

## ПРИМЕНЕНИЕ СИСТЕМЫ ЛИОФИЛЬНОЙ СУШКИ ДЛЯ ПОДГОТОВКИ МАТЕРИАЛА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

© М. Ю. Медведевских<sup>1</sup>, Н. Л. Вострикова<sup>2</sup>, А. С. Сергеева<sup>1</sup>, В. В. Студенок<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева»

(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), г. Екатеринбург, Россия

Researcher ID: G-6171-2017, e-mail: lab241@uniim.ru

<sup>2</sup>ФГБНУ «Федеральный научный центр пищевых систем им. В. М. Горбатова» Российской Академии Наук

(ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В. М. Горбатова» РАН), г. Москва, Россия

Поступила в редакцию – 19 февраля 2021 г., после доработки – 03 марта 2021 г.

Принята к публикации – 20 марта 2021 г.

*Статья посвящена применению системы лиофильной сушки для подготовки материала стандартных образцов (СО) состава пищевых продуктов. Целью исследования являлась разработка методики лиофильной сушки для приготовления материала СО состава мяса птицы с аттестованными значениями массовой доли влаги, азота (белка) и жира.*

*В качестве исходного материала для приготовления СО использовали мясо птицы: белое (грудка, образец 1) и красное (бедро, образец 2). Процедура приготовления СО включала измельчение, варку, замораживание и лиофильную сушку. Исследование однородности материала выполняли с помощью эталонной установки воздушно-тепловой сушки из состава Государственного первичного эталона ГЭТ 173-2017. Измерение массовой доли азота (белка) осуществляли на Государственном вторичном эталоне ГВЭТ 176-1-2010. Измерения массовой доли жира проводили в соответствии с Государственной первичной референтной методикой измерений.*

*Общее время лиофильной сушки для образцов № 1 и № 2 составило 19 и 28 часов соответственно. Общая потеря массы образца № 1 – около 63 %, образца № 2 – около 65 %. Разница в значениях массовой доли влаги материала, высушенного на разных полках сублимационной сушилки, являлась статистически значимой, т. е. материал был неоднородным. Для получения однородного материала проводили дополнительную процедуру гомогенизации: измельчение на лабораторной мельнице, просеивание через сито, тщательное перемешивание и кондиционирование. Аттестованные значения массовой доли влаги, азота, белка, жира для образца № 1 составили 4,5 %, 14,74 %, 92,1 %, 7,9 % соответственно, для образца № 2 – 6,3 %, 12,21 %, 76,3 %, 23,8 %. Разработана методика лиофильной сушки для производства СО состава мяса птицы вареного сублимационной сушки. Применение системы лиофильной сушки позволило обеспечить срок годности СО, равный 6 месяцам, при температуре окружающего воздуха (7±3) °С и относительной влажности не более 60 %. По результатам испытаний СО состава мяса птицы вареного сублимационной сушки внесен в реестр утвержденных типов под номером ГСО 11276–2019.*

### Ссылка при цитировании:

Применение системы лиофильной сушки для подготовки материала стандартных образцов состава пищевых продуктов / М. Ю. Медведевских [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2021. Т. 17. № 1. С. 35–45. <http://dx.doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-1-35-45>

### For citation:

Medvedevskikh M. Yu., Vostrikova N. L., Sergeeva A. S., Studenok V. V. Application of the lyophilization system for preparation of reference materials for composition of nutrition products. *Measurement standards. Reference materials*. 2021;17(1): 35–45. <http://dx.doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-1-35-45> (In Russ.).

**Ключевые слова:** пищевые продукты, стандартные образцы, эталоны, первичные референтные методики измерений, лиофильная сушка, сублимационная сушка, показатели пищевой ценности

DOI: 10.20915/2687-0886-2021-17-1-35-45

## APPLICATION OF THE LYOPHILIZATION SYSTEM FOR PREPARATION OF REFERENCE MATERIALS FOR COMPOSITION OF NUTRITION PRODUCTS

© Maria Y. Medvedevskikh<sup>1</sup>, Natalia L. Vostrikova<sup>2</sup>, Anna S. Sergeeva<sup>1</sup>, Valeriya V. Studenok<sup>1</sup>

<sup>1</sup>UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology, Ekaterinburg, Russia  
Researcher ID: G-6171–2017, e-mail: lab241@uniim.ru

<sup>2</sup>V. M. Gorbатов Federal Research Center for Food Systems of Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia

Received – 19 February, 2021. Revised – 03 March, 2021.

Accepted for publication – 20 March, 2021.

