ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
САНИТАРНО-ЭПИДЕМИОЛОГИЧЕСКОГО НАДЗОРА
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

РОССИЙСКИЙ РЕСПУБЛИКАНСКИЙ
ИНФОРМАЦИОННО-АНАЛИТИЧЕСКИЙ ЦЕНТР

МЕТОДЫ АНАЛИЗА ЧУЖЕРОДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ

(Сборник нормативных материалов)

Москва, 1994 г.

gost.e-ecolog.ru

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
САНИТАРНО-ЭПИДЕМИОЛОГИЧЕСКОГО НАДЗОРА
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

РОССИЙСКИЙ РЕСПУБЛИКАНСКИЙ
ИНФОРМАЦИОННО-АНАЛИТИЧЕСКИЙ ЦЕНТР

МЕТОДЫ АНАЛИЗА ЧУЖЕРОДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ

(Сборник нормативных материалов)

Москва, 1994 г.

ВВЕДЕНИЕ

Загрязнение пищевых продуктов токсичными чужеродными веществами является частью глобальной проблемы загрязнения окружающей среды, поэтому в настоящее время очень важным аспектом является определение микропримесей загрязняющих веществ в продуктах питания и снижение их содержания. В последние годы все больший приоритет приобретают исследования по определению таких токсикантов как различные микотоксины (афлатоксины, патулин, зеараленон, вомитоксин, трихотецены и др.), соли тяжелых металлов, нитриты, нитраты, N-нитрозамины и др.

Настоящий сборник включает в себя ранее изданные Методические указания по определению наиболее приоритетных загрязнителей пищевых продуктов, разработанные научно-исследовательскими институтами медицинского профиля и утвержденные Главным санитарно-эпидемиологическим управлением Минздрава СССР и ГКСЭН РФ.

В соответствии с Постановлением Госкомсанэпиднадзора Российской Федерации от 06.02.92 г. № 1 «О порядке действия на территории Российской Федерации нормативных актов бывшего Союза ССР в области санитарно-эпидемиологического благополучия населения» на всей территории Российской Федерации действуют общесоюзные санитарные правила и нормативные акты впредь до принятия соответствующих нормативных актов Российской Федерации в области санитарно-эпидемиологического благополучия населения.

Сборник предназначен для санитарно-гигиенических лабораторий центров Госсанэпиднадзора, НИИ и учреждений гигиенического профиля, кафедр гигиены питания медицинских институтов и институтов усовершенствования врачей, а также может быть использован лабораториями других организаций, занимающихся исследованиями пищевых продуктов.

Будем признательны за все критические замечания и пожелания, направленные на улучшение данного Сборника или составление аналогичных Сборников по другим разделам исследований пищевых продуктов.

Л. Г. Подунова

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДЕЗОКСИНИВАЛЕНОЛА И ЗЕАРАЛЕНОНА В ЗЕРНЕ И ЗЕРНОПРОДУКТАХ*

Оборудование и материалы

1. Аппарат для встряхивания проб типа АВУ-6С по ТУ 64-1-2151-78 или аналогичный.

2. Ротационный испаритель ИР-1М по ТУ 25-11-917-76 (завод «Химлабприбор») с ловушкой или аналогичный испаритель.

3. Мельница лабораторная электрическая ЭМ-3А по ТУ 46-22-236-79 или аналогичная.

4. Прибор для флуоресцентного анализа витаминов в растворе (модель 833) ТУ 64-1-1080-78 или диагностическая лампа ОЛД-41 или «Люминоскоп» ЛПК-1.

---

* — Методические указания по обнаружению, идентификации и определению содержания дезоксиниваленола (вомитоксина) и зеараленона в зерне и зернопродуктах, утв. МЗ СССР 27 июня 1990 г. № 5177-90

5. Жидкостной хроматограф с УФ-детектором с переменной длиной волны (для анализа зеараленона возможно также использование флуориметрического детектора) колонка и предколонка с силикагелем с размером частиц 5 мкм, длина колонки 25 см, предколонки — 4,5 см, внутренний диаметр — 4,6 мм.

6. Микрошприцы МШ-10 на 10 мкл, микрошприцы на 10 и 25 мкл для ВЭЖХ.

7. Стеклянные камеры для ТСХ с притертыми крышками.

8. Пластинки для ТСХ «Силуфол» размером 15 × 15 см или 20 × 20 см, производство ЧСФР.

9. Колбы плоскодонные конические, 250 мл, НШ 29, тип КнКШ 250-29/32, ГОСТ 10394-74.

