов для установления контроля точности результатов измерений образцов картофеля и продуктов его переработки, выполняемых по ГОСТ 29270-95, ГОСТ 30178-96, ГОСТ 26930-86.

Цель исследований – разработать СО состава клубней картофеля на показатели токсикологического загрязнения.

Методика. Для разработки и создания СО в 2021 г. закупили однородную партию клубней картофеля, соответствующую требованиям ГОСТ 28432-90 «Картофель сушенный. Технические условия», массой 75 кг. После покупки был проведен осмотр биологического материала с целью отсутствия вредителей, посторонних примесей, а также нетипичных запахов.

Отбор и подготовку проб проводили в соответствии с требованиями ГОСТ 13341-2017.

Для прекращения микробиологической и ферментативной деятельности измельченные клубни картофеля помещали в металлические емкости размером 0,25 × 0,25 м и на 1 ч оставляли в сушильном шкафу при температуре 105±2 °С. По истечении заданного времени, закупленный материал остужали при комнатной температуре, после чего складировали в заранее подготовленные алюминиевые бидоны. Необходимым условием для такой емкости являлось наличие плотно прилегающих крышек, предотвращающих попадание влаги и пыли к подготовленному материалу.

Но такие меры предосторожности не исключают потенциальной угрозы поглощения клубнями картофеля гигроскопической влаги из воздуха, которая попадает в бидоны при открытии крышек. Поэтому следует не реже 1 раза в год проводить контрольную «сушку» всего материала по ранее обозначенной схеме.

После высушивания исходного материала, его необходимо усреднить. Данный процесс проводится вручную, занимает некоторое время и включает следующие этапы:

1. Заранее подготовленную полиэтиленовую пленку (5×5 м) расстилают на ровной поверхности и помещают на нее клубни картофеля, распределив их одинаковым по толщине слоем на всей поверхности пленки.

2. При поднятии одной из сторон пленки (за два угла и в середине), усредняемый материал перемещается к ее центру. Таким же образом исходный материал скатывается и с другой стороны. Затем аналогичным образом материал перекачивается с двух других сторон и собирается в центре пленки.

3. После чего клубни картофеля заново распределяются ровным слоем на поверхности полиэтиленовой пленки и снова подобным образом перекачиваются к ее центру.

4. Для качественного усреднения исходного материала такую процедуру необходимо повторять не менее 20 раз.

Тщательно перемешанные клубни картофеля расфасовывали по 100 г в полиэтиленовые пакеты, на которые предварительно помещали этикетки с уточняющей информацией об образце (наименование СО, номер, шифр). Для ве «замка» у пакетов использовали электроприбор «Молния», позволяющий качественно запаивать полиэтилен.

Аттестованные значения СО установлены по результатам межлабораторного эксперимента при участии 62 Испытательных лабораторий, аккредитованных на соответствие требованиям ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2019. Нитратный азот определяли потенциометрическим [8] и ионометрическим [9] методами, мышьяк – колориметрическим [10] и атомно-абсорбционным [11], свинец и кадмий – атомно-абсорбционным [12].

Результаты и их обсуждение. Прежде чем «пустить» СО в межлабораторный эксперимент (МЛЭ),

необходимо исследовать его однородность, т.е. убедиться, что вне зависимости от места отбора навески из общей партии закупочного материала, результаты по какому-либо показателю будут сходны между собой в пределах погрешности от неоднородности.

Следует отметить, что оценку однородности материала СО давали отдельно для каждого аттестуемого показателя. В соответствии с требованиями ГОСТ 8.531–2002 были отобраны 15 проб клубней картофеля, в каждой из которых в 6 аналитических повторностях определяли вышеуказанные показатели качества. После получения результатов анализа по однородности материала СО данные обрабатывали по схеме однофакторного дисперсионного анализа [13]. В качестве примера в таблицах 1, 2 приводится исследование однородности массовой доли свинца и мышьяка в клубнях картофеля.