*The article presents the application of the lyophilization system for preparation of reference materials (RM) for composition of nutritive products samples. The purpose of the research was the development of lyophilization procedure of RM for composition of poultry meat samples preparation with certified values of mass fraction of moisture, nitrogen (protein) and fat.*

*The poultry meat of two types was used as the primary material for RM for poultry meat composition preparation – 1) white meat (chicken breast); 2) red meat (chicken thigh). The procedure included pounding, boiling, freezing and lyophilisation (syn. freeze drying). The researches for homogeneity were implemented with hot air dryer standard system from the State primary standard GET 173-2017. Measurement of nitrogen (protein) mass fraction was performed on State secondary standard GVET 176-1-2010. Measurements of fat mass fraction were performed with accordance to State Primary Reference Measurement Procedure.*

*The total time of lyophilization process for samples № 1 and № 2 was 19 and 28 hours, respectively. The total mass loss for sample № 1 was about 63 %, for sample № 2 was about 65 %. The difference in material moisture mass fraction values of materials dried on different trays of freeze dryer was statistically significant, i. e., material was non-homogeneous. To obtain a homogeneous material, an additional homogenization procedure was performed: grinding in a laboratory mill, sieving through a sieve, thorough mixing and conditioning. The certified values of moisture, nitrogen, protein, fat mass fraction for the sample № 1 were accordingly 4,5 %, 14,74 %, 92,1 %, 7,9 %. The same values in the same sequence were 6,3 %, 12,21 %, 76,3 %, 23,8 %.*

*The procedure of lyophilisation was developed for production of reference materials for composition of boiled and freeze-dried poultry meat. The usage of this lyophilisation system allowed to ensure a RM expiration date of six months at ambient temperature of (7±3) °C and relative humidity no more than 60 %. The Reference Materials for composition of boiled and freeze-dried poultry meat was added into Register of certified RMs under № GSO 11276–2019 by the results.*

**Key words:** nutritive products, reference materials, standards, primary reference measurement procedures, lyophilisation, freeze drying, nutritive values

### Введение

В соответствии с Руководством ISO Guide 35 [1] вода является основной мешающей примесью при разработке стандартных образцов (далее – СО). Повышенное содержание воды приводит к увеличению неоднородности материала СО и снижает срок его годности.

Поэтому при создании СО необходимо минимизировать содержание воды. Это особенно актуально при разработке СО состава пищевых продуктов, поскольку массовая доля воды в исходных материалах может достигать 80 % и более. При этом важно не только удалить избыточную воду, но и сохранить структурную

целостность продукта, его белковый состав, содержание микро- и макроэлементов. Данную задачу позволяет решить применение лиофильной (сублимационной) сушки.

Ллиофильная сушка – это способ сушки веществ, при котором перед высушиванием вещество в жидком или твердом агрегатном состоянии подвергается глубокой заморозке (температура от минус 25 °С до минус 105 °С), а потом помещается в камеру, в которой под действием вакуума и низкой температуры происходит удаление замороженного растворителя (возгонка), т. е. растворитель переходит в газообразное состояние из твердого, минуя жидкое. Это позволяет получать сухие ткани, препараты, продукты и т. п. без потери их структурной целостности и биологической активности, достигать высокой однородности, значительно увеличивать сроки хранения [2].

Ллиофильную сушку широко используют для производства СО состава пищевого сырья и продуктов питания. При этом решаются две задачи. Во-первых, повышение стабильности и увеличение сроков годности СО, например, при производстве СО состава сока [3, 4], мясных продуктов [5]. Во-вторых, применение ллиофильной сушки позволяет вводить в процессе приготовления в состав СО дополнительные компоненты: витамины, тяжелые металлы, микотоксины, полициклические ароматические углеводороды (ПАУ), пестициды, антибиотики и т. д. [6–12]. Однако до настоящего времени в Российской Федерации данный способ приготовления материала СО не применялся.

В связи с этим актуальным является разработка методик ллиофильной сушки для производства однородных и стабильных СО состава пищевых продуктов. Настоящая работа посвящена применению системы ллиофильной сушки для подготовки материала СО состава

пищевых продуктов на примере СО состава мяса птицы с аттестованными значениями массовой доли влаги, азота (белка) и жира.

### Материалы и методы

В качестве исходного материала для приготовления СО использовали мясо птицы: белое (грудка, образец 1) и красное (бедро, образец 2). Для проведения ллиофилизации применяли морозильную камеру LCexv 4010–23B-001 производства фирмы «Liebherr» (Австрия) и сублимационную сушилку Scientz-10ND производства фирмы Scientz (Китай). Сушилка Scientz-10ND имеет три полки для сушки (1 – верхняя, 2 – средняя, 3 – нижняя) на разном расстоянии от основного устройства, условия высушивания которых могут варьироваться. Основные технические параметры испытательного оборудования, используемого для ллиофилизации, приведены в табл. 1.

