

Вопросы обеспечения метрологической прослеживаемости результатов измерений показателей качества пищевых продуктов и продовольственного сырья

М. Ю. Медведевских, А. С. Сергеева

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д. И. Менделеева, Екатеринбург, Российская Федерация, e-mail: lab241@uniim.ru, sergeevaas@uniim.ru

Рассмотрена проблема обеспечения метрологической прослеживаемости результатов измерений показателей качества и пищевой ценности пищевых продуктов и продовольственного сырья: содержание воды (влаги), азота (белка, сырого протеина), жира, золы и углеводов. Для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений предложено применять стандартные образцы состава пищевых продуктов, прослеживаемые к Государственному первичному эталону единиц массовой доли, массовой (молярной) концентрации воды в твёрдых и жидких веществах и материалах ГЭТ 173-2017, Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твёрдых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019, а также использовать первичные референтные методики измерений. Рассмотрены результаты разработки первичных референтных методик измерений массовых долей жира, золы и углеводов в пищевых продуктах и продовольственном сырье, а также массовой доли сырого жира (масличности) в семенах масличных культур и продуктах на их основе. Приведены метрологические характеристики стандартных образцов состава сухих молочных продуктов, сухих зерномолочной и зерновой каш для детского питания, яичного порошка, мясных продуктов сублимационной сушки, комбикормов. Полученные данные позволяют построить схему метрологической прослеживаемости результатов измерений показателей качества и пищевой ценности пищевых продуктов и продовольственного сырья от ГЭТ 173-2017, ГЭТ 176-2019 и от первичных референтных методик измерений к рутинным методикам измерений, тем самым обеспечивая единство измерений показателей пищевой ценности продуктов питания.

Ключевые слова: эталон, первичная референтная методика измерений, стандартные образцы, метрологическая прослеживаемость, пищевые продукты, продовольственное сырье, пищевая ценность.

Введение. Информация о составе пищевых продуктов требуется для оценки состояния питания населения, планирования производства и создания новых пищевых продуктов, разработки рекомендаций по питанию, расчетов меню, разработки на государственном уровне мероприятий по рационализации питания населения в целях укрепления его здоровья и профилактики наиболее распространенных заболеваний.

Пищевая ценность пищевой продукции, указываемая в маркировке, включает следующие показатели: энергетическая ценность (калорийность) и количество белков, жиров, углеводов [1]. Для ряда пищевых продуктов и продовольственного сырья (зерновых и зернобобовых культур, зернопродуктов, комбикормов и кормовых компонентов, крахмала, сахара, молочных, низколактозных, безлактозных продуктов для детского питания) установлены требования по содержанию в них золы. Дополнительным показателем качества пищевых продуктов, влияющим на их внешний вид, вкус и устойчивость при хранении, является содержание воды

(в единицах массовой доли влаги, влажности, массовой доли воды).

При контроле перечисленных показателей необходимо использовать методики измерений с установленными показателями точности, при этом должна быть обеспечена метрологическая прослеживаемость к определённой основе для сравнения, согласованной на национальном или международном уровне. Методики измерений, применяемые для определения массовых долей воды и белка, являются рациональными [2]. Полученные результаты измерений не зависят от метода. Метрологическая прослеживаемость достигается использованием стандартных образцов (СО) и калибровкой (поверкой) средств измерений (СИ) в соответствии с государственной поверочной схемой во главе с государственным первичным эталоном. Методы измерения массовых долей жира, углеводов и золы являются эмпирическими (операционно-определяемыми) [2]. Результаты измерений напрямую зависят от выбора условий проведения анализа и являются обобщёнными (трудноописываемыми

и связанными с матрицей испытываемых проб). В таких случаях основой для сравнения могут стать результаты измерений, полученные по первичным референтным (ПРМИ) и референтным (РМИ) методикам измерений, как это прописано, например, в ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий» и успешно реализовано в области лабораторной медицины (ISO 15193:2009 «In vitro diagnostic medical devices – Measurement of quantities in samples of biological origin – Requirements for content and presentation of reference measurement procedures», ISO 15195:2018 «Laboratory medicine – Requirements for the competence of calibration laboratories using reference measurement procedures», ISO 17511:2003 «In vitro diagnostic medical devices – Measurement of quantities in biological samples – Metrological traceability of values assigned to calibrators and control material», ISO 18153:2003 «In vitro diagnostic medical devices – Measurement of quantities in biological samples – Metrological traceability of values for catalytic concentration of enzymes assigned calibrators and control materials»).

