

АНАЛИЗ СОСТОЯНИЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО УРОВНЯ МЕТОДИК, ПРИМЕНЯЕМЫХ ДЛЯ СЕРТИФИКАЦИОННЫХ ИСПЫТАНИЙ ПОКАЗАТЕЛЕЙ БЕЗОПАСНОСТИ И КАЧЕСТВА ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ И ПРОДОВОЛЬСТВЕННОГО СЫРЬЯ

В.И. Панева, Л.К. Удинцева, Е.М. Зенькова, И.Е. Глазкова
Уральский НИИ метрологии, 620219, Екатеринбург, Красноармейская, 4

В статье дана оценка состояния метрологического уровня методик, применяемых для сертификационных испытаний пищевых продуктов и продовольственного сырья. Описаны недостатки применяемых методик выполнения измерений и предложен ряд мероприятий, направленных на совершенствование нормативной базы сертификационных испытаний пищевых продуктов и продовольственного сырья.

Панева Вера Ивановна – заведующая Отделом сертификации и аккредитации лабораторий, заведующая лабораторией метрологического обеспечения аналитического контроля Уральского НИИ метрологии, кандидат технических наук, старший научный сотрудник; заслуженный метролог России.

Область научных интересов: разработка научных и организационных основ метрологического обеспечения аналитического контроля и сертификационных испытаний веществ и материалов.

Автор 200 печатных работ.

Удинцева Людмила Клементьевна - ведущий инженер Уральского НИИ метрологии.

Область научных интересов: аккредитация аналитических лабораторий, методы испытаний продовольственного сырья и пищевой продукции по показателям безопасности.

Автор 13 печатных работ.

Зенькова Елена Михайловна - инженер Уральского НИИ метрологии.

Область научных интересов: аккредитация аналитических лабораторий, методы испытаний продовольственного сырья и пищевой продукции по показателям безопасности.

Автор 6 печатных работ.

Глазкова Елена Игоревна - инженер Уральского НИИ метрологии.

Область научных интересов: аккредитация аналитических лабораторий, методы испытаний продовольственного сырья и пищевой продукции по показателям безопасности.

Автор 2 печатных работ.

Пищевые продукты и продовольственное сырье (ПП и ПС) являются объектами сертификации в законодательно регулируемой сфере, т.е. объектами обязательной сертификации. Классифицируемые на 13 групп однородной продукции, ПП и ПС сертифицируются в рамках Системы ГОСТР.

Правилами проведения сертификации [1] установлена номенклатура объектов ПП и ПС, показателей, подлежащих подтверждению при сертификации, методов, используемых для проведения идентификации продукции и подтверждения соответствия ее показателей требованиям, установленным в нормативных документах, и учетных санитарными нормами и правилами [2] (табл. 1).

Методы испытаний ПП и ПС регламентированы документами различного уровня: государственными стандартами и методическими указаниями, методическими рекомендациями, временными методическими указаниями, инструкциями, утвержденными бывшим Минздравом СССР, Минздравом РФ, зам. Главного государственного санитарного врача СССР (РФ), другими федеральными органами исполнительной власти.

Гарантировать показатели безопасности и качества возможно при наличии достоверной информации о значениях физических величин, характеризующих показатели состава и свойств ПП и ПС. Достоверность определения показателей органолептических свойств и других показате-

Таблица 1

Номенклатура объектов ПП и ПС, подлежащих обязательной сертификации, и методы оценки их соответствия установленным требованиям