10. Колбы грушевидные на 100 мл с НШ 14,5, тип ГрКШ-50-14/23 по ГОСТ 10394-74.

11. Колбы грушевидные на 10—20 мл с НШ 14,5, тип ГрКШ-50-14/23 по ГОСТ 10394-74.

12. Колбы мерные на 100 мл, тип 2-100-2 по ГОСТ 1770-74.

13. Цилиндры мерные на 100 мл с притертой пробкой, тип 2-100 по ГОСТ 1770-74.

14. Воронки делительные ВД2-250 по ГОСТ 8613-75.

15. Колонка стеклянная хроматографическая 220 × 15 мм.

16. Распылитель стеклянный с грушей.

17. Стандартные растворы дезоксиниваленола в этилацетате с концентрацией 25 нг/мкл каждый, стандартный раствор зеараленона в бензоле с концентрацией 10 мг/мкл.

18. Ацетонитрил «ч» по ТУ 6-09-3534-74.

19. Ацетон «чда» по ГОСТ 2603-79.

20. Бензол «чда» по ГОСТ 5955-75.

21. Гексан «ч» по ТУ 6-09-3375-78 или гептан «чда» по ГОСТ 5.395-70.

22. Изопропиловый спирт (пропанол-2) «хч» по ТУ 6-09-1710-77.

23. Кислота уксусная «чда» по ГОСТ 61-75.

24. Кислота муравьиная «ч» по ГОСТ 5848-73.

25. Метанол «чда» по ГОСТ 6995-77.

26. Толуол «чда» по ГОСТ 5789-78.

27. Хлороформ для наркоза или по ГОСТ 3610-51.

28. Этанол по ТУ 6-09-1710-77.

29. Этиловый эфир уксусной кислоты (этилацетат) «чда» по ГОСТ 22300-76.

30. Эфир диэтиловый по ГОСТ 6265-52.

31. Эфир петролейный (т. кип. 40—70° С) по ТУ 6-02-1244-83.

32. Алюминий оксид нейтральный для хроматографии по Брокману, «Реанал», (Венгрия) № 01125 или алюминий оксид для хроматографии по ТУ 6-09-916-75.

33. Алюминий хлористый, 6-водный «чда» по ГОСТ 3759-75.

34. Натрий сернокислый, безводный «чда» по ГОСТ 4166-76.

35. Натрий кислый углекислый «чда» по ГОСТ 83-79.

36. Натрий хлористый «осч» по ТУ 6-09-3658-74.
37. Прочный синий В-соль (диазоль синий С) или прочный фиолетовый В-соль для гистологии, «Хемапол», ЧСФР.
38. Уголь активированный Р.72.270.3.

1. Экстракция

При отборе пробы для анализа следует руководствоваться требованиями ГОСТ 13586.3-83 «Зерно. Правила приемки и методы отбора проб». Отобранную пробу измельчают в течение 1—2 мин. в лабораторной мельнице или кофемолке. Навеску 25 г измельченного зерна или муки помещают в плоскодонную коническую колбу на 250 мл, добавляют 20 мл воды и затем 105 мл ацетонитрила. Встряхивают на аппарате для встряхивания проб в течение 30 минут. Полученную смесь фильтруют через бумажный складчатый фильтр в мерный цилиндр. Отбирают 25 мл фильтрата для анализа на дезоксиниваленол и 50 мл фильтрата для анализа на зеараленон.

2. Обнаружение, идентификация и определение содержания дезоксиниваленола в экстракте

2.1. Очистка экстракта

В стеклянную хроматографическую колонку на дно помещают кусочек ваты, насыпают 0,75 г порошка активированного угля и сверху — слой 0,75 г оксида алюминия. Над слоем оксида алюминия помещают кусочек ваты. Осторожно помещают в колонку 25 мл экстракта, соответствующие 5 г исходного образца (при анализе кукурузы наливают 15 мл экстракта, соответствующие 3 г исходного образца). Отбирают элюат и, не давая колонке просохнуть, добавляют 10 мл смеси ацетонитрил—вода (84:16). Объединенные элюаты фильтруют через бумажный складчатый фильтр в грушевидную колбу на 50 мл, бумажный фильтр промывают 5—10 мл изопропилового спирта в ту же колбу и фильтрат упаривают на ротационном испарителе до объема 5—7 мл. Добавляют около 20 мл изопропилового спирта и повторно упаривают на ротационном испарителе досуха. Остаток в колбе после упаривания не должен содержать капель воды. Остаток растворяют в 200 мкл этилацетата и плотно закрывают стеклянной пробкой (раствор А).