Перед проведением процедуры ллиофилизации образцы мяса отваривали в течение 1 часа, освобождали от костей, разрезали на кусочки размером сторон не более 5 мм. Измельченное мясо распределяли тонким слоем в три лотка из комплекта сублимационной сушилки Scientz-10ND. Лотки с мясом помещали в морозильную камеру LCexv 4010–23B-001 при температуре минус 25 °С. На каждой стадии подготовки проводили взвешивание получаемого материала. Процесс ллиофильной сушки проводили в несколько этапов (три или четыре в зависимости от массы исходного материала и начального содержания влаги). Каждый этап включал в себя предварительное замораживание в морозильной камере в течение не менее 12 часов и последующую ллиофильную сушку. После первого этапа выполняли измельчение материала на лабораторной мельнице «Вьюга» производства фирмы ООО «ЭКАН» (Россия)

Таблица 1. Основные технические параметры оборудования для ллиофилизации

Table 1. Main technical parameters of lyophilization equipment

Испытательное оборудование	Параметр	Значение
Scientz-10ND	Температура конденсатора	до -55 °С (без загрузки)
	Предельное остаточное давление	до 10 кПа (без загрузки)
	Производительность	3 кг/24 часа
LCexv 4010–23B-001	Диапазон рабочих температур	(7...-30) °С
	Нестабильность поддержания температуры	±0,6 °С
	Отклонение температуры от заданной при -25 °С	+1,5 °С

в течение 60 с при скорости вращения 12 500 об/мин и повторное размещение измельченного материала в лотках для сушки. При проведении лиофильной сушки в лоток с исследуемым материалом помещали термопару, которая позволяла отслеживать его температуру. За окончание процесса лиофильной сушки принимали время достижения образцом температуры около 20 °С. После последнего этапа лиофилизированное мясо растирали пестиком в ступке, просеивали через сито с номинальными размерами ячеек 500 мкм, тщательно перемешивали, помещали в герметично закрытый контейнер и выдерживали в термостате при температуре (7±3) °С в течение 24 ч.

Измерения массовой доли влаги в высушенном материале осуществляли с применением эталонной установки воздушно-тепловой сушки из состава Государственного первичного эталона единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах ГЭТ 173-2017 [13]. Измерения массовой доли азота (белка) выполняли методом Кельдаля на Государственном вторичном эталоне 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 [14]. Измерения массовой доли жира проводили в соответствии с Государственной первичной референтной методикой измерений (ПРМИ) массовой доли жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье<sup>1</sup>.

<sup>1</sup> Государственная первичная референтная методика измерений массовой доли жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье М.241.01/RA.RU.311866/2018 (ФР. ПР1.31.2019.00001) // Федер. информац. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/6/items/595556>

## Результаты и обсуждения

### Исследование процесса лиофильной сушки при приготовлении материала стандартных образцов

На каждом этапе приготовления материала СО происходило уменьшение его массы (табл. 2). Как видно из табл. 2, убыль массы в процессе варки для образца № 1 составила около 40 %, для образца № 2 – около 60 %.

В процессе лиофильной сушки наблюдалось изменение температуры образцов. Особенностью анализа является размещение охлажденного образца (из морозильной камеры) на лотках из комплекта сублимационной сушилки Scientz-10ND, имеющих комнатную температуру. При этом датчик термометра помещали в слой образца, размещенного непосредственно на поверхности лотка. В связи с этим на границе материала образца и лотка в начале эксперимента наблюдался максимальный градиент температур. В течение анализа температуры лотка и образца выравнивались. Далее по тексту эта температура идентифицирует температуру образца. На рис. 1 представлено изменение температуры образца № 2 (бедро куриное) на каждом этапе лиофильной сушки.

За окончание процесса лиофильной сушки принимали время достижения образцом температуры около 20 °С. Дальнейшее повышение температуры будет приводить к разрушению материала и выходу отличных от воды компонентов. Общее время лиофильной сушки для образцов № 1 и № 2 составило 19 и 28 часов соответственно.

Процесс лиофильной сушки сопровождался значительными потерями массы образцов. Результаты расчета потери массы образцов № 1 и № 2 для каждой полки в процессе лиофильной сушки представлены соответственно в табл. 3 и 4.

Таблица 2. Изменение массы материала кандидата СО на различных стадиях приготовления

Table 2. Material of the RM claimant mass changes on different stages

№ п/п	Исходная масса образца до варки, г	Масса образца после варки, г	Номер полки	Масса образца после варки на каждой полке сублимационной сушилки, г
1	1300	786,03	1	229,08
			2	276,98
			3	279,97
2	1752	697,30	1	210,45
			2	233,15
			3	253,70