Объект сертификации	Показатели, подлежащие подтверждению при сертификации	Методы оценки соответствия объектов сертификации установленным требованиям
Продукты переработки растительных масел; Мясо, мясная продукция, мясо птицы, яйца и продукты их переработки; Рыбная продукция; Молоко и молочные продукты; Продукты переработки, плодов и овощей; Пищевые концентраты (кроме чая и кофе); Продукты сахарной промышленности; Напитки безалкогольные; Сахаристые кондитерские изделия; Продукты детского питания.	Показатели безопасности санитарно-эпидемиологической	Методы санитарно-микробиологического контроля (микробиологический анализ)
Все группы и виды ПП и ПС	Показатели безопасности химического состава и качества	Методы количественного химического анализа (охват более 80 % показателей)
Консервы плодовые и ягодные, соки сиропы и напитки ягодные и плодовые; Молоко и сливки сырые; Продукты детского питания	Показатели органолептических свойств	Методы качественного химического анализа и органолептический экспертный контроль
Зерно и продукты его переработки; Растительные масла и продукты их переработки; Мясо, мясные продукты, мясо птицы, яйца и продукты их переработки; Рыбная продукция; Молоко и молочные продукты; Чай; Продукты сахарной промышленности; Кондитерские изделия; Крахмал и пищевкусные продукты; Фрукты, овощи свежие и продукты их переработки; Продукты детского питания	Показатели радиационной безопасности	Методы определения удельной активности радионуклидов стронция-90 и цезия-137 (радиационный контроль)
Все виды и группы ПП и ПС	Показатели, подлежащие подтверждению при идентификации ПП и ПС на соответствие требованиям НД на конкретный вид продукции	Методы качественного химического анализа, органолептический экспертный контроль

лей, подлежащих подтверждению при идентификации ПП и ПС методами качественного анализа, как правило, обеспечивается квалификацией эксперта, строгим соблюдением процедуры анализа, наличием поверенных средств измерений и аттестованного испытательного оборудования (табл. 2).

Достоверность методов количественного химического анализа (КХА), радиационного контроля, санитарно-микробиологического контроля в значительной степени определяется уровнем метрологического обеспечения НД, регламенти-

рующих эти методы.

С целью оценки метрологического уровня методик испытаний анализу были подвергнуты НД на методы испытаний, допущенные к применению [1]: 164 НД, в которых регламентированы 244 методики КХА и радиационного контроля (I группа) и 51 НД, в которых регламентированы методики микробиологического анализа (II группа). В соответствии с п. 2.8 [1] органы по сертификации должны использовать результаты испытаний, полученные по аттестованным методикам. В соответствии с требованиями [3] аттестован-

Таблица 2

Перечень показателей органолептических свойств и показателей, подлежащих подтверждению методами качественного анализа (в соответствии с ПР 50.3.004-96)

