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 НИТРАТОВ И НИТРИТОВ В ПЛОДООВОЩНОЙ КОНСЕРВИРОВАННОЙ ПРОДУКЦИИ*

1. Сущность метода

1.1. Сущность метода определения нитритов заключается в экстрагировании их водой, очистке экстракта и фотометрическом измерении интенсивности окраски, образующейся при взаимодействии нитрит иона (NO_2^-) с ароматическими аминами.

Нижний предел определения нитритов в колориметрируемом растворе — 0,02 мкг $NO_2^-/см^3$.

Нижний предел определения нитритов в анализируемой пробе — 0,5 мг $NO_2^-/кг$.

1.2. Сущность метода определения нитратов заключается в экстрагировании их водой, очистке экстракта, количественном восстановлении нитратов в нитриты на кадмиевой колонке с последующим фотометрическим измерением интенсивности окраски азосоединения, образующегося при взаимодействии нитритов с ароматическими аминами.

Нижний предел определения нитратов в анализируемой пробе — 1,5 мг $NO_3^-/кг$.

2. Отбор и подготовка проб

2.1. Отбор проб осуществляют по ГОСТ 26313-84, подготовку проб — по ГОСТ 26671-85.

3. Аппаратура, материалы, реактивы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-80 с наибольшим пределом взвешивания до 200 г и пределом допускаемой погрешности 2 мг.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-80 с наибольшим пределом взвешивания до 1000 г и пределом допустимой погрешности 75 мг.

---

* — Методические указания по определению нитратов и нитритов в плодоовощной консервированной продукции, утв. МЗ СССР 19.12.89 № 5161-89

Колориметр фотоэлектрический лабораторный с метрологическими характеристиками по ГОСТ 12083-78 с устройством для отсчитывания значений оптической плотности и светофильтром с $\lambda_{макс}$ = (540 ± 20) нм (зеленый) или спектрофотометр для измерения в видимой области спектра.

Иономер, в том числе pH-метр.

Сушильный шкаф.

Мясорубка бытовая по ГОСТ 4025-78 или электрическая бытовая по ГОСТ 20769-75 с диаметром отверстия 2 мм.

Гомогенизатор.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026, отмытая от нитратов и нитритов не менее 5 раз дистиллированной водой и высушенная при температуре 50—80° С в сушильном шкафу в течение часа.

Бумага индикаторная универсальная pH 1-12 по ТУ 6-09-1181.

Баня водяная с терморегулятором.

Ареометры тип АОН по ГОСТ 18481.

Колонка для восстановления нитратов.

Фильтры обеззоленные по ТУ 6-09-1678-77.

Пипетки или бюретки, дозаторы по ГОСТ 20292-74, вместимостью 1, 2, 5, 10, 20, 25 $см^2$.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770-74, вместимостью 25, 50, 100, 250, 500 и 1000 $см^3$.

Колбы мерные по ГОСТ 1770-74, вместимостью 50, 100, 200, 500 и 1000 $см^3$.

Стаканы химические по ГОСТ 25336-82 вместимостью 50, 500 и 1000 $см^3$.

Колбы конические по ГОСТ 25336-82 вместимостью 50, 100, 250 $см^3$.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336-82.

Палочки стеклянные.

Аммиак водный NH_4OH по ГОСТ 3760-76, плотностью 0,88 $г/см^3$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72 или вода эквивалентной чистоты.

Калий железистосинеродистый 3-водный $K_4Fr(CN)_6 \cdot 3H_2O$ по ГОСТ 4207-75.

Кадмий сернокислый $3CdSO_4 \cdot 8H_2O$ по ГОСТ 4456-75.

Калий азотнокислый KNO_3 по ГОСТ 4217-77.

Кислота соляная HCl по ГОСТ 3118-77 плотностью 1,19 $г/см^3$, растворы с (HCl) = 0,1 моль/$дм^3$, с (HCl) = 2 моль/$дм^3$.

Кислота уксусная ледяная CH_3COOH по ГОСТ 61-75, раствор с объемной долей 150 $см^3/дм^3$.

Медь сернокислая пятиводная $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ по ГОСТ 4165-78.

Натрий азотистокислый $NaNO_2$ по ГОСТ 4197-74.

Натрий тетраборнокислый 10-водный $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ по ГОСТ 4199-74.

Динатриевая соль этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная $Na_2C_{10}H_{14}N_2O_8 \cdot 2H_2O$ (трилон Б) по ГОСТ 10652-73.