2.2. Обнаружение и количественное определение дезоксиниваленола с помощью одномерной ТСХ

На пластинке «Силуфол» проводят тонкую карандашную линию в 1,5—2 см от нижнего края пластинки. На эту линию на расстоянии 2 см друг от друга с помощью микрошприца наносят 2, 5, 10 и 20 мкл раствора А. Между пятнами экстракта на расстоянии 1 см

от них на ту же линию наносят 2, 4, 6 мкл стандартного раствора дезоксиниваленола (50, 100 и 150 нг дезоксиниваленола). Пластинку помещают в камеру для ТСХ и элюируют в системе гексан—ацетон (3:2) на расстоянии 15 см. Пластинку извлекают из камеры, сушат на воздухе 3—4 минуты и опрыскивают 10%-ным раствором хлористого алюминия в этаноле. Пластинку нагревают в сушильном шкафу в течение 5—7 минут при 105° С, затем рассматривают в длинноволновом УФ-свете. Дезоксиниваленол проявляется в виде пятен с синей флуоресценцией с Rf 0,25—0,30. Наличие в экстракте пятен, соответствующих по цвету флуоресценции и хроматографической подвижности стандарту дезокси- ниваленола, свидетельствует о возможном наличии этого токсина в образце.

Для количественного определения сравнивают интенсивность флуоресценции разных количеств стандартов дезоксиниваленола с интенсивностью флуоресценции их пятен в образце, визуально оценивая количество нг токсинов в нанесенных на пластинку объемах раствора А. Концентрацию дезоксиниваленола в образце рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{V_1 \times m}{V_2 \times M \times 1000}$$ мг/кг, где:

V_1 — объем раствора А в мкл (200 мкл);
V_2 — объем раствора А, нанесенный на пластинку в мкл;
m — масса дезоксиниваленола (в нг) в V_2 мкл раствора А, оцененная визуальным сравнением со стандартом на ТСХ-пластинке;
M — аликвотная навеска образца, соответствующая раствору А (5 г для пшеницы, 3 г для кукурузы).

Если интенсивность флуоресценции пятна дезоксиниваленола в экстракте выше интенсивности флуоресценции пятна дезоксиниваленола, соответствующего 6 мкл стандартного раствора, то следует разбавить раствор А этилацетатом, т. е. увеличить объем V_1, внеся соответствующие коррективы в расчетную формулу.

Окончательное заключение о наличии и уровне загрязнения образца дезоксиниваленолом принимается только на основе данных двумерной ТСХ.

2.3. Подтверждение наличия и количественное определение дезоксиниваленола с помощью двумерной ТСХ

Пластинку «Силуфол» размечают тонкими карандашными линиями, не повреждая слоя силикагеля. В правом нижнем углу на расстоянии 12 мм от краев пластинки наносят с помощью микрошприца 20 мкл раствора А. В левом нижнем углу пластинки наносят 2, 4 и 6 мкл стандартного раствора дезоксиниваленола, 2 и 5 мкл раствора А. В верхнем правом углу пластинки наносят 2, 4 и 6 мкл стандартного раствора дезоксиниваленола, 10 и 20 мкл раствора А. Пластинку помещают в камеру для ТСХ со смесью гексан—ацетон (3:2) и элюируют ее в 1-ом направлении до достижения фронтом

растворителя тонкой карандашной линии, проведенной в 4 см от верхнего края, пластинку извлекают из камеры и сушат на воздухе. Затем проводят элюирование пластинки во 2-ом направлении смесью эфир—гексан—изопропиловый спирт—вода (77:18:4,5: 0,5). После достижения фронтом растворителя карандашной линии, проведенной в 4,5 см от верхнего края пластинки, ее извлекают из камеры и сушат на воздухе. Обнаружение и количественное определение проводят аналогично п. 2.2.

2.4. Обнаружение и количественное определение дезоксиниваленола с помощью ВЭЖХ

Условия ВЭЖХ: подвижная фаза гексан—изопропанол—вода (85:25:1,5), скорость подвижной фазы 1,0 мл/мин. Рекомендуется использовать перегнанные растворители, фильтруя их через бумажный складчатый фильтр перед использованием. УФ-детектор устанавливается на длину волны 224 нм, шкала чувствительности 0,005 Е.О.П. Входное напряжение самописца 10 мВ.