Наименование показателей	Наименование групп однородной продукции	НД (шифр) на методы испытаний	Факторы обеспечения качества испытаний	Примечание
1	2	3	4	5
Цвет; прозрачность; запах	Растительные масла	ГОСТ 5472-50	Квалификация эксперта	
Цвет; запах; вкус; консистенция	Продукты переработки растительных масел (маргарин, жиры для кулинарии, кондитерской и хлебопекарной промышленности), майонез	ГОСТ 976-81 ГОСТ 30004.2-93	Квалификация эксперта	
Внешний вид	Майонез	ГОСТ 30004.2-93	Квалификация эксперта	
Внешний вид; цвет; запах; консистенция	Мясо, мясная продукция, мясо птицы, яйца и продукты их переработки, консервы овощные, консервы плодовые и ягодные, соки, сиропы и напитки ягодные и плодовые	ГОСТ 4288-76 ГОСТ 7269-79 ГОСТ 7702.0-74 ГОСТ 8756.1-79 ГОСТ 9959-91 ГОСТ 20235.0-74 ГОСТ 27583-88	Квалификация эксперта	
Вкус	Мясная продукция, мясные, рыбные и молочные консервы, кулинарные изделия и полуфабрикаты из рубленого мяса, детское питание, консервы овощные, плодово-ягодные и ягодные, соки, сиропы, напитки плодовые и ягодные	ГОСТ 4288-76 ГОСТ 8756.1-79 ГОСТ 9959-91 ГОСТ 29245-91	Квалификация эксперта	
Состояние мышц на разрезе; прозрачность и аромат бульона	Мясо и мясо птицы	ГОСТ 7269-79 ГОСТ 7702.0-74 ГОСТ 20235.0-74	Квалификация эксперта	
Внешний вид; цвет; консистенция; запах; вкус; повреждения сельхозвредителями	Овощи, картофель, фрукты сушеные, цикорий	ГОСТ 1750-86 ГОСТ 13340.1-77	Квалификация эксперта	
Внешний вид; аромат и вкус; настой; цвет разваренного листа	Чай	ГОСТ 1936-85	Квалификация эксперта	
Внешний вид, цвет, аромат, вкус	Кофе натуральный жареный и растворимый; пряности	ГОСТ 6805-97 ГОСТ 28875-90 ГОСТ 29148-97	Квалификация эксперта	
Внешний вид, форма, размер, пористость, промес, вкус, запах	Хлеб и хлебобулочные изделия	ГОСТ 5667-65 ГОСТ 5669-96	Квалификация эксперта	Подлежат определению при необходимости идентификации
Вкус, цвет, запах, внешний вид	Молоко и молочные продукты	ГОСТ 28283-89 ГОСТ 29245-91	Квалификация эксперта	- " -
Внешний вид, цвет, запах, вкус, аромат	Напитки, вина, коньяки, спирт, этиловый и ликеро-водочная продукция	ГОСТ 5363-93 ГОСТ 5963-67 ГОСТ 6687.5-86 ГОСТ 13741-91 ГОСТ 12494-97 ГОСТ 4828-83	Квалификация эксперта, поверенные средства измерений, наличие цветных эталонов	- " -
Внешний вид, цвет, вкус, запах	Кондитерские изделия	ГОСТ 5897-90	Квалификация эксперта	- " -

продолжение табл. 2

1	2	3	4	5
Соматические клетки	Молоко и сливки сырые	ГОСТ 23453-90	Строгое соблюдение процедуры анализа, качество используемых реактивов; поверенные средства измерений и аттестованное испытательное оборудование	
Оксиметилфурфурол	Мед	ГОСТ 19792-87	- " -	
Зерна с признаками фузариоза. Розовоокрашенные зерна (для ржи)	Зерновые, зернобобовые и масличные культуры	Временные методические рекомендации по визуальному определению фузариозного зерна ячменя и ржи, утв. Минхлебопродукции от 2.06.92г.	- " -	
Посторонние включения, хруст от минеральной примеси, признаки болезней и плесени	Хлеб и хлебобулочные изделия; мука	ГОСТ 5667-65 ГОСТ 27558-87	Квалификация эксперта	
Зараженность и загрязненность вредителями, в том числе хлебных запасов	Зерновые, зернобобовые, масличные культуры; мука; крупа; пищевые концентраты	ГОСТ 15113.2-77 ГОСТ 26312.3-84 ГОСТ 27559-87 ГОСТ 13586.4-83	Квалификация эксперта, поверенные средства измерений и аттестованное испытательное оборудование	

ные методики должны содержать: значения характеристик погрешности измерений или ее составляющих (способы их представления даны в табл.3), алгоритмы и нормативы оперативного контроля качества результатов измерений (схо-

димости, воспроизводимости, точности), взаимозависимые с характеристиками погрешности (ее составляющих) для заданного плана контроля (рекомендуемые алгоритмы и соответствующие им нормативы контроля рассмотрены в [4]).