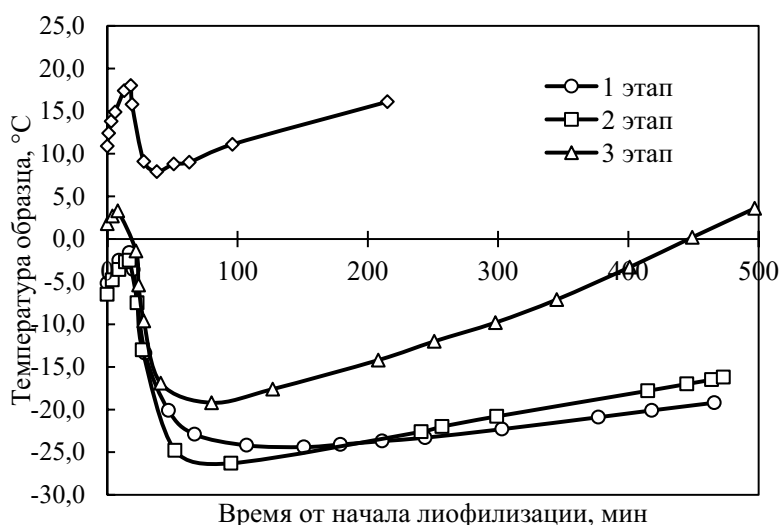


Рис. 1. Изменение температуры образца № 2 (бедро куриное)

Fig. 1. Sample 2 temperature changes

Таблица 3. Результаты расчета потери массы образца № 1 (мясо птицы: белое (грудка))

Table 3. Results of sample 1 mass loss estimation (breast)

№ полки	Масса пустого лотка, г	Масса лотка с образцом до лиофилизации, г	Масса лотка с образцом после лиофилизации, г	Потеря массы образца после лиофилизации, %	Относительное СКО потери в массе между полками, %
1 ЭТАП					
1	242,67	467,65	372,30	42,38	9,6
2	245,37	518,05	422,10	35,19	
3	241,13	516,45	413,00	37,57	
2 ЭТАП					
1	243,85	305,95	296,95	14,49	10,4
2	245,55	344,55	331,10	13,59	
3	242,30	315,45	303,30	16,61	
3 ЭТАП					
1	243,85	296,95	284,55	23,35	22,6
2	245,55	331,10	299,85	36,53	
3	242,30	303,30	285,95	28,44	

Общая потеря массы образца № 1 в процессе сушки составила около 63 %, образца № 2 – около 65 %.

#### Оценивание однородности материала С0

Следующим этапом проводили оценивание однородности материала, высушенного на разных полках, по показателю массовая доля влаги с применением эталонной установки, реализующей термогравиметрический

метод, из состава Государственного первичного эталона единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах ГЭТ 173-2017. От материала, высушенного на каждой полке ( $m = 3$ ) отбирали навески ( $n = 4$ ) и проводили измерение массовой доли влаги. Результаты измерений массовой доли влаги в образце № 1 и № 2 представлены соответственно в табл. 5.

Таблица 4. Результаты расчета потери массы образца № 2 (мясо птицы: красное (бедро))  
Table 4. Results of sample 2 mass loss estimation (thigh)

№ полки	Масса пустого лотка, г	Масса лотка с образцом до лиофилизации, г	Масса лотка с образцом после лиофилизации, г	Потеря массы образца после лиофилизации, %	Относительное СКО потери в массе между полками, %
1 ЭТАП					
1	245,20	455,65	389,95	31,22	14,1
2	246,70	479,85	418,85	26,16	
3	243,65	497,35	437,05	23,77	
2 ЭТАП					
1	245,00	386,95	339,70	33,29	7,5
2	246,00	414,70	362,25	31,09	
3	243,20	432,65	378,40	28,64	
3 ЭТАП					
1	245,00	340,35	319,80	21,55	15,2
2	246,00	362,60	329,70	28,22	
3	243,20	378,55	339,85	28,59	
4 ЭТАП					
1	245,00	320,75	319,25	1,98	67,4
2	246,00	330,40	326,65	4,44	
3	243,20	340,40	331,95	8,69	

Таблица 5. Результаты измерений массовой доли влаги в образцах № 1 и № 2 на ГЭТ 173-2017  
Table 5. Measurement results of moisture mass fraction in both samples by GET 173-2017

В процентах

№ полки	№ навески				Среднее	Отн. СКО
	1	2	3	4		
Образец № 1						
1	3,596	3,493	3,473	3,524	3,52	1,5
2	3,206	3,221	3,195	3,270	3,22	1,0
3	3,634	3,679	3,695	3,778	3,70	1,6
Образец № 2						
1	5,125	5,117	5,106	5,155	5,13	0,4
2	5,321	5,289	5,413	5,416	5,36	1,2
3	5,488	5,553	5,531	5,542	5,53	0,5

Обработку результатов по табл. 5 проводили по алгоритму, изложенному в работе [15].

Рассчитывали величины

$$W_i = \frac{1}{n_i} \sum_{j=1}^{n_i} W_{ij}, \quad (1)$$

$$S_i^2 = \frac{1}{n_i - 1} \sum_{j=1}^{n_i} (W_{ij} - W_i)^2, \quad (2)$$

для каждого  $i = 1 \dots m$

$W_i$  – среднее значение массовой доли влаги  $i$ -группы, %

$W_{ij}$  – результат измерения массовой доли влаги  $j$ -навески из  $i$ -группы, %

$S_i^2$  – внутригрупповые дисперсии.