Для калибровки прибора в инжектор с помощью микрошприца вводят по 2 и 4 мкл стандартных растворов, что соответствует 50 и 100 нг дезоксиниваленола. Для каждого количества стандарта определяют высоту пика на хроматограмме. При описанных выше условиях ВЭЖХ время удерживания пика дезоксиниваленола составляет от 5 до 6 мин. в зависимости от изменений в составе подвижной фазы.

В инжектор хроматографа вводят 10 мкл раствора А. При наличии пика, совпадающего по времени удерживания с каким-либо стандартом, определяют его высоту ($h_{обр.}$). Расчет концентрации дезоксиниваленола в образце проводят по формуле:

$$C = \frac{V_1 \times m \times h_{обр.}}{V_2 \times M \times 1000 \times h_{ст.}}$$ мг/кг, где:

V_1 — объем раствора А, мкл (200 мкл);
V_2 — объем раствора А, внесенный в хроматограф, в мкл (10 мкл);
m — масса стандарта дезоксиниваленола, введенная в хроматограф, в нг;
M — аликвотная навеска образца, соответствующая раствору А (5 г для пшеницы, 3 г для кукурузы);
$h_{ст.}$ — высота пика, соответствующая данной массе стандарта, в мм;
$h_{обр.}$ — высота пика дезоксиниваленола из образца, в мм.

Если пик дезоксиниваленола в образце выходит за пределы шкалы самописца, анализ проводят повторно после разбавления раствора А этилацетатом, т. е. после увеличения объема V_1.

3. Обнаружение, идентификация и определение содержания зеараленона

3.1. Очистка экстракта

В делительную воронку на 500 мл помещают 50 мл фильтрата, добавляют 50 мл гексана (или гептана), насыщенного ацетонитрилом (гексан, насыщенный ацетонитрилом готовят следующим образом: в делительную воронку на 500 мл помещают 200 мл гексана и 30 мл ацетонитрила, интенсивно встряхивают и после расслоения жидкостей отделяют верхний слой, содержащий гексан). Встряхивают, после разделения слоев отбрасывают верхний гексановый слой. Нижний ацетонитрильный слой дважды встряхивают с 30 мл гексана, насыщенного ацетонитрилом, каждый раз отбрасывая верхний гексановый слой. К обезжиренному ацетонитрильному экстракту в делительной воронке добавляют 100 мл дистиллированной воды и 50 мл бензола. Встряхивают и после разделения слоев отделяют верхний бензольный слой. Если полного расслоения жидкостей не происходит, добавляют 10 мл насыщенного раствора хлорида натрия и смесь еще раз слегка встряхивают. Водный слой экстрагируют еще дважды 30 мл бензола, бензольные слои объединяют и сушат безводным сульфатом натрия. После фильтрования упаривают в грушевидной колбе на 100 мл на ротационном испарителе при температуре водяной бани не выше 45° С. Сульфат натрия промывают 10 мл бензола в ту же грушевидную колбу и упаривают раствор досуха. Остаток растворяют в 500 мкл бензола — раствор В.

3.2. Обнаружение и идентификация зеараленона с помощью одномерной ТСХ

На пластинке «Силуфол» проводят тонкую карандашную линию на расстоянии 12 мм от нижнего края пластинки. На эту линию на расстоянии 2 см друг от друга наносят с помощью микрошприца 5 и 10 мкл раствора В. Между пятнами экстракта на расстоянии 1 см от них на ту же линию наносят 5, 10 и 20 мкл стандартного раствора зеараленона (50,100 и 200 нг зеараленона соответственно). Аналогично готовят вторую пластинку «Силуфол». Обе пластинки помещают в камеру для ТСХ и элюируют в системе гексан—ацетон (7:3). Пластинки извлекают, сушат на воздухе 3—4 мин.

Для обнаружения пятен зеараленона на 1-ой пластинке используют опрыскивание 10%-ным раствором хлорида алюминия в этиловом спирте с последующим нагреванием в сушильном шкафу при температуре 100—105° С в течение 10 минут. Обнаружение на пластинке пятен, соответствующих по цвету флуоресценции (синий) и хроматографической подвижности пятнам стандар-

тов зеараленона, свидетельствует о возможном наличии зеараленона в образце.

Для подтверждения наличия зеараленона 2-ую ТСХ-пластинку опрыскивают 1%-ным раствором прочной синей В-соли или прочной фиолетовой В-соли в дистиллированной воде, затем пластинку немедленно опрыскивают 5%-ным раствором углекислого натрия до появления красно-бордовой окраски пятен стандарта зеараленона. Обнаружение на пластинке пятна, соответствующего по цвету и хроматографической подвижности стандартам зеараленона, подтверждает наличие зеараленона в образце.