1. Результаты измерений для оценивания однородности массовой доли свинца и мышьяка в материале СО состава клубней картофеля (К-04), мг·л⁻¹

№ пробы	Номер определения					
	1	2	3	4	5	6
<i>Свинец</i>						
1	0,42	0,43	0,43	0,44	0,44	0,44
2	0,44	0,42	0,43	0,43	0,43	0,42
3	0,43	0,44	0,44	0,43	0,43	0,43
4	0,44	0,43	0,44	0,42	0,42	0,42
5	0,42	0,44	0,44	0,43	0,44	0,44
6	0,43	0,43	0,44	0,43	0,42	0,42
7	0,43	0,43	0,42	0,42	0,43	0,42
8	0,43	0,45	0,42	0,42	0,42	0,42
9	0,43	0,44	0,45	0,42	0,43	0,42
10	0,43	0,44	0,43	0,44	0,42	0,44
11	0,43	0,45	0,43	0,45	0,45	0,43
12	0,44	0,44	0,44	0,45	0,42	0,43
13	0,43	0,42	0,43	0,42	0,43	0,44
14	0,44	0,44	0,42	0,44	0,43	0,44
15	0,42	0,42	0,43	0,43	0,43	0,43
\bar{x}	SSe	SSн	\overline{SSe}''	$\overline{SSн}''$	Sн	
0,430622	0,005688	0,001483	0,000076	0,000106	0,002239	
<i>Мышьяк</i>						
1	0,024	0,025	0,025	0,019	0,024	0,020
2	0,024	0,019	0,020	0,025	0,022	0,020
3	0,021	0,022	0,022	0,025	0,025	0,020
4	0,019	0,022	0,024	0,020	0,020	0,022
5	0,025	0,020	0,021	0,025	0,024	0,021
6	0,020	0,020	0,021	0,019	0,022	0,025
7	0,022	0,023	0,020	0,019	0,024	0,024
8	0,020	0,022	0,020	0,022	0,023	0,025
9	0,021	0,025	0,020	0,021	0,020	0,023
10	0,020	0,022	0,025	0,024	0,019	0,024
11	0,024	0,024	0,021	0,023	0,022	0,021
12	0,022	0,024	0,024	0,020	0,025	0,019
13	0,024	0,020	0,024	0,025	0,025	0,023
14	0,021	0,022	0,025	0,024	0,024	0,024
15	0,022	0,023	0,019	0,021	0,020	0,020
\bar{x}	SSe	SSн	\overline{SSe}''	$\overline{SSн}''$	Sн	
0,022167	0,000318	0,000051	0,000004	0,000004	0,000686	

Исследование однородности материала СО проводили в аккредитованной испытательной лаборатории ФГБУ «Государственный центр агрохимической службы «Московский», аттестат аккредитации № RA.RU.518301.

Характеристику однородности оценивали по формуле:

$$S_H' = \left[\frac{(\overline{SS}_H - \overline{SS}_e)}{J} \right]^{0.5}, \quad (1)$$

либо при $\overline{SS}_H < \overline{SS}_e$ как $S_H = (1/3) \cdot (\overline{SS}_e)^{0.5}$ при условии, что масса аналитической навески совпадает с наименьшей представительной пробой.

Аттестованные значения и их погрешности для ряда показателей в клубнях картофеля устанавливали посредством межлабораторной аттестации стандартных образцов [14].

Прослеживаемость результатов измерений, полученных в рамках межлабораторного эксперимента, к единицам СИ была реализована при помощи применения поверенных средств измерений компетентными, в том числе аккредитованными на соответствие ГОСТ ИСО/МЭК 17025, 29, Испытательными лабораториями и строгого соблюдения процедур измерений.

Характеристику абсолютной погрешности аттестованного значения СО оценивали с учетом составляющих погрешности: погрешность установления аттестованного значения СО и характеристика погрешности от неоднородности аттестованного значения СО (табл. 2).

2. Оценка величин погрешности при аттестации СО, млн⁻¹

Аттестованная характеристика стандартного образца	Аттестованное значение, Å	Погрешность межлабораторной аттестации, Δ _λ	Среднеквадратическое отклонение погрешности от неоднородности, S _H	Границы абсолютной погрешности аттестованного значения	
				при P=0,95, Δ _Д	при P=0,95, ±Δ согласно ТЗ
Массовая доля: нитратов	753	19	8,95918	±26	44
кадмия	0,063	0,0004	0,00054	±0,001	0,03
свинца	0,432	0,010	0,00224	±0,011	0,02
мышьяка	0,0220	0,0005	0,00069	±0,0015	0,003

Допустимое значение погрешности аттестованного значения СО (Δ_Д), приведенное в техническом задании, рассчитывалось как $\frac{1}{3}\Delta$ (Δ – погрешность методики измерений). Характеристику погрешности, обусловленной неоднородностью, учитывали при оценивании погрешности аттестованного значения СО (Δ_{ат}):

$$\Delta_{ат} = \sqrt{\Delta_A^2 + 4S_H^2}. \quad (2)$$

Важной мерой контроля пригодности СО как эталона контроля качества аналитических работ является установление его срока годности [15].