В настоящей статье представлены результаты работ по созданию и развитию метрологического обеспечения физико-химических измерений в области пищевой промышленности, выполненных в Уральском научно-исследовательском институте метрологии (УНИИМ). Схема прослеживаемости результатов количественного химического анализа, включающая применение ПРМИ и РМИ, показана на рисунке.

Метрологическая прослеживаемость результатов измерений содержания воды. Прослеживаемость результатов измерений массовой доли воды в пищевых продуктах и продовольственном сырье обеспечивается применением СО и утверждённых типов СИ, прошедших поверку согласно государственной поверочной схеме во главе с Государственным первичным эталоном единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах ГЭТ 173-2017, хранителем которого является УНИИМ [3].

ГЭТ 173-2017 обеспечивает воспроизведение и передачу единицы массовой доли воды в диапазоне 0,001–100 %, массовой концентрации воды в диапазоне 0,05–900 кг/м³ и молярной концентрации воды в диапазоне от 2,0·10⁻³ до 55,5 моль/дм³ с наивысшей в стране точностью на уровне мировых аналогов. Положительные результаты международных сличений под эгидой Евро-Азиатского сотрудничества государственных метрологических учреждений (КООМЕТ) и Европейской ассоциации метрологических институтов (ЕВРАМЕТ) демонстрируют эквивалентность ГЭТ 173-2017 национальным эталонам других стран [4].

В состав ГЭТ 173-2017 входят эталонные установки, реализующие термогравиметрические (воздушно-тепловая сушка, вакуумно-тепловая сушка, сушка в токе инертного газа) и химические (кулонометрическое и волюметрическое титрования по методу Карла Фишера, высокотемпературная кулонометрия в тонкой плёнке пентоксида фосфора, термогравиметрия, дифференциально-сканирующая

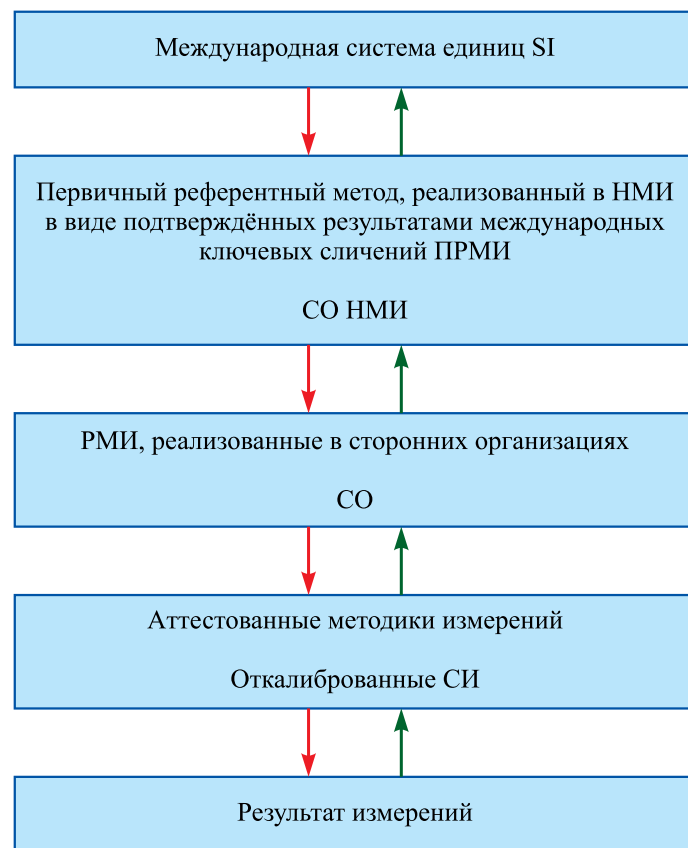


Схема прослеживаемости результатов количественного химического анализа, основанная на использовании первичных референтных ПРМИ и референтных РМИ методик измерений; НМИ – национальные метрологические институты; СО – стандартные образцы; СИ – средства измерений; ↓ – передача единицы; ↑ – прослеживаемость

The chain of metrological traceability of measurement results based on the application of primary reference PRMP and reference RMP measurement procedures; ↓ – transmitting a unit; ↑ – metrological traceability

калориметрия с масс-спектрометрическим детектированием), а также комплект оборудования для подготовки проб.