3.3. Количественное определение зеараленона с помощью двумерной ТСХ

Пластинку «Силуфол» размечают тонкими карандашными линиями, не повреждая слоя силикагеля. В правом нижнем углу на расстоянии 12 мм от краев пластинки наносят с помощью микрошприца 20 мкл раствора В. В правом верхнем углу наносят 3 и 7 мкл стандартного раствора зеараленона, 10 и 20 мкл раствора В; в левом нижнем углу наносят 5 и 10 мкл раствора зеараленона, 2 и 5 мкл раствора В. Пластинку помещают в камеру для ТСХ со смесью гексан—ацетон (7:3) и элюируют в 1-ом направлении до достижения фронтом растворителя тонкой карандашной линии, проведенной в 4,5 см от верхнего края пластинки. Пластинку извлекают и сушат на воздухе 5 мин. Затем проводят хроматографию во 2-ом направлении в системе толуол—этилацетат—хлороформ—85% муравьиная кислота (45:25:25:5) до достижения карандашной линии, проведенной в 4,5 см от верхнего края пластинки. Пластинку извлекают из камеры, сушат и обнаруживают пятна по флуоресценции после обработки раствором хлорида алюминия как описано в п. 3.2. Сравнивая интенсивность окраски разных количеств стандарта зеараленона с интенсивностью окраски пятна зеараленона в экстракте (раствор В), определяют количество нг зеараленона в экстракте.

Содержание зеараленона в образце рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{V_1 \times V_3 \times m}{V_2 \times V_4 \times M \times 1000}$$ мг/кг, где:

C — концентрация зеараленона в образце в мг/кг;
V_1 — объем водно-ацетонитрильной смеси для экстракции в мл (125 мл);
V_2 — объем водно-ацетонитрильного фильтрата, взятый для анализа, в мл (50 мл);
V_3 — объем очищенного экстракта перед ТСХ (раствор В) в мкл (500 мкл);
V_4 — объем очищенного экстракта (раствор В), наносимый на пластинку, в мкл (20 мкл);
M — навеска образца, взятая для анализа, в г (25 г);

m — масса зеараленона (в нг), в V_4 мкл очищенного экстракта, оцененная по ТСХ

При приведенных в скобках объемах и навесках формула содержания зеараленона выражается следующим образом:

$$C = 0{,}0025 \times^{m} мг/кг$$

Если интенсивность окраски пятна зеараленона в экстракте выше интенсивности окраски пятна стандарта, соответствующего 20 мкл стандартного раствора (200 нг зеараленона), то на пластинку следует нанести либо меньшее количество экстракта (уменьшить объем V_4), либо разбавить раствор В бензолом (увеличить объем V_3), внеся соответствующие коррективы в расчетную формулу.

3.4. Обнаружение и количественное определение зеараленона с помощью ВЭЖХ

Условия ВЭЖХ: подвижная фаза гексан—эфир—уксусная кислота (65:35:1), скорость подвижной фазы 1,5 мл/мин или петролейный эфир (т. кип. 40—70° С)—эфир—уксусная кислота (50:50:1), скорость подвижной фазы 2 мл/мин. Рекомендуется использовать перегнанный гексан или петролейный эфир и эфир, профильтрованный через слой оксида алюминия (5 см). УФ-детектор устанавливается на длину волны 283 мн, шкала чувствительности 0,005 Е.О.П. Шкала самописца 10 мВ. Если используется флуориметрический детектор, то длина волны на линии возбуждения устанавливается около 283 нм, а на линии эмиссии — фильтр от 420 нм (или 440 нм в случае монохроматора на линии эмиссии).

Для калибровки прибора в инжектор с помощью микрошприца вводят 2 и 5мкл стандартного раствора, что соответствует 20 и 50 нг зеараленона. Для каждого количества стандарта определяют высоту пика на хроматограмме. При описанных условиях ВЭЖХ время выхода пика зеараленона составляет 5—7 мин.

В инжектор хроматографа вводят 10 мкл раствора В. При наличии пика, совпадающего по времени выхода со стандартом, определяют его высоту ($h_{обр.}$).