Цинк сернокислый 7-водный ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) по ГОСТ 4174-77.

Цинк уксуснокислый $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ по ГОСТ 5823-78.

Цинк гранулированный (или в палочках) по ГОСТ 989-75.

Реактивы для проведения цветной реакции:

кислота сульфаниловая $H_2NC_6H_4SO_3H \cdot 2H_2O$ по ГОСТ 5281-78 и 1-нафтиламинагидрохлорид $C_{10}H_7NH_2HCl$ по ТУ 6-09-07-661-76 или 1-нафтиламин $C_{10}H_7NH_2$ по ГОСТ 8827-74, или сульфаниламид ($H_2NC_6H_4SO_2H_2$) (амидсульфаниловой кислоты) и N-(1-нафтил)этилендиаминадигидрохлорид (НЭДА) ($C_{10}H_7NHCH_2CH_2NH_22HCl$) (НЭДА)

Примечание: все используемые реактивы должны быть квалификации «чда» или «хч».

4. Требования техники безопасности при проведении испытаний

Помещение, в котором проводится определение нитритов и нитратов, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

Работу с кадмием, солями кадмия, α-нафтиламином и НЭДА необходимо проводить в вытяжном шкафу лаборатории с использованием индивидуальных средств защиты (респиратора, защитных очков, резиновых перчаток), с соблюдением правил личной гигиены.

5. Подготовка к испытанию

5.1. Приготовление растворов

5.1.1. Растворы для осаждения белков

5.1.1.1. Реактив Карреза 1: 106,0 г железистосинеродистого калия растворяют в воде и доводят объем раствора до 1000 см³ водой.

5.1.1.2. Реактив Карреза 2: 220,0 г уксуснокислого цинка растворяют в смеси воды и 30 см³ ледяной уксусной кислоты и доводят объем раствора до 1000 см³ водой.

5.1.1.3. Раствор цинка сернокислого: 535,0 г цинка сернокислого растворяют в воде и доводят объем раствора до 1000 см³ водой.

5.1.1.4. Насыщенный раствор буры: 50,0 г тетраборнокислого натрия растворяют в 1000 см³ горячей воды и охлаждают до комнатной температуры.

5.1.2. Раствор гидроокиси натрия с (NaOH) = 1 моль/дм³: 40,0 г гидроокиси натрия растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000 см³.

5.1.3. Буферный раствор pH 9,6—9,7. В мерную колбу вместимостью 1000 см³ вносят около 600 см³ воды, 50 см³ концентрированной соляной кислоты, встряхивают и добавляют 135 см³ аммиака водного

(пл. 0,88 г/см³). Перемешивают, проверяют pH раствора потенциометрически и доводят при необходимости до pH 9,6—9,7.

Объем раствора доводят до метки водой.

5.1.4. Раствор сульфата кадмия: 40,0 г сульфата кадмия растворяют в воде и доводят объем раствора до 1000 см³ водой.

5.1.5. Раствор меди сернокислой: 20,0 г меди сернокислой растворяют в воде и доводят объем раствора до 1000 см³.

5.1.6. Раствор трилона Б: 33,5 г динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты растворяют в воде и доводят объем раствора до 1000 см³.

5.1.7. Раствор для обработки кадмиевой колонки: смешивают 50 см³ раствора трилона Б, 20 см³ раствора соляной кислоты с (HCl) = 0,1 моль/дм³ и доводят объем раствора до 1000 см³.

5.1.8. Стандартные растворы нитрата калия

5.1.8.1. Основной раствор, содержащий 1 мг (NO_3^-)/см³: 1,630 г калия азотнокислого, перекристаллизованного из воды и высушенного до постоянной массы при температуре 110—120° С, вносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в воде и доводят объем раствора до метки водой.

Раствор хранят в холодильнике до 6 месяцев.

5.1.8.2. Рабочий раствор, содержащий 10 мкг (NO_3^-)/см³: пипеткой вносят 10 см³ основного стандартного раствора в мерную колбу на 1000 см³ и доводят объем раствора до метки водой, перемешивают. Раствор хранят в холодильнике не более 1 месяца.

5.1.9. Стандартные растворы нитрита натрия

5.1.9.1. Основной раствор, содержащий 0,2 мг (NO_2^-)/см³: растворяют в воде 0,150 г нитрита натрия, перекристаллизованного из воды и высушенного до постоянной массы при 110—120° С, вносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 500 см³ и перемешивают.