На следующем этапе по критерию Кохрена проверяли гипотезу о равенстве дисперсий  $S_i^2$ , для чего рассчитывали величину:

$$G_0 = \frac{S_{\max}^2}{\sum_{i=1}^m S_i^2}, \quad (3)$$

где  $S_{\max}^2$  – максимальное значение внутригрупповой дисперсии,

$S_i^2$  – внутригрупповые дисперсии.

Если выполнялось неравенство:

$$G_0 \leq G_{\alpha, m, n-1}$$

где  $G_{\alpha, m, n-1}$  – коэффициент Кохрена с уровнем значимости  $\alpha = 0,05$  [16], то гипотеза о равенстве дисперсий не отвергается. Если гипотеза о равенстве дисперсий не принимается, то необходима более тщательная пробоподготовка.

Если гипотезу о равенстве дисперсий принимали, то вычисляли следующие величины:

$$n = \sum_{i=1}^m n_i, \quad (4)$$

$$W = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^{n_i} W_{ij}, \quad (5)$$

$$S_{01}^2 = \frac{1}{n - m} \sum_{i=1}^m (n_i - 1) S_i^2, \quad (6)$$

$$S_{02}^2 = \frac{1}{m - 1} \sum_{i=1}^m n_i (W_i - W)^2, \quad (7)$$

$$F_0 = \frac{S_{02}^2}{S_{01}^2}, \quad (8)$$

где  $n$  – количество навесок в  $m$  группах

$W$  – среднее значение массовой доли влаги по всем группам, %

$S_{01}^2$  – средняя внутригрупповая дисперсия

$S_{02}^2$  – дисперсия между группами

$W_i$  и  $S_i^2$  – рассчитывают по формулам (1) и (2) соответственно. Если выполняется неравенство

$$F_0 \leq F_{\alpha, m-1, n-m}, \quad (9)$$

где  $F_{\alpha, m-1, n-m}$  – квантиль распределения Фишера с  $m-1$  и  $n-m$  степенями свободы и уровнем значимости  $\alpha = 0,05$  [16], то пробоподготовка материала для дальнейших исследований принималась удовлетворительной.

Результаты оценки однородности материала образцов № 1 и № 2 представлены в табл. 6.

Как видно из табл. 6, разница в значениях массовой доли влаги материала, высушенного на разных полках, статистически значима, следовательно, материал неоднороден. С целью снижения неоднородности проводили дополнительную процедуру гомогенизации путем растирания пестиком, просеивания через сито, тщательного перемешивания и кондиционирования.

### Испытания стандартного образца

Полученный лиофилизированный и гомогенизированный материал был расфасован по 50 г в двойные герметичные полиэтиленовые пакеты. Для оценки аттестованного значения и характеристики неоднородности материала СО использовали 6 экземпляров СО. В каждом из шести экземпляров СО, случайным образом отобранных от подготовленных партий, проводили по 8 параллельных определений массовой доли влаги и 5 параллельных определений массовой доли азота (белка), жира. Обработку результатов измерений, выполненных для 6 экземпляров СО, с целью оценки однородности материала СО проводили по схеме однофакторного дисперсионного анализа согласно положениям ISO Guide 35 [1]. Исследование стабильности при температуре окружающего воздуха  $(7 \pm 3)^\circ\text{C}$  и относительной влажности не более 60 % проводили классическим методом согласно положениям ISO Guide 35 [1], обработку результатов – методом регрессионного анализа. Срок годности СО составил 6 месяцев.

Результаты измерений значений аттестуемых характеристик представлены в табл. 7.



Таблица 6. Результаты оценки однородности материала состава мяса птицы: белое (грудка, образец 1) и красное (бедро, образец 2)

Table 6. Results of homogeneity estimation of material of composition of poultry meat: white (breast, sample 1) and red (thigh, sample 2)

Параметр	Значение параметра	
	Образец № 1	Образец № 2
$G_0$	0,478	0,771
$G(0,05;3;3)$	0,798	0,798
$W$	3,48	5,34
$S_{01}^2$	0,0025	0,0018
$S_{02}^2$	0,2295	0,1641
$F_0$	90,097	91,029
$F(0,05;3;9)$	4,256	4,459

Таблица 7. Результаты измерений массовых долей влаги, азота (белка) и жира в мясе птицы варенном сублимационной сушки

Table 7. Measurement results of mass fraction of moisture, nitrogen (protein) and fat in boiled freeze-dried poultry meat

Показатель	Значение показателя	
	Образец 1	Образец 2
Массовая доля влаги, %	4,5	6,3
Массовая доля азота*, %	14,74	12,21
Массовая доля белка*, %	92,1	76,3
Массовая доля жира*, %	7,9	23,8

\* в пересчете на абсолютно-сухое вещество

Дополнительные измерения значений аттестуемых характеристик были проведены в Научно-исследовательском испытательном центре (НИИЦ) ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В. М. Горбатова» РАН (г. Москва) с использованием стандартизованных методик измерений [17]. Согласованность результатов УНИИМ и НИИЦ подтвердили применимость СО для контроля точности результатов измерений показателей пищевой ценности мясных продуктов.