Расчет концентрации зеараленона в образце проводят по формуле:

$$C = \frac{V_1 \times V_3 \times m \times h_{ст.}}{V_2 \times V_4 \times M \times h_{обр.} \times 1000}\ мг/кг,\ где:$$

C — концентрация зеараленона в образце в мг/кг;

V_1 — объем водно-ацетонитрильной смеси для экстракции в мл (125 мл);

V_2 — объем водно-ацетонитрильного фильтрата, взятый для анализа, в мл (50 мл);

V_3 — объем очищенного экстракта перед ВЭЖХ (раствор В) в мкл (500 мкл);

V_4 — объем очищенного экстракта (раствор В), внесенный в хроматограф, в мкл (20 мкл);
M — навеска образца, взятая для анализа, в г (25 г);
m — масса стандарта зеараленона, введенная в хроматограф в нг;
$h_{ст.}$ — высота пика, соответствующая данной массе стандарта, мм;
$h_{обр.}$ — высота пика зеараленона из образца в мм.

Если пик зеараленона в образце выходит за пределы шкалы самописца, анализ проводят повторно после разбавления раствора В бензолом, т. е. после увеличения объема V_3.

При ВЭЖХ зеараленона чувствительность УФ- и флуориметрического детектора примерно одинаковы. Преимуществом флуориметрического детектора является его селективность (меньшее количество посторонних пиков на хроматограмме).

СОДЕРЖАНИЕ

I МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКОТОКСИНОВ 1

1. Методика определения афлатоксинов в пищевых продуктах методом ТСХ . . . 3
2. Методика определения афлатоксинов в пищевых продуктах с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии . . . 11
3. Методика определения афлатоксинов в продуктах животного происхождения . . . 19
4. Методика определения содержания патулина в фруктовых и овощных соках и пюре . . . 26
5. Методика определения микотоксина патулина в продуктах переработки плодов и овощей . . . 31
6. Методика определения зараленона в пищевых продуктах . . . 37
7. Методика определения дезоксиниваленола (вомитоксина) в зерне и зернопродуктах . . . 41
8. Методика определения дезоксиниваленола и зеараленона в зерне и зернопродуктах . . . 45
9. Методика определения Т-2 токсина в пищевых продуктах и продовольственном сырье . . . 53
10. Методика определения охратоксина А в пищевых продуктах . . . 57
11. Методики определения микотоксинов: Т-2 токсина, зеараленона (Ф-2) и охратоксина А . . . 63

II. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЧУЖЕРОДНЫХ ВЕЩЕСТВ 77

12. Атомно-абсорбционные методы определения токсичных элементов в пищевых продуктах и пищевом сырье . . . 77
13. Методика определения метил-этилмеркурхлорида в пищевых продуктах, кулинарно обработанных . . . 93
14. Методика определения содержания общей ртути в пищевых продуктах методом беспламенной атомной абсорбции . . . 97
15. Методика по определению хрома в овощных консервах . . . 103
16. Методика определения содержания гистамина в рыбопродуктах (флуорометрический метод) . . . 105
17. Метод выделения, идентификации и количественного определения гистамина в рыбопродуктах (колориметрический метод) . . . 110
18. Методика определения нитратов и нитритов в молоке и молочных продуктах . . . 114
19. Методика определения нитратов и нитритов в плодовоощной консервированной продукции . . . 124

III. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ СТИМУЛЯТОРОВ РОСТА СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННЫХ ЖИВОТНЫХ 133

20. Методика определения остаточных количеств Диэтилстильбэстрола в продуктах животноводства и в биологических жидкостях . . . 133
21. Методика определения остаточных количеств Эстрадиола-17β в продуктах животноводства . . . 138
22. Методика определения антибиотиков тетрациклинового ряда методом тонкослойной хроматографии (качественный анализ) . . . 142
23. Методика определения антибиотиков тетрациклинового ряда флуориметрическим методом (количественный анализ) . . . 143
24. Определение летучих N-нитрозаминов в продовольственном сырье и пищевых продуктах . . . 146

Составители: Брагина И. В., Орехова Н. А. — специалисты лаборатории физико-химических методов исследований Российского Республиканского информационно-аналитического центра.
Под редакцией: Подуновой Л. Г. — заместителя Главного государственного санитарного врача РФ, заслуженного врача РФ.

Подписано к печати. 21.11.94.
Формат 60 × 88/16. Бумага офсетная. Усл. печ. л. 9,8. Усл. кр.-отт. 9,8.
Тираж 1000 экз. Зак. 220.

Изготовлено в Московской типографии № 11 Комитета по печати РФ.
113105, Москва, ул. Нагатинская, 1.

gost.e-ecolog.ru