Таблица 3

Номенклатура характеристик показателей качества (точности, правильности, воспроизводимости, сходимости) результатов измерений

Характеристики погрешности и ее составляющих	Формы представления
1	2
Характеристики погрешности (показатели точности):	
1. Границы интервала $[\Delta_1, \Delta_2]$, в которых погрешность измерений находится с заданной вероятностью P - интервальная оценка	$[\Delta_1, \Delta_2], P$ ($\pm \Delta, P$ - в случае, когда характеристика погрешности измерений задана симметричным относительно нуля интервалом, $\Delta = \Delta_1 = \Delta_2$)
2. Среднее квадратическое отклонение (СКО) погрешности измерений - точечная оценка	$\sigma(\Delta)$
Характеристики систематической составляющей погрешности (показатели правильности):	
1. Границы интервала $[\Delta_{с1}, \Delta_{с2}]$, в которых неисключенная систематическая составляющая погрешности измерений находится с заданной вероятностью P - интервальная оценка	$[\Delta_{с1}, \Delta_{с2}], P$ ($\pm \Delta_c, P$ - в случае, когда характеристика систематической составляющей погрешности измерений задана симметричным относительно нуля интервалом, $\Delta_c = \Delta_{с1} = \Delta_{с2}$)

1	2
2. СКО неисключенной систематической составляющей погрешности измерений - точечная оценка	$\sigma(\Delta_c)$
Характеристика случайной составляющей погрешности (показатель воспроизводимости): СКО случайной составляющей погрешности измерений - точечная оценка	$\sigma(\Delta)$
Характеристика части случайной составляющей погрешности (показатель сходимости): СКО части случайной составляющей погрешности измерений - точечная оценка	$\sigma_{\alpha}(\Delta)$
* Связь точечной $\sigma(\Delta)$ и интервальной Δ оценок может быть представлена выражением $\Delta = \pm Z \cdot \sigma(\Delta)$, где Z - квантиль распределения, зависящий от его вида	

При анализе методик I группы подлежали рассмотрению: объект испытаний, нормируемый показатель, метод испытаний, наличие регламентированных характеристик погрешности в абсолютной $[\Delta]$ или относительной $[\delta]$ форме выражения, наличие случайной $[\sigma(\Delta)/\sigma(\delta)]$, систематической $[\Delta_c/\delta_c]$ составляющих погрешности, нормативов контроля сходимости - d, воспроизводимости - D, точности результатов испытаний (измерений) - K. По результатам анализа выявлено:

1) для 18 % методик регламентируется характеристика погрешности результатов испытаний:

2) для 16 % методик регламентируется случайная составляющая погрешности результатов испытаний:

3) для 57 % методик установлен норматив контроля сходимости:

4) для 24 % методик установлен норматив контроля воспроизводимости:

5) практически во всех НД отсутствует норматив контроля точности (погрешности) результатов испытаний.

Сводный перечень результатов метрологической оценки НД данной группы приведен в табл. 4.

Таблица 4

Сводная таблица состояния метрологического уровня методик испытаний пищевых продуктов и продовольственного сырья, основанных на измерениях.

Виды нормативных документов	НД, регламентирующие методы испытаний				Количество методик, регламентирующих:					Примечание
	число НД	% от общего числа НД	число методик испытаний	% от общего числа методик	характеристики погрешности ¹ , %		нормативы контроля ² , %			
					$[\Delta]$ $[\delta]$	$\sigma(\Delta)$ $[\sigma(\delta)]$	d	D	K	
1. Государственные стандарты	93	57.0	159	65.1	20.1	6.9	85.5	34.0	0.6	включая стандарты, прошедшие через ТК 335 и утвержденные Госстандартом России до 01.07.
2. НД Минздрава СССР (Методические указания; методические рекомендации; СанПиН)	64	39.0	78	32.1	2.6	15	5.1	5.1	-	
3. Технологические инструкции, утвержд. Минпищепромом СССР, НПО ПБВП ³	3	1.7	3	1.2	-	-	-	-	-	
4. Правила ветеринарно-санитарной экспертизы, утв. Главветуправлением Госагропрома СССР	1	0.6	1	0.4	-	-	-	-	-	
5. Методики, утв. Министерством рыбного хозяйства	2	1.1	2	0.8	-	-	-	-	-	
6. Методики, утв. Институтом питания РАМН	1	0.6	1	0.4	-	-	-	-	-	
Всего:	164	100	244	100	18.4	16.0	57.4	23.8	0.4	