### Заключение

Проведены экспериментальные исследования процесса лиофильной сушки при подготовке материала стандартных образцов. Оценено содержание воды (влаги) и неоднородность материала стандартного образца, подготовленного с применением системы лиофильной

сушки, с использованием термогравиметрической установки из состава ГЭТ 173-2017.

Разработана методика лиофильной сушки для производства СО состава мяса птицы вареного сублимационной сушки с различным содержанием влаги, азота (белка) и жира. Применение системы лиофильной сушки позволило обеспечить срок годности СО, равный 6 месяцам, при температуре окружающего воздуха  $(7 \pm 3)^\circ\text{C}$  и относительной влажности не более 60 %. По результатам испытаний СО состава мяса птицы вареного сублимационной сушки внесен в реестр утвержденных типов под номером ГСО 11274–2019/ ГСО 11276–2019<sup>2</sup>.

<sup>2</sup> ГСО 11274–2019/ ГСО 11276–2019 Стандартный образец состава мясных продуктов сублимационной сушки (набор МП-1 СО УНИИМ) // Федер. информац. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/537358>



Данные исследования лиофилизации для приготовления материала СО будут продолжены в связи с выявленной необходимостью выбора параметров лиофилизации для каждого конкретного вещества.

### Вклад соавторов

Медведевских М. Ю.: концепция и инициирование исследования, определение замысла и методологии статьи, курирование экспериментальных исследований.

Вострикова Н. Л.: курирование экспериментальных исследований, критический анализ материалов статьи.

Сергеева А. С.: сбор и анализ литературных данных, в том числе на иностранных языках, подготовка первоначального варианта текста статьи, компьютерная работа с текстом, написание текста, доработка текста.

Студенок В. В.: сбор и анализ литературных данных, в том числе на иностранных языках, критический анализ материалов статьи.

### Конфликт интересов

Материал статьи подготовлен на основе доклада, представленного на IV Международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях» (С.-Петербург, 1–3 декабря 2020 г.). Материал статьи допущен к публикации после доработки тезисов доклада, оформления статьи и проведения процедуры рецензирования.

Переводная версия статьи на английском языке планируется к публикации в книге *Medvedevskikh S., Sobina E., Kremleva O., Okrepilov M. (eds.). Reference Materials in Measurement and Technology. RMMT 2020. Switzerland: Springer, Cham.*