В связи с тем, что работа с данным типом биологического материала проводилась на протяжении длительного времени, эмпирическим путем было установлено, что в течение предполагаемого срока годности (5 лет) состав и структура материала СО не изменяются при соблюдении условий хранения и исключения воздействия агрессивных химических веществ. Исползованные результаты исследования стабильности ранее выпущенного СО состава клубней картофеля К-03 (ГСО 11611-2020). Срок годности ГСО 11611-2020 и разрабатываемого СО – 5 лет.

Комплект документов на разработанный СО состава клубней картофеля передан на экспертизу для

последующего внесения в Государственный реестр стандартных образцов утвержденного типа в УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

Выводы. В результате проведенных исследований разработан СО состава клубней картофеля (К-04), аттестованный на показатели безопасности: нитраты, кадмий, свинец и мышьяк. Данный СО предназначен для контроля за выполнением измерений массовой доли нитратов, кадмия, свинца и мышьяка в ИЛ, проводящих как агроэкологический мониторинг, так и научные исследования.

Согласно серии испытаний и проведенных статистических расчетов, погрешность СО с учетом погрешности от неоднородности не превышает допустимых значений. Установлено, что материал СО состава клубней картофеля (К-04) является однородным по всем аттестуемым показателям. Срок годности экземпляров СО, определенный на основе расчета допустимого значения погрешности от нестабильности, составил 5 лет.

Литература

- ТР ТС 015/2011 Технический регламент Таможенного союза "О безопасности зерна". URL: <https://sudact.ru/law/reshenie-komissii-tamozhennogo-soiuza-ot-09122011-n-24/tr-ts-0152011> (дата обращения: 27.02.2024).
- ТР ТС 021/2011 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности пищевой продукции». URL: <https://files.stroyinf.ru/Index2/1/4293799/4293799243.htm> (дата обращения: 27.02.2024).
- Деньгина С.А., Ступакова Г.А., Иванова В.М. Стандартные образцы растениеводческой продукции с высоким содержанием токсичных элементов // Плодородие. – 2018. – № 4. – С. 59-60.
- Ступакова Г.А., Лунев М.И., Деньгина С.А. Стандартные образцы в оценке качества и безопасности продукции растениеводства // Международный сельскохозяйственный журнал. – 2020. – № 3. – С. 60-65.
- Ступакова Г.А., Деньгина С.А., Игнатова Е.Э., Шилецова Т.И., Митрофанов Д.К. Стандартные образцы кормов в системе метрологического обеспечения лабораторий агропромышленного комплекса // Эталоны. Стандартные образцы. – 2021. – №1. – С. 5-20.
- Ступакова Г.А., Игнатова Е.Э., Деньгина С.А. Стандартные образцы в обеспечении лабораторий АПК. Коллекция стандартных образцов состава разных типов почв, растениеводческой продукции ФГБНУ «ВНИИ агрохимии» // Плодородие. – 2021. – № 5. – С. 84-89.
- Ступакова Г.А., Деньгина С.А., Иванова В.М. Подтверждение достоверности результатов оценки химического состава зерновых культур // Земледелие. – 2019. – №5. – С. 27-30.
- ГОСТ 34570-2019. Фрукты, овощи и продукты их переработки. Потенциометрический метод определения нитратов. – М.: Стандартинформ, 2019. – 11 с.
- ГОСТ 29270-95. Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения нитратов. – М.: Стандартинформ, 2010. – 11 с.
- ГОСТ 26930-86. Сырье и продукты пищевые. Метод определения мышьяка. – М.: Стандартинформ, 2010. – 7 с.
- ГОСТ Р 51766-2001. Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка. – М.: Стандартинформ, 2011. – 13 с.
- ГОСТ 30178-96. Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения токсичных элементов. – М.: Стандартинформ, 2010. – 10 с.
- ГОСТ 8.531–2002 ГСИ. Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности. Издание официальное. – М.: ИПК Изд-во стандартов, 2003. – 12 с.
- ГОСТ 8.532–2002 ГСИ. Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация. Содержание и порядок проведения работ. Издание официальное. – М.: ИПК Изд-во стандартов, 2003. – 10 с.
- Р 50.2.031-2003 ГСИ. Стандартные образцы состава веществ и материалов. Методика оценивания характеристики стабильности. – М.: Госстандарт России, 2003. – 10 с.