*) - $\Delta\{\delta\}$ - характеристика абсолютной [относительной] погрешности результатов испытаний;
 $\sigma(\Delta)\{\sigma(\delta)\}$ - характеристика абсолютной [относительной] случайной составляющей погрешности;
 d - норматив оперативного контроля сходимости;
 D - норматив оперативного контроля воспроизводимости; K - норматив контроля погрешности;

***) - Научно-производственное объединение "Пивоваренная, безалкогольная, винодельческая промышленность"

Следует отметить, что процент НД на мето-

ды испытаний, регламентирующих нормативы контроля сходимости и воспроизводимости, обусловлен в основном методиками, прошедшими за последние три года через ТК 335 "Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность".

При оценке НД на методы микробиологического анализа были приняты во внимание факторы, определяющие качество проведения микробиологических исследований. Основные элементы обеспечения качества микробиологического анализа отражены на рисунке.



Анализ НД на методы микробиологических испытаний показал:

1) НД на методы количественного определения микробиологических показателей (антибиотики) не соответствуют требованиям [3];

2) в единичных НД на методы количественного определения микробиологических показателей регламентируется характеристика случайной составляющей погрешности результатов испытаний (воспроизводимость);

3) практически во всех НД отсутствует регламентация процедур контроля качества питательных сред или ссылка на документ, регламентирующий эти процедуры;

4) НД не содержат описания процедур контроля стерильности лабораторной посуды или про-

цедуры ее стерилизации;

5) в НД отсутствуют указания на необходимость применения музейных штаммов для обеспечения достоверности получаемых результатов.

Все методики I и II группы не содержат характеристик погрешности процедуры пробоотбора, что в свою очередь не позволяет объективно оценивать значения показателей безопасности и качества в целом в сертифицируемых партиях ПП и ПС.

Существенными недостатками практически всех методик определения показателей безопасности методами количественного химического анализа являются: назначение области применения методик без указания диапазонов мешающих компонентов, отсутствие регламентации

нижней границы предела обнаружения метода и полноты извлечения определяемого компонента, что особенно важно для таких показателей, как пестициды, микотоксины, токсичные элементы во избежание занижения реального содержания показателей безопасности в контролируемых пробах.

Во всех НД, применяемых при испытаниях

ПП и ПС, отсутствуют требования о применении стандартных образцов (СО), хотя в Государственный реестр внесено около 200 типов СО (табл. 5), используемых для градуировки и поверки применяемых при испытаниях ПП и ПС средств измерений и контроля точности получаемых результатов измерений.

Таблица 5

Количество типов ГСО для проведения испытаний пищевых продуктов и продовольственного сырья

Количество типов	Назначение СО
109	Контроль токсичных элементов (все группы и виды ПП и ПС)
48	Контроль пестицидов (все группы и виды ПП и ПС)
6	Контроль микотоксинов (все группы и виды ПП и ПС)
14	Контроль нитритов, нитратов (плоды и овощи свежие и продукты их переработки; мясные продукты, сыры, пищевые эссенции, наполнители, добавки)
7	Контроль селена, бромид-иона, йодид-иона (минеральная вода)
4	Контроль метилового спирта, сивушных масел, альдегидов, эфиров (спирт и водка)
2	Контроль гормональных препаратов (молоко, мясо и продукты их переработки)
2	Контроль физико-химических показателей (кофе и чай)
7	Контроль хлоридов (пищевые концентраты)
Итого	199 типов