Для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений используются СО состава пищевых продуктов. Учитывая, что в Российской Федерации в подавляющем большинстве случаев стандартизованы методы воздушно-тепловой сушки пищевых продуктов и продовольственного сырья, поэтому в качестве метода аттестации (при установлении аттестованного значения СО) при измерениях с помощью ГЭТ 173-2017 выбирают режимы измерений, установленные в соответствующих стандартах. Кроме того, гравиметрия согласно классификации Консультативного комитета по количеству вещества (КККВ) Международного Бюро мер и весов (МБМВ) является первичным методом измерений.

Результат измерения массовой доли воды термогравиметрическим методом рассчитывается по потере массы

пробы анализируемого материала, выдержанной при определённых условиях. Изменение массы может быть обусловлено не только удалением воды, но и аддитивным выходом ряда летучих соединений и (или) окислением кислородом воздуха. Поэтому при разработке методик воспроизведения на ГЭТ 173-2017 проводят обязательную проверку извлекаемой из продукта при нагревании парогазовой смеси на отсутствие отличных от воды летучих компонентов с использованием эталонной установки на основе термогравиметрического анализа с масс-спектрометрическим детектированием [5].

Метрологическая прослеживаемость результатов измерений содержания белка. Прослеживаемость результатов измерений массовой доли азота (белка) в пищевых продуктах и продовольственном сырье обеспечивается применением стандартных образцов, аттестованных с использованием Государственного вторичного эталона единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах на основе объемного титриметрического метода анализа ГВЭТ 176-1-2010, который, в свою очередь, прослеживается к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019 [6]. ГВЭТ 176-1-2010 успешно подтвердил свои измерительные возможности путем участия в международных сличениях KOOMET 508/RU/10, CCQM-K130&P166, CCQM-P167 [7].

В состав ГВЭТ 176-1-2010 входит измерительный блок (автоматический титратор в комплекте с датчиками) и блок пробоподготовки. Для воспроизведения массовой доли азота используется метод Къельдаля, признанный в качестве арбитражного рядом международных организаций [8]. На основе классификации КККВ титриметрический метод считается относительно первичным, так как для количественных измерений необходимо иметь данные о концентрации титранта.

Метод Къельдаля основан на количественном переводе органического азота (полипептидные связи белков) при нагревании в концентрированной серной кислоте в присутствии катализаторов в аммонийную форму. Из сернокислого аммония концентрированной щелочью вытесняется аммиак, который с водяным паром отгоняется в приёмник с борной кислотой определенного объема. На заключительной стадии проводится кислотно-основное титрование раствором серной кислоты для измерения содержания азота с последующим пересчётом на содержание белка – высокомолекулярных природных полимеров, молекулы которых построены из остатков аминокислот. Методики воспроизведения массовой доли азота (белка) на ГВЭТ 176-1-2010 основаны на стандартизованных методиках.

Метрологическая прослеживаемость результатов измерений содержания жира. Основой жиров являются глицериновые эфиры преимущественно высокомолекулярных

жирных кислот. Жиры характеризуются нерастворимостью в воде и растворимостью в разнообразных органических растворителях, а также содержанием высокомолекулярных кислот алифатического и ациклического рядов. Помимо глицеридов в состав жиров входят церины, трегалозы и микрозиды, церолы и многие другие соединения. Вследствие взаимной растворимости жиров глицериды жирных кислот при извлечении из тканей путём прессования, вытапливания или экстракции органическими растворителями увлекают за собой, в зависимости от условий, большее или меньшее количество разнообразных веществ. Более того, различные продукты невозможно охарактеризовать однозначным сочетанием и пропорциями соединений, входящих в состав их жира. В связи с этим результаты измерений массовой доли жира могут значительно различаться между собой в зависимости от используемых методов и условий экстракции [9–11].