### ЛИТЕРАТУРА

1. ISO Guide 35:2017 Reference materials – Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability. Geneva: ISO, 2017.
2. Панфилов В. А. Теоретические основы пищевых технологий. В 2-х кн. Кн. 2. М.: Колос, 2009. 800 с.
3. Comparison of some additives used in the preparation of freeze-dried lemon juice candidate reference materials / W. Ooghe [et al.] // *Fresenius journal of analytical chemistry*. 1998. Vol. 360. № 3–4. P. 445–448. <https://doi.org/10.1007/s002160050734>.
4. The freeze-drying of orange juice for the preparation of reference materials / G. N. Kramer [et al.] // *Fresenius' zeitschrift für analytische chemie*. 1988. № 332. P. 694697. <https://doi.org/10.1007/BF00472671>.
5. Ihnat M., Cloutier R., Wood D. Reference materials for agricultural and food analysis: preparation and physical characterization of a bovine muscle powder candidate reference material // *Fresenius' zeitschrift für analytische chemie*. 1987. № 326. P. 627–633. <https://doi.org/10.1007/BF00473517>.
6. Joy M., Rufino-Moya P. J., Lobón S., Blanco M. Simultaneous determination of carotenoids, tocopherols, retinol and cholesterol in ovine lyophilised samples of milk, meat, and liver and in unprocessed raw samples of fat / J. R. Bertolin [et al.] // *Food Chemistry*. 2018. Vol. 257. P. 182–188. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.02.139>.
7. Carron P., Emteborg H., Hess P. Freeze-drying for the stabilisation of shellfish toxins in mussel tissue (*Mytilus edulis*) reference materials // *Analytical and bioanalytical chemistry*. 2007. Vol. 387. № 7. P. 2475–2486. <https://doi.org/10.1007/s00216-006-1104-z>.
8. Aflatoxin M1 in milk powders: Processing, homogeneity and stability testing of certified reference materials / R. Josephs [et al.] // *Food Additives and Contaminants*. 2005. Vol. 22. № 9. P. 864–874. <https://doi.org/10.1080/0265203050016653>.
9. Paks in baby food: assessment of three different processing techniques for the preparation of reference materials / J. F. Huertas-Pérez [et al.] // *Analytical and bioanalytical chemistry*. 2015. Vol. 407. P. 3069–3081. <https://doi.org/10.1007/s00216-015-8490-z>.
10. Olsen S. B., Ulberth F., Emons H., Zeleny R., Grimalt S. Development of a new cucumber reference material for pesticide residue analysis: feasibility study for material processing, homogeneity and stability assessment / H. Saldanha [et al.] // *Analytical and bioanalytical chemistry*. 2015. Vol. 407. P. 3083–3091. <https://doi.org/10.1007/s00216-015-8476-x>.
11. Emteborg H., Charoud-Got J., Schimmel H., Nia Y., Mutel I., Ostyn A., Herbin S., Hennekinne J.-A. Development of a reference material for staphylococcus aureus enterotoxin A in cheese: feasibility study, processing, homogeneity and stability assessment / R. Zeleny [et al.] // *Food Chemistry*. 2015. Vol. 168. P. 241–246. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.07.066>.
12. Won S. H., Lee C.-H., Kim B. Development of certified reference materials for accurate determination of fluoroquinolone antibiotics in chicken meat. *Food Chemistry*. 2017. Vol. 229. P. 472–478. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.02.112>.
13. Создание эталонов сравнения для реализации Государственной поверочной схемы средств измерений содержания воды / М. Ю. Медведевских [и др.] // *Измерительная техника*. 2019. № 6. С. 70–80. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2019-6-3-10>.
14. Оценка метрологических характеристик стандартного образца состава молока сухого с использованием первичного и вторичного государственных эталонов / М. П. Крашенинина [и др.] // *Измерительная техника*. 2013. № 9. С. 67–71.
15. Иванов В. П., Медведевских С. В. Обработка результатов измерений содержаний воды в твердых веществах. Методические рекомендации. Свердловск: Уро АН СССР, 1988. 200 с.
16. Большев Л. Н., Смирнов Н. В. Таблицы математической статистики. М.: Наука. Главная редакция физико-математической литературы, 1983. 416 с.

17. About the development of reference materials of meat and meat product composition / M. Yu. Medvedevskikh [et al.] // Journal of Physics: Conference Series. 2019. 1420012030. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1420/1/012030>.

## REFERENCES

1. ISO Guide 35:2017 Reference materials – Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability. Geneva: ISO; 2017.
2. Panfilov V. A. Theoretical foundations of food technologies. In 2 books. Of book 2. Moscow: Kolos; 2009. 800 p. (In Russ.).
3. Ooghe W., Kramer G. N., Schimmel H., Pauwels J. Comparison of some additives used in the preparation of freeze-dried lemon juice candidate reference materials. *Fresenius journal of analytical chemistry*. 1998;360(3–4):445–448. <https://doi.org/10.1007/s002160050734>.
4. Kramer G. N., Angelis L. D., Pauwels J., Ooghe W., Belliardo J. J. The freeze-drying of orange juice for the preparation of reference materials. *Fresenius journal of analytical chemistry*. 1988;332: 694–697. <https://doi.org/10.1007/BF00472671>.
5. Ihnat M., Cloutier R., Wood D. Reference materials for agricultural and food analysis: preparation and physical characterization of a bovine muscle powder candidate reference material. *Fresenius' zeitschrift für analytische chemie*. 1987;326:627–633. <https://doi.org/10.1007/BF00473517>.
6. Bertolin J. R., Joy M., Rufino-Moya P. J., Lobón S., Blanco M. Simultaneous determination of carotenoids, tocopherols, retinol and cholesterol in ovine lyophilised samples of milk, meat, and liver and in unprocessed raw samples of fat. *Food Chemistry*. 2018;257:182–188. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.02.139>.
7. Carron P., Emteborg H., Hess P. Freeze-drying for the stabilisation of shellfish toxins in mussel tissue (*Mytilus edulis*) reference materials. *Analytical and bioanalytical chemistry*. 2007;387(7):2475–2486. <https://doi.org/10.1007/s00216-006-1104-z>.
8. Josephs R., Ulberth F. E., Van Egmond H. P., Emons H. Aflatoxin M1 in milk powders: Processing, homogeneity and stability testing of certified reference materials. *Food Additives and Contaminants*. 2005;22(9):864–874. <https://doi.org/10.1080/0265203050016653>.
9. Huertas-Pérez J. F., Bordajandi L. R., Sejerøe-Olsen B., Emteborg H., Baù A., Schimmel H., Dabrio M. Pabs in baby food: assessment of three different processing techniques for the preparation of reference materials. *Analytical and bioanalytical chemistry*. 2015;407:3069–3081. <https://doi.org/10.1007/s00216-015-8490-z>.
10. Saldanha H., Olsen S. B., Ulberth F., Emons H., Zeleny R., Grimalt S. Development of a new cucumber reference material for pesticide residue analysis: feasibility study for material processing, homogeneity and stability assessment. *Analytical and bioanalytical chemistry*. 2015;407:3083–3091. <https://doi.org/10.1007/s00216-015-8476-x>.
11. Zeleny R., Emteborg H., Charoud-Got J., Schimmel H., Nia Y., Mutel I., Ostyn A., Herbin S., Hennekinne J.-A. Development of a reference material for staphylococcus aureus enterotoxin A in cheese: feasibility study, processing, homogeneity and stability assessment. *Food chemistry*. 2015;168:241–246. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.07.066>.
12. Won S. H., Lee C.-H., Kim B. Development of certified reference materials for accurate determination of fluoroquinolone antibiotics in chicken meat. *Food Chemistry*. 2017;229:472–478. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.02.112>.
13. Medvedevskikh M. Y., Sergeeva A. S., Krasheninina M. P., Shokhina O. S. Creating reference standards for the implementation of the State verification scheme for water content measurement. *Measurement Techniques*. 2019;62(6):475–483. (In Russ). <https://doi.org/10.1007/s11018-019-01649-3>.
14. Krasheninina M. P., Medvedevskikh M. Yu., Medvedevskikh S. V., Sobina E. P., Neudachina L. K. An estimate of the metrological characteristics of a standard sample of the composition of dried whole milk using primary and secondary state standards. *Measurement Techniques*. 2013;56(9):1076–1082. (In Russ). <https://doi.org/10.1007/s11018-013-0333-8>.
15. Ivanov V. P., Medvedevskikh S. V. Processing of the measurement results of water content in solid substances. Guidelines. Sverdlovsk: Uro AN SSSR; 1988. 200 p. (In Russ).
16. Bol'shev L. N., Smirnov N. V. Tables of mathematical statistics. Moscow: Science. Main editorial office of physical and mathematical literature; 1983. 416 p. (In Russ).
17. Medvedevskikh M. Yu., Sergeeva A. S., Krasheninina M. P., Vostrikova N. L., Semenova A. A., Kuznetsova O. A. About the development of reference materials of meat and meat product composition. *Journal of physics: conference series*. 2019;1420:012030. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1420/1/012030>.

## ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

**Медведевских Мария Юрьевна** – канд. техн. наук, заведующий лабораторией метрологии влагометрии и стандартных образцов УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

620075, Россия, г. Екатеринбург,  
ул. Красноармейская, д. 4

Тел: (343) 350-60-63

e-mail: lab241@uniim.ru

Researcher ID: G-6171-2017

**Наталья Леонидовна Вострикова** – док. тех. наук, руководитель научно-исследовательского испытательного центра ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В. М. Горбатова» РАН

109316, Россия, г. Москва,

ул. Талалихина, д. 26

e-mail: n.vostrikova@fncps.ru

Researcher ID: D-3058-2014

ORCID: 0000-0002-9395-705X

**Анна Сергеевна Сергеева** – канд. хим. наук, старший научный сотрудник лаборатории метрологии влагометрии и стандартных образцов УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

620075, Россия, г. Екатеринбург,

ул. Красноармейская, д. 4

e-mail: sergeevaas@uniim.ru

Researcher ID: AAE-7942-2021

ORCID: 0000-0001-8347-2633

**Студенок Валерия Владимировна** – инженер отдела Государственной службы стандартных образцов УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

620075, Россия, г. Екатеринбург,

ул. Красноармейская, д. 4

e-mail: studenok@list.ru

ORCID: 0000-0002-3363-3133

## INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

**Mary Yu. Medvedevskikh** – PhD (Eng.), head of laboratory for metrological support of moisture measurement and reference materials, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology.

4 Krasnoarmeyskaya str., Ekaterinburg,

620075, Russian Federation

e-mail: lab241@uniim.ru

Researcher ID: G-6171-2017

**Natalia L. Vostrikova** – D. Sc. (Eng.), head of the research and development center V. M. Gorbatov Federal Research Center for Food Systems of Russian Academy of Sciences.

26 Talalikhina str., Moscow,

109316, Russia

e-mail: n.vostrikova@fncps.ru

Researcher ID: D-3058-2014

ORCID: 0000-0002-9395-705X

**Anna S. Sergeeva** – PhD (Chem.), senior researcher, laboratory for metrological support of moisture measurement and reference materials, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology.

4 Krasnoarmeyskaya str., Ekaterinburg,

620075, Russia

e-mail: sergeevaas@uniim.ru

Researcher ID: AAE-7942-2021

ORCID: 0000-0001-8347-2633

**Valeriya V. Studenok** – engineer of the department of the state service of reference materials, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology.

4 Krasnoarmeyskaya str., Ekaterinburg,

620075, Russia

e-mail: studenok@list.ru

ORCID: 0000-0002-3363-3133