Раствор хранят в холодильнике не более недели.

5.1.9.2. Рабочий раствор, содержащий 2 мкг (NO_2^-)/см³: пипеткой вносят 10 см³ основного раствора в мерную колбу на 1000 см³, доводят объем до метки водой и перемешивают. Используют свежеприготовленный раствор.

5.1.10. Растворы для получения окраски

5.1.10.1. Раствор 1: 2,00 г сульфаниламида растворяют в 400 см³ раствора соляной кислоты (1 + 1), доводят до 1000 см³ этим же раствором и перемешивают.

5.1.10.2. Раствор 2: 0,100 г N-(нафтил) этилендиамина дигидрохлорида (НЭДА) растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

Оба раствора хранят в холодильнике не более 2-х недель.

5.1.10.3. Приготовление реактива Грисса: растворяют 2,10 г сульфаниловой кислоты в 250 см³ раствора уксусной кислоты при нагревании на водяной бане.

Растворяют 0,521 г 1-нафтиламина гидрохлорида в 30 см³

воды или 0,420 г 1-нафтиламина в 30 см³ раствора соляной кислоты с (HCl) = 0,1 моль/дм³ при нагревании на водяной бане. Раствор еще горячим выливают в 200 см³ раствора уксусной кислоты.

Объединяют оба раствора в мерной колбе вместимостью 500 см³ и доводят до метки раствором уксусной кислоты, перемешивают и если необходимо фильтруют (реактив Грисса). Раствор готовят за день до использования. Хранят в холодильнике и используют в течение двух недель.

5.2. Приготовление пористого кадмия

Гранулы цинка (250—300 шт.) распределяют по дну кристаллизатора и заливают 1000 см³ раствора сернокислого кадмия. Через 3—4 часа осадок кадмия отделяют от цинка пинцетом, помещают в стакан с водой и дважды промывают водой по 1 дм³.

Суспензию кадмия переносят в гомогенизатор и измельчают до получения частиц размером 0,3—0,8 мм. Измельченный кадмий переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³ раствором соляной кислоты с(HCl) = 0,1 моль/дм³, промывают декантацией один раз этим же раствором и несколько раз дистиллированной водой. Добавляют 150—200 см³ раствора сульфата меди, вращательными движениями колбы перемешивают содержимое в течение 1 мин. Декантируют раствор сульфата меди и промывают обмедненный кадмий дистиллированной водой несколько раз, отделяя при этом мелкую фракцию кадмия и следя за тем, чтобы он все время был покрыт водой.

5.3. Подготовка кадмиевой колонки

Собирают систему согласно рис. На дно стеклянной колонки помещают тонкий слой стеклянной ваты, колонку заполняют водой и вносят суспензию кадмия фарфоровой ложкой на высоту около 17 см. При заполнении колонки дают воде периодически стекать, следя, чтобы уровень воды не опускался ниже поверхности слоя кадмия. Слой кадмия во время заполнения периодически перемешивают стальной проволокой, чтобы в колонке не оставалось пузырьков газа. Кадмий в колонке хранят под слоем воды.

5.4. Регенерирование кадмиевой колонки

Каждый раз перед анализом кадмиевую колонку промывают последовательно 100 см³ раствора п. 5.1.7, 25 см³ раствора соляной кислоты с(HCl) = 0,1 моль/дм³, и 50 см³ воды. Скорость вытекания жидкости около 10 см³/мин; между анализами колонку с кадмием хранят под водой.

5.5. Проверка восстановительной способности кадмиевой колонки

Восстановительную способность кадмиевой колонки проверяют перед началом анализа один раз в день.

5.5.1. При закрытом кране в резервуар колонки вносят пипеткой 20 см³ рабочего стандартного раствора нитрата калия п. *5.1.8.2* и 5 см³ аммиачного буферного раствора. Устанавливают скорость элюции 3—6 см³/мин и собирают элюат в мерную колбу вместимостью 100 см³. Когда резервуар опустеет, стенки его дважды смывают водой порциями по 15 см³ и пропускают воду через слой кадмия. После того как соберут около 100 см³ элюата, удаляют колбу из-под колонки, доводят объем до метки водой и перемешивают.

5.5.2. Проводят контрольное определение, повторяя операцию как указано в п. *5.5.1*, используя вместо стандартного раствора 20 см³ воды.