Для достижения сопоставимости результатов измерений массовой доли жира между испытательными лабораториями, анализирующими пищевые продукты, все методики измерений должны быть прослеживаемы к одной высокоточной методике, утверждённой в качестве ПРМИ для соответствующих продуктов (см. рисунок). В 2018–2019 гг. специалистами УНИИМ разработаны ПРМИ массовой доли жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье, а также массовой доли сырого жира (масличности) в семенах масличных культур и продуктах на их основе. Две указанные ПРМИ основаны на усовершенствованном методе экстракции – методе Рэндалла [12]. Суть метода заключается в количественной экстракции жиров из проб продукта с его последующим взвешиванием. Для проб молочных, мясных, сухих яичных продуктов и детского питания метод реализован с предварительной стадией гидролиза.

В ходе разработки ПРМИ за основу были взяты режимы измерений, установленные в стандартизованных методиках. Разработка ПРМИ включала оптимизацию и определение возможных пределов варьирования следующих параметров измерений: массы навески продукта; объема соляной кислоты; температуры и времени гидролиза; объема гексана; температуры и времени экстракции; времени промывки. Далее проводили документальное оформление и рассчитывали составляющие неопределённости с учётом возможных вкладов, обусловленные применяемым оборудованием и реактивами, используемыми уравнениями измерений и предположениями. Поскольку ПРМИ являются эмпирическими, то дополнительно учитывали составляющие неопределённости, связанные с установленными при оптимизации размахами (или допусками) параметров измерений [2].

Отсутствие смещения результатов измерений, получаемых по ПРМИ, подтверждали в национальных межлабораторных сличениях по определению массовой доли жира в сухом молоке, масличности семян масличных культур и в международных сличениях по определению массовой доли жира в сыре, проводимых MUVA Kempten GmbH (Германия).

Метрологическая прослеживаемость результатов измерений содержания золы. Золой называют остаток минеральных веществ в анализируемой пробе после сжигания всех органических веществ. Содержание золы определяют гравиметрическим методом путём нагрева тигля с навеской в муфельной печи при контролируемой температуре. Массовую долю золы рассчитывают по убыли массы. Окончание процесса озоления, как правило, контролируют визуально (зола однородная, цвет бело-серый, нет обугленных, несгоревших частиц) и гравиметрически (по достижению постоянной массы). Однако в этом случае результаты измерений содержания золы напрямую зависят от условий анализа (температура, продолжительность сжигания, масса навески), которые экспериментально подбирают для каждого продукта. С одной стороны, при недостаточно высокой температуре и малом времени озоления вещества могут сгорать не полностью. С другой стороны, значительное повышение температуры может привести к разложению веществ золного остатка, а увеличение времени – к неоправданному затягиванию и без того длительного процесса озоления [13, 14]. Ещё одной проблемой при определении содержания золы является неполнота информации о режимах измерений, приведённых в стандартизированных методиках.

Для обеспечения сопоставимости результатов измерений содержания золы в 2018 г. специалисты УНИИМ разработали ПРМИ массовой доли золы в пищевых продуктах и продовольственном сырье, распространяющуюся на следующую продукцию: зерно зерновых и зернобобовых культур; зернопродукты; комбикорма и кормовые компоненты; крахмал; сахар; продукты молочные, низколактозные, безлактозные, в том числе для детского питания. При создании ПРМИ за основы взяли режимы измерений, установленные в стандартизированных методиках. Методические параметры (температуру, продолжительность сжигания, массу навески) оптимизировали и выбирали возможные пределы варьирования с использованием эталонной установки на основе термобалтиметрического анализа с масс-спектрометрическим детектированием из состава ГЭТ 173-2017. На этой установке можно проанализировать полноту сжигания органических веществ в золных остатках, получаемых при различных режимах озоления [5].

Эквивалентность разработанной ПРМИ подтверждали в ходе международных сличений по определению массовой доли золы в сухом молоке, проводимых MIVA Kempten GmbH (Германия). Результаты разработки методики подробно рассмотрены в [15].

Метрологическая прослеживаемость результатов измерений содержания углеводов. К углеводам относят сахара и вещества, превращающиеся в них при гидролизе, – множество соединений от простых моно- и дисахаридов и до больших органических полимеров (полисахаров), например, крахмала. В различных продуктах питания углеводы могут быть выражены разными сахарами, например, в молочных продуктах преобладает содержание лактозы, в соковой продукции – фруктозы, в хлебобулочной – преимущественно

глюкозы, фруктозы, мальтозы. Кроме того, для всех продуктов проводят определение сахарозы, как искусственно добавленного сахара. Метод количественного определения углеводов выбирают в зависимости от принадлежности углеводов к одной из трёх основных групп: простейшим сахарам (моно-, ди- и трисахаридам); усвояемым полисахаридам (крахмалу, декстрину, гликогену); неусвояемым полисахаридам (пектинам, гемицеллюлозе) [16, 17].

