

Разработка и применение порошкообразных стандартных образцов массовой доли общей ртути в пищевой продукции

Зырянова И. Н.¹, Владимирова Е. В.², Рыжов В. В.²

¹ Уральский научно-исследовательский институт – филиал ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им Д.И.Менделеева, г. Екатеринбург, Россия, e-mail: metron@uniim.ru

² ООО «Научно-производственное объединение «Метрология», г. Казань, Россия, e-mail: npometrologia@mail.ru

Аннотация: Создан и аттестован матричный стандартный образец массовой доли общей ртути в пищевых продуктах. Проведены все необходимые для создания стандартного образца процедуры: создание материала СО, аттестация методики измерений, оценка метрологических характеристик стандартного образца.

Ключевые слова: стандартный образец, ртуть, пищевая продукция, атомно-абсорбционная спектрометрия

Стандартные образцы являются общепризнанным и зачастую единственным средством обеспечения метрологической прослеживаемости результатов измерений в области физико-химических измерений. Для контроля правильности результатов измерений желательное использование матричных стандартных образцов, в которых основа максимально приближена к природным объектам. Природные матрицы пищевых продуктов, загрязненные токсичными соединениями (на уровне или превышающем уровень ПДК, регламентированных нормативными документами), найти проблематично. Чаще всего при создании «матричных» стандартных образцов используют метод добавок токсичного соединения в природный объект (например, добавка раствора ионов свинца в коровье молоко). Данный способ вполне приемлем, но имеет существенные минусы. Добавка компонента в объект в некоторых случаях может не в полной мере отражать правильность пробоподготовки и проведения измерений по сравнению с природной матрицей, когда загрязняющее вещество естественными природными процессами внедрено в основу. В настоящей работе показаны искусственные возможности создания загрязненных матричных объектов в природных условиях.

В полевых условиях на почвах, загрязненных ртутными соединениями, выращены виды сельскохозяйственной продукции (плодовоовощные и зерновые культуры) с содержанием ртути многократно превышающим ПДК, значения которых указаны в [1]. Аналогично на почвах, незагрязненных ртутными соединениями, выращены виды «чистой» сельскохозяйственной продукции. После снятия урожая продукция высушена до воздушно-сухого состояния с последующим измельчением до порошкообразного состояния. Далее приготовлен материал стандартного образца (СО): загрязненная ртутью и «чистая» сельскохозяйственная продукция одного вида смешаны в определенной пропорции для получения аттестованного значения массовой доли общей ртути в смеси в диапазоне аттестованных значений (от 0,5 до 2,0) ПДК (для воздушно-сухого состояния порошкообразной пробы). Технология приготовления СО массовой доли общей ртути в порошках фруктов, овощей и зерновых культурах описана в работе [2].

Ряд пищевых продуктов не выращивается в полевых условиях, например, мясо и мясопродукты, молоко и молочные продукты, мукомольно-крупяные и хлебобулочные изделия, рыба и нерыбные продукты промысла и продукция, вырабатываемая из них. Продукты приобретены в торговой сети, высушены до воздушно-сухого состояния и измельчены до порошкообразного состояния. Материал СО получен смешением в определенной пропорции с СО массовой доли общей ртути в порошках фруктов и овощей (СО Hg-ПОП) ГСО 11464-2019 или СО массовой доли общей ртути в порошках зерновых культур с учетом влажности индивидуальных видов пищевой продукции. Технология приготовления

материала СО массовой доли общей ртути в порошках указанных пищевых продуктов описана в работе [3].

Оценка стабильности и срока годности экземпляра СО проведена в соответствии с требованиями [4]. Исследования показали, что материал, подготовленный данным способом [2,3], стабилен в течение срока годности экземпляра СО, составляющего 2 года.

Оценка однородности СО проведена в соответствии с требованиями [5]. Значения погрешности от неоднородности включены в расчет погрешности аттестованного значения СО.

Оценка метрологических характеристик СО массовой доли общей ртути проведена по аттестованной методике измерений ФР.1.31.2019.35357 [7] в соответствии с [6].

Определение массовой доли общей ртути в пробах пищевой продукции осуществляли методом атомно-абсорбционной спектроскопии в модификации «метод холодного пара». В качестве средства измерений использовали анализатор ртути «Юлия-5К». Для анализа порошкообразных проб пищевой продукции использовали приставку «Термо» к анализатору ртути «Юлия-5К» с кюветой, содержащей золотосодержащий сорбент. Используя уникальную способность ртути образовывать твердые сплавы (амальгаму) с золотом, удалось выделить пары ртути из потока продуктов сгорания пробы при её термической деструкции и провести их анализ; а продукты сгорания пробы (без паров ртути) направить в окружающую среду, минуя аналитическую ячейку анализатора ртути. Таким образом устранено влияние матрицы пробы пищевой продукции на результаты измерений [8].

На данный момент в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений в разделе «Утвержденные типы стандартных образцов» зарегистрирован СО массовой доли общей ртути в порошках фруктов и овощей (СО Hg-ПОП) ГСО 11464-2019.

В течение десяти последних лет ООО «НПО «Метрология» создано более 600 стандартных образцов предприятия (СОП), которые могут быть основой для разработки стандартных образцов утвержденного типа [8].

Одним из применений созданных СО является контроль точности результатов измерений при атомно-абсорбционных измерениях массовой доли общей ртути в пищевых продуктах, проводимых на анализаторах ртути типа «Юлия-5К».

ЛИТЕРАТУРА

1. ТР ТС 021/2011 О безопасности пищевой продукции. Утвержден Решением Комиссии Таможенного союза от 9 декабря 2011 года № 880 // Информационно правовой портал Грант.ру : официальный сайт. URL: <https://docs.cntd.ru/document/902320560>
2. Способ изготовления стандартного образца массовой доли тяжелых металлов в сельскохозяйственной продукции: пат. 2731696 РФ; заявл. 18.03.2020; опубл.09.08.2020.
3. Способ изготовления стандартного образца массовой доли тяжелых металлов в пищевых продуктах: пат. 2753971 РФ; заявл. 18.03.2020; опубл.09.08.2020.
4. Р 50.2.031-2003 Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Методика оценивания характеристики стабильности. М.: ИПК Издательство стандартов. 2003. 12 с.
5. ГОСТ 8.531-2002 Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности. М.: ИПК Издательство стандартов. 2002. 12 с.
6. РМГ 93-2015 Государственная система обеспечения единства измерений. Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов. М.: Стандартинформ, 2014. 34 с.
7. ФР.1.31.2019.35357 Методика измерений массовой доли общей ртути в почвах, пищевых продуктах и продовольственном сырье атомно-абсорбционным методом // // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/16/items/852052>
8. Способ определения массовой доли общей ртути в пищевой продукции с использованием единого для группы однородной пищевой продукции стандартного образца: пат. 2773309 РФ; заявл. 18.06.2021; опубл. 06.01.2022. РМГ 57-2013 Образцы для контроля точности результатов испытаний пищевой продукции. Общие положения. М.: ИПК Издательство стандартов. 2004. 8 с.