A.A. Lapushkina, Ph.D., D.K. Mitrofanov, E.Yu. Vetrova, All-Russian Scientific Research Institute named after D.N. Pryanishnikov (FGBNU All-Russian Scientific Research Institute of Agrochemistry) 127434, Moscow, st. Pryanishnikova, 31A

A standard sample (reference materials) of the composition of potato tubers (P-04) has been developed. The metrological characteristics of RM, its homogeneity and stability were studied and assessed, certification was carried out for the content of mass fractions of nitrates, cadmium, lead and arsenic. RM for the composition of potato tubers (P-04) is intended to ensure quality control of measurements of the content of safety indicators (mass fraction of nitrates, cadmium, lead and arsenic) during agroecological monitoring and scientific research.

Key words: reference material, homogeneity, stability, safety indicators.

УДК 631.452

DOI: 10.25680/S19948603.2024.137.15

ПРИЕМЫ ПЕРЕРАБОТКИ ОРГАНИЧЕСКОГО СЫРЬЯ В ЭКОЛОГИЧЕСКИ БЕЗОПАСНЫЕ ОРГАНИЧЕСКИЕ УДОБРЕНИЯ И ИХ ВЛИЯНИЕ НА ПЛОДОРОДИЕ МЕРЗЛОТНЫХ ПОЙМЕННЫХ ЛУГОВЫХ ПОЧВ РЕСПУБЛИКИ САХА (ЯКУТИЯ)

***В.В. Осипова, д.с-х.н., А.З. Платонова, к.с-х.н., Л.Я. Конощук,
Октемский филиал ФГБОУ высшего образования***

“Арктический государственный агротехнологический университет”

E-mail: luzerna_2008@mail.ru

678011, Республика Саха (Якутия), Хангаласский район, с. Октемцы, пер. Моисеева, 16. Октемский филиал ФГБОУ ВО Арктический ГАТУ, Тел. +7914-261-4639

Работа выполнена в рамках государственного задания МСХ РФ «Комплексная программа улучшения продуктивности мерзлотных почв с применением биоудобрений в условиях Якутии»

Исследования по изучению приемов переработки отходов бытовых и животноводства в органические удобрения в условиях мерзлотных пойменных почв Якутии позволили установить высокую эффективность применения калифорнийских червей по сравнению с местными дождевыми червями, которые обеспечивают высокую производительность (>на 46,8 %), создание наибольшего объема биогумуса на субстрате конский навоз (297,98 г/червь), значительно более короткое время разложения органических отходов. Внесение вермиудобрений на мерзлотных пойменных луговых почвах снижает уровень засоленности (рН с 8,5 до 8,0), повышает содержание нитратного азота (с 30 до 55 мг/кг), подвижных форм фосфора (с 259 до 310 мг/кг) и калия (с 225 до 284 мг/кг), гумусированность почвы (с 2,0 до 2,8 %).

Ключевые слова: криолитозона, калифорнийские и дождевые черви, субстрат, производительность, вермиудобрения, мерзлотные почвы, плодородие.

Для цитирования: *Осипова В.В., Платонова А.З., Конощук Л.Я. Приемы переработки органического сырья в экологически безопасные органические удобрения и их влияние на плодородие мерзлотных пойменных луговых почв Республики Саха (Якутия)// Плодородие. – 2024. – №2. – С. 58-61. DOI: 10.25680/S19948603.2024.137.15.*

Для создания благоприятной экологической среды мерзлотных пойменных почв старопашотных земель необходимы мероприятия по их окультуриванию. В настоящее время в связи с биологизацией земледелия актуально создание в местных условиях собственного производства органических и органоминеральных удобрений.

Экстремальные почвенно-климатические условия Якутии требуют особого подхода при использовании мерзлотных почв в сельском хозяйстве [2, 3].

Мерзлотные почвы региона представлены, в основном, почвами с невысоким плодородием и малоактивными микробиологическими процессами. В связи с критическим состоянием естественного плодородия мерзлотных почв в настоящее время, в условиях дефицита минеральных удобрений, экологической опасности не переработанных отходов животноводства, в Якутии остро стоит проблема изыскания ресурсов местного

сырья для производства экологически безопасных и эффективных удобрений [4].

В настоящее время существует острый дефицит удобрений для земледелия Якутии. В Государственной программе развития Республики Саха (Якутия) "Комплексное развитие сельских территорий на 2020-2025 годы" отмечается, что из-за уменьшения объемов внесения органических и минеральных удобрений наблюдается снижение плодородия мерзлотных почв. В этой связи необходимо наиболее полно и рационально использовать все возможные ресурсы органического вещества, включая нетрадиционные источники [1].

Один из способов экологичной переработки органических отходов в органические удобрения – вермикультура, которая способствует повышению плодородия мерзлотных почв, увеличению урожайности сельскохозяйственных культур, повышению качества растениеводческой продукции и является одним из перспективных путей решения данной проблемы [8]. В условиях