Для обеспечения сопоставимости результатов измерений содержания углеводов специалисты УНИИМ в 2019 г. разработали ПРМИ массовой доли углеводов в пищевых продуктах и продовольственном сырье, распространяющуюся на следующую продукцию (в том числе для детского питания): молоко и молочные продукты; зерномолочную продукцию; низколактозные и безлактозные продукты.

В основу методики измерений положен метод йодометрического титрования, основанный на способности йода в щелочной среде окислять альдосахара в соответствующие уоновые кислоты. Массовую долю сахарозы находят по разности между количеством взятого и оставшегося йода, определяемого окислительно-восстановительным титрованием с тиосульфатом натрия до и после инверсии [18].

Методика измерений предназначена для измерений массовой доли углеводов в виде массовой доли редуцирующих сахаров в пересчёте на моногидрат лактозы, нередуцирующих сахаров в пересчёте на сахарозу; углеводов (общего сахара) в виде суммы массовых долей редуцирующих и нередуцирующих сахаров.

При создании ПРМИ основывались на режимах измерений, установленных в стандартизированных методиках. Разработка ПРМИ включала оптимизацию и определение возможных пределов варьирования следующих параметров: массы навески; объёмов сульфата меди, гидроксида натрия, соляной кислоты, фильтрата и избытка йода; температуры и времени гидролиза. С целью детализации состава углеводов на конкретные виды моносахаридов и дисахаридов использовали спектрофотометрический метод после ферментативного гидролиза, селективный по отношению к лактозе и галактозе. Кроме того, пробы молочных продуктов анализировали методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с рефрактометрическим детектором, позволяющим разделить и количественно оценить содержание сахарозы, лактозы, галактозы и глюкозы.

В ПРМИ прописан также расчётный метод определения массовой доли углеводов W_y «по разности» [19, 20]:

$$W_y = 100 - W_6 - W_{\text{ж}} - W_{\text{в}} - W_3,$$

где W_6 – массовая доля воды (влаги), определяемая на ГЭТ 173-2017; W_6 – массовая доля белка, определяемая на ГВЭТ 176-1-2010; $W_{\text{ж}}$ – массовая доля жира, определяемая в соответствии с ПРМИ массовой доли жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье; W_3 – массовая доля золы, определяемая в соответствии с ПРМИ массовой доли золы в пищевых продуктах и продовольственном сырье.

Метрологические характеристики различных СО состава пищевых продуктов и продовольственного сырья

Аттестуемая характеристика	D , %	$\pm\Delta$, %
Сухой молочный продукт (набор АСМ-2 СО УНИИМ) ГСО 11086-2018/ГСО 11091-2018		
Массовая доля влаги	2,00–10,00	0,08–0,12
Массовая доля азота	0,20–11,00	0,03
Массовая доля белка	1,20–70,00	0,20
Массовая доля жира	0,10–80,00	0,10–0,25
Каша зерномолочная сухая для детского питания (набор КСМ-1 СО УНИИМ) ГСО 11127-2018/ГСО 11130-2018		
Массовая доля влаги	2,00–10,00	0,08–0,12
Массовая доля азота	1,00–3,00	0,03
Массовая доля белка	6,25–20,00	0,20
Массовая доля жира	5,00–20,00	0,25
Каша зерновая сухая для детского питания (набор КС-1 СО УНИИМ) ГСО 11144-2018/ГСО 11147-2018		
Массовая доля влаги	2,00–10,00	0,08–0,12
Массовая доля азота	0,50–2,50	0,03
Массовая доля белка	3,00–16,00	0,20
Массовая доля жира	0,50–12,00	0,25
Яичный порошок (ЯП-1 СО УНИИМ) ГСО 11271-2019		
Массовая доля влаги	1,00–6,00	0,20
Массовая доля азота	5,60–8,80	0,05
Массовая доля белка	30,00–55,00	0,30
Массовая доля жира	35,00–60,00	0,70
Мясные продукты сублимационной сушки (набор МП-1 СО УНИИМ) ГСО 11274-2019/ГСО 11276-2019		
Массовая доля влаги	0,20–10,00	0,08–0,20
Массовая доля азота	3,20–15,20	0,24
Массовая доля белка	20,00–95,00	1,50
Массовая доля жира	5,00–40,00	0,70–1,00
Комбикорма (набор КК-1 СО УНИИМ) ГСО 11268-2019/ ГСО 11270-2019		
Массовая доля влаги	7,00–18,00	0,20
Массовая доля азота	1,60–4,80	0,05
Массовая доля сырого протеина	10,00–30,00	0,30
Массовая доля сырого жира	1,00–10,00	0,20
Массовая доля сырой золы	1,00–20,00	0,05–0,10
Молоко сухое (АСМ-3 СО УНИИМ) ГСО 11399-2019		
Массовая доля лактозы	30,0–55,0	5,0
Массовая доля углеводов	30,0–70,0	0,4