В последнее время активизировалась деятельность ТК 335 по прямому внедрению международных стандартов: так, более 10 стандартов ИСО, выпущенных в 1978 – 1986 гг., были рекомендованы к прямому внедрению. Как правило, предусматривающие прямое внедрение стандарты ИСО представляют собой аутентичный перевод международного документа. В части нормируемых метрологических характеристик стандарты ИСО, разработанные до 1994 г., соответствуют требованиям стандарта ИСО 5725 (редакции до 1986 г.), который не отвечает требованиям [3], следовательно, и вновь внедренные стандарты не отвечают требованиям [3] и требу-

ют разработок дополнений в части регламентации характеристик погрешности результатов измерений и нормативов их контроля. В 1994 г. состоялся пересмотр стандарта ИСО 5725. Его новая версия [5], введенная в действие, содержит 6 частей, в которых установлены общие принципы, даны определения метрологических характеристик методов испытаний, а также приведены методы оценивания и контроля этих характеристик. Предусмотренные в новой редакции показатели "true-ness" и "precision" и их определения позволяют поставить им в соответствие систематическую и случайную составляющие погрешности результатов измерений соответственно. Не-

обходимость регламентации в стандартах на методы испытаний этих характеристик совпадает с требованиями Российских документов Системы ГСИ. Следовательно, к прямому внедрению могут быть рекомендованы стандарты ИСО, разработанные после 1994 г. и отвечающие требованиям [5]. В целом, результаты анализа показали неудовлетворительный уровень практически всех методик испытаний, подвергнутых оценке, что в значительной степени ставит под сомнение достоверность результатов сертификационных испытаний и требует принятия безотлагательных мер, направленных на метрологическое обеспечение сертификационных испытаний ПП и ПС.

В качестве позитивной тенденции следует отметить ориентацию разработчиков методик на соблюдение требований [3], что нашло отражение в подготовленных проектах ГОСТ, представленных на рассмотрение ТК 335 в 1998 г.

По результатам рассмотрения вопроса "О метрологическом обеспечении сертификационных испытаний пищевых продуктов и продовольственного сырья" на коллегии Госстандарта России (в марте 1999 г.) намечен ряд мероприятий, направленных на совершенствование нормативной базы сертификационных испытаний ПП и ПС. Предусмотрена разработка плана отмены или пересмотра НД (в первую очередь НД Минздрава), содержащих методики измерений показателей безопасности и качества ПП и ПС, не удовлетворяющие требованиям [3]. Предложен механизм по внесению в НД на методы испытаний ПП и ПС требований о применении СО утвержденных типов. Намечена разработка новых типов СО

на 1999 – 2000 гг. Межгосударственным техническим комитетам (МТК) и государственным техническим комитетам (ТК) агропромышленной продукции поручено организовать проведение в соответствии с [5] обязательной метрологической экспертизы в государственных научных метрологических центрах проектов межгосударственных и государственных стандартов, регламентирующих методики выполнения измерений показателей безопасности и качества, предусмотренных к подтверждению Системой сертификации ПП и ПС. Госстандарт России взял под контроль выполнение намеченных мероприятий.

ЛИТЕРАТУРА

1. ПР 50.3.004-96. Правила проведения сертификации пищевых продуктов и продовольственного сырья. Москва, 1996.
2. СанПиН 2.3.2.560-96. Санитарные правила и нормы. Гигиенические требования к качеству и безопасности продовольственного сырья и пищевых продуктов. Москва, 1997.
3. ГОСТ Р 8.563-96. ГСИ. Методики выполнения измерений. М.: Изд-во стандартов, 1996.
4. МИ 2335. Рекомендации. ГСИ. Внутрिलाбораторный контроль качества результатов количественного химического анализа (2-е изд.). Екатеринбург, 1997.
5. ISO 5725:1994 (части 1 – 6). Точность (достоверность и сходимости) методов и результатов измерений.
6. ПР 50.1.016-98. ГСИ. Правила по стандартизации. Метрологическая экспертиза проектов государственных стандартов. Москва, 1998.

• • • • •