Эквивалентность разработанной ПРМИ подтверждена в ходе международных сличений по определению массовой доли моногидрата лактозы в молочной сыворотке, проводимых MUVA Kempten GmbH (Германия).

Стандартные образцы состава пищевых продуктов. ГЭТ 173-2017, ГВЭТ 176-1-2010 и разработанные ПРМИ были использованы для установления характеристик СО состава пищевых продуктов и продовольственного сырья. Метрологические характеристики СО представлены в таблице, где D – диапазон аттестованных значений СО; $\pm\Delta$ – границы абсолютной погрешности аттестованного значения СО при доверительной вероятности $P=0,95$. Значения массовых долей азота (белка, сырого протеина), жира, золы, лактозы, углеводов указаны в пересчёте на абсолютно сухое вещество.

Срок годности СО составляет шесть месяцев, кроме ГСО 11399-2019, срок годности которого 12 месяцев. СО предназначены для калибровки, градуировки СИ массовых долей азота (белка, сырого протеина), влаги, жира, сырой золы, лактозы и углеводов в пищевых продуктах, в том числе для детского питания, а также для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовых долей азота (белка, сырого протеина), влаги, жира, сырой золы, лактозы и углеводов в пищевых продуктах, в том числе для детского питания. СО можно применять для поверки СИ состава пищевых продуктов, в том числе для детского питания, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля, для контроля метрологических характеристик СИ при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

Заключение. В УНИИМ завершена разработка комплекса для метрологического обеспечения измерений показателей пищевой ценности продуктов питания, включающего: ГЭТ 173-2017; ГВЭТ 176-1-2010; ПРМИ массовой доли жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье; ПРМИ массовой доли сырого жира (масличности) в семенах масличных культур и продуктах на их основе; ПРМИ массовой доли золы в пищевых продуктах и продовольственном сырье; ПРМИ массовой доли углеводов в пищевых продуктах и продовольственном сырье; СО состава пищевых продуктов и продовольственного сырья.

С одной стороны, разработанный комплекс должен обеспечивать единство измерений показателей пищевой ценности на территории Российской Федерации вследствие применения для контроля результатов измерений СО, прослеживаемых к государственным эталонам и ПРМИ. С другой стороны, в виду того, что государственные эталоны и ПРМИ проходят обязательные сличения с аналогичными эталонами и ПРМИ других стран, прослеживаемые к ним результаты измерений по рутинным методикам также будут согласовываться с результатами, получаемыми иностранными испытательными лабораториями.

Список литературы

1. Кодекс Алиментариус. Маркировка пищевых продуктов. Полные тексты: Пер. с англ., ФАО, ВОЗ. М.: Весь Мир, 2006.
2. Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК. Количественное описание неопределённости в аналитических измерениях. 3-е издание. URL: https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/QUAM2012_P1_RU.pdf (дата обращения: 15.01.2020).
3. Медведевских М. Ю., Сергеева А. С., Крашенинина М. П., Шохина О. С. Создание эталонов сравнения для реализации Государственной поверочной схемы средств измерений содержания воды // Измерительная техника. 2019. № 6. С. 70–80. DOI: 10.32446/0368-1025it.2019-6-3-10
4. Heinonen M., Bell S., Choi B. Il, et al, *International Journal Thermophysics*, 2018, vol. 39, no. 1, 20. DOI: 10.1007/s10765-017-2340-5

5. Медведевских М. Ю., Крашенинина М. П., Сергеева А. С., Шохина О. С. Эталонная установка на основе термogravиметрического анализа с масс-спектрометрическим детектированием в составе государственного первичного эталона ГЭТ 173 // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2018. № 6. С. 63–69. DOI: 10.26896/1028-6861-2018-84-6-63-68
6. Крашенинина М. П., Медведевских М. Ю., Медведевских С. В., Неудачина Л. К., Собина Е. П. Оценка метрологических характеристик стандартного образца состава молока сухого с использованием первичного и вторичного государственных эталонов // Измерительная техника. 2013. № 9. С. 67–71.
7. Medvedevskikh M., Krasheninina M., Rego E. C. P. D., Wollinger W., Monteiro T. M., Carvalho L. J. D., Garcia S. A. A., Haraldsson C., Rodriguez M. A., Rodriguez G., Salvo K., Vladimir G., Kulyk S., Samuel L., *Metrologia*, 2017, vol. 54, no. 1A, p. 08004. DOI: 10.1088/0026-1394/54/1A/08004
8. Moore J. C., DeVries J. W., Lipp M., Griffiths J. C., Abernethy D. R., *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 2010, vol. 9, no. 4, pp. 330–351. DOI: 10.1111/j.1541-4337.2010.00114.x
9. Rajah K. K., *Fats in food technology*, Wiley-Blackwell, Chichester, UK, 2014.
10. Christie W. C., Han X., *Lipid Analysis (Fourth edition). Isolation, Separation, Identification and Lipidomic Analysis*, Woodhead Publishing Limited, Cambridge, UK, 2012.
11. Gantner V., Mijić P., Baban M., Škrtić Z., Turalija A., *Mljekarstvo*, 2015, vol. 65 (4), pp. 223–231. DOI: 10.15567/mljekarstvo.2015.0401
12. Randall E. L., *Journal of AOAC INTERNATIONAL*, 1974, vol. 57, pp. 1165–1168.
13. Бок Р. Методы разложения в аналитической химии: Пер. с англ. М.: Химия, 1984.
14. Nielsen S. S., *Food Analysis*, 5th ed., Springer, New York, 2017, 649 p.
15. Медведевских М. Ю., Крашенинина М. П., Сергеева А. С., Шохина О. С. Государственная первичная референтная методика измерений массовой доли золы в пищевых продуктах и продовольственном сырье // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2019. Т. 85. № 6. С. 70–80. DOI: 10.26896/1028-6861-2019-85-6-70-80
16. Лакиза Н. В., Неудачина Л. К. Анализ химических продуктов. Екатеринбург: Изд-во Уральского университета, 2015.
17. Несмеянов А. Н., Несмеянов Н. А. Начала органической химии (II). М.: Химия, 1970.
18. Остроумова Т. А. Химия и физика молока. Кемерово: Изд-во Кемеровского технологического института пищевой промышленности, 2004.
19. Химический состав и энергетическая ценность пищевых продуктов: справочник МакКанса и Уиддоусона; Пер. с англ. под общ. ред. доктора мед. наук А. К. Батурина. СПб.: Профессия, 2006.
20. Кодекс Алиментариус. Молоко и молочные продукты: Пер. с англ. М.: Весь Мир, 2007.
1. Codex Alimentarius: food labelling complete texts, Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO), Rome, 2005.
2. Eurachem/CITAC guide: Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, eds. S. L. R. Ellison and A. Williams, 3rd edition, 2012.
3. Medvedevskikh M. Y., Sergeeva A. S., Krasheninina M. P., et al., *Measurement Techniques*, 2019, vol. 62, pp. 475–483. DOI: 10.1007/s11018-019-01649-3
4. Heinonen M., Bell S., Choi B. II, et al. *International Journal Thermophysics*, 2018, vol. 39, no. 1, 20 DOI: 10.1007/s10765-017-2340-5
5. Medvedevskikh M. Yu., Krasheninina M. P., Sergeyeva A. S., and Shokhina O. S., *Industrial Laboratory. Diagnostics of Materials*, 2018, no. 6, pp. 63–70. DOI: 10.26896/1028-6861-2018-84-6-63-68
6. Krasheninina M. P., Medvedevskikh M. Y., Medvedevskikh S. V., et al., *Measurement Techniques*, 2013, vol. 56, no. 9, pp. 1076–1082. DOI: 10.1007/s11018-013-0333-8
7. Medvedevskikh M., Krasheninina M., Rego E. C. P. D., Wollinger W., Monteiro T. M., Carvalho L. J. D., Garcia S. A. A., Haraldsson C., Rodriguez M. A., Rodriguez G., Salvo K., Vladimir G., Kulyk S., Samuel L., *Metrologia*, 2017, vol. 54, no. 1A, p. 08004. DOI: 10.1088/0026-1394/54/1A/08004
8. Moore J. C., DeVries J. W., Lipp M., Griffiths J. C., Abernethy D. R., *Comprehensive reviews in Food Science and Food Safety*, 2010, vol. 9, no. 4, pp. 330–351. DOI: 10.1111/j.1541-4337.2010.00114.x
9. Rajah K. K., *Fats in food technology*, Wiley-Blackwell, Chichester, UK, 2014.
10. Christie W. C., Han X., *Lipid Analysis (Fourth edition). Isolation, Separation, Identification and Lipidomic Analysis*, Woodhead Publishing Limited, Cambridge, UK, 2012.
11. Gantner V., Mijić P., Baban M., Škrtić Z., Turalija A., *Mljekarstvo*, 2015, vol. 65 (4), pp. 223–231. DOI: 10.15567/mljekarstvo.2015.0401
12. Randall E. L., *Journal of AOAC INTERNATIONAL*, 1974, vol. 57, pp. 1165–1168.
13. Bock R., *A handbook of decomposition methods in analytical chemistry*, John Wiley & Sons Inc, New York, 1979.
14. Nielsen S. S., *Food Analysis*, 5th ed., Springer, New York, 2017, 649 p.
15. Medvedevskikh M. Y., Sergeeva A. S., Krasheninina M. P., Shokhina O. S., *Industrial laboratory. Diagnostics of materials*, 2019, vol. 85(6), pp. 70–80. DOI: 10.26896/1028-6861-2019-85-6-70-80
16. Lakiza N. V., Neudachina L. K., *Analiz khimicheskikh produktov*, Ekaterinburg, Ural'skii universitet Publ., 2015 (in Russian).
17. Nesmeyanov A. N., Nesmeyanov N. A., *Nachala organicheskoi khimii (II)*, Moscow, Khimiya Publ., 1970 (in Russian).
18. Ostroumova T. A., *Khimiya i fizika moloka*, Kemerovskii tekhnologicheskii institut pishchevoi promyshlennosti Publ., 2004 (in Russian).

19. Finglas P. M., Roe M. A., Pinchen H. M., Berry R., Church S. M., Dodhia S. K., Farron-Wilson M. & Swan G. McCance and Widdowson's, *The Composition of Foods*, Seventh summary edition, Cambridge, Royal Society of Chemistry, 2015.

20. Codex Alimentarius. Milk and milk products, Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO), Rome, 2011.

Дата поступления: 23.01.2020.

Дата принятия: 12.02.2020.

Problems of ensuring metrological traceability of measurement results of indicators of quality for food products and food raw materials

Mariya Y. Medvedevskikh, Anna S. Sergeeva

UNIIM – Affiliated branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, Ekaterinburg, Russia,
e-mail: lab241@uniim.ru, sergeevaas@uniim.ru

The article raises the problem of ensuring metrological traceability of the measurement results of indicators of quality and nutritional value for food products and food raw materials: water (moisture), nitrogen (protein, crude protein), fat, ash and carbohydrates. The problem under consideration can be solved by applying reference materials of food composition, traceable to state primary measurement standards GET 173-2017 and GET 176-2019 and primary reference measurement procedures (PRMP), for attestation of measurement procedures and accuracy checking of measurement results. The article discusses the results of the PRMP development of mass fraction of fat, ash and carbohydrates in food products and food raw materials, as well as mass fraction of crude fat (oil content) in oil crops seeds and products based on them. The paper also presents metrological characteristics of reference materials of composition of dry dairy products, grain-milk dry porridges for nutrition of babies, grain dry porridges for nutrition of babies, egg powder, freeze-dried meat products, animal feed. The results of the work allow for building a chain of metrological traceability from GET 173-2017, GET 176-2019 and PRMP to routine measurement procedures, thereby ensuring the uniformity of measurements of nutritional value of food products.

Key words: measurement standards, primary reference measurement procedure, reference materials, metrological traceability, food products, food raw materials, nutritional value.