5.5.3. В две мерные колбы вместимостью по 50 см³ вносят пипеткой по 10 см³ стандартного (п. *5.5.1*) и контрольного (п. *5.5.2*) элюата и далее проводят определение нитритов как указано в п. *5.6.1.1.*, либо в п. *5.6.1.2.* Если содержание $(NO_2^-)_3$, определенное по градуировочному графику, меньше 0,27 мкг в см³ измеряемого раствора (менее 90% возврата), колонку переподготавливают.

5.5.4. Кадмий переносят из колонки в химический стакан, заливают на ночь раствором соляной кислоты $c(HCl) = 2{,}0$ моль/дм³, промывают дистиллированной водой, а затем раствором сульфата меди по п. *5.2* и снова заполняют колонку, как указано в п. *5.3.* Пропускают через колонку смесь 750 см³ воды, 100 см³ рабочего стандартного раствора нитратов (п. *5.1.8.2*), 20 см³ буферного раствора и 2 см³ раствора трилона Б, со скоростью тока 6 см³/мин. Затем промывают колонку 50 см³ воды и снова проверяют восстановительную способность кадмия.

5.6. Подготовка градуировочного графика

5.6.1. В пять мерных колб вместимостью 50 см³ пипеткой вносят 0; 2,5; 5; 10 и 20 см³ стандартного рабочего раствора нитрита (п. *5.1.9.2*), что соответствует 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,8 мкг нитрита (NO_2^-) в 1 см³ раствора.

Для получения окраски используют реактив НЭДА и сульфаниламид, либо реактив Грисса.

5.6.1.1. Проведение реакции с реактивом НЭДА: в каждую колбу добавляют воды примерно до 30 см³, пипеткой вносят 5 см³ раствора 1 (п. *5.1.10.1*), перемешивают и оставляют при комнатной температуре в темноте на 5 мин. Затем добавляют пипеткой 1 см³ раствора 2 (п. *5.1.10.2*), доводят до метки водой, перемешивают, оставляют в темноте при комнатной температуре на 10 мин, перемешивают.

Измеряют оптическую плотность растворов на спектрофотометре при длине волны 538 нм в кюветах с рабочей длиной 10 мм

или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром в кюветах с рабочей длиной 20 мм. Контролем служит раствор, не содержащий нитритов. Измерение следует провести в течение получаса со времени выдержки.

5.6.1.2. Проведение реакции с реактивом Грисса: в каждую колбу вносят пипеткой 10 см³ реактива Грисса (п. 5.1.10.3), доводят до метки водой, перемешивают и оставляют в темноте на 25 мин. Измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 522 нм в кюветах с рабочей длиной 10 мм или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром. Контролем служит раствор, не содержащий нитритов. Измерение следует провести в течение получаса со времени выдержки.

5.6.2. По полученным средним данным из трех параллельных определений строят градуировочный график. По оси абсцисс откладывают содержание нитритов (NO_2^-) в мкг на см³ измеряемого раствора (0,1; 0,2; 0,4; 0,8 мкг/см³), по оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

6. Проведение испытания

6.1. В зависимости от предполагаемого содержания нитратов в продукте выбирают величину навески анализируемого продукта, объемы фильтратов и элюатов, используемых по ходу испытания (см. таблицу).

Предполагаемое содержание нитратов (NO_3^-), мг/кг	Навеска анализируемой пробы, в г в объеме вытяжки 250 см³	Объем фильтрата для восстановления нитратов на колонке, см³ (объем элюата 100 см³)	Объем элюата для цветной реакции, при объеме колбы 50 см³
5—75	20	20	40
75—300	20	20	10
200—600	10	20	10
400—1400	10	10	10
1000—2500	10	5	5—10

6.1.1. Навеску исследуемого продукта, взятую в химический стакан, количественно переносят 100 см³ горячей (60—70° С) воды в мерную колбу вместимостью 250 см³, добавляют 5 см³ раствора буры и 20 см³ буферного раствора, перемешивают, затем добавляют последовательно по 5 см³ растворов Каррез 1 и Каррез 2, встряхивая после каждого добавления. Выдерживают 15 мин на водяной бане при температуре 60—70° С. Охлаждают, доводят объем раствора до метки водой, фильтруют.

При получении мутного фильтрата в качестве осадителей можно использовать 5 см³ раствора сернокислого цинка и 5—10 см³ раствора гидроокиси натрия или при повторении экстракции применять большее количество осаждающих реактивов и контролировать pH (pH должно быть выше 9,0).

Фильтрат используют для определения нитратов и нитритов.

6.1.2. Для внесения поправки на чистоту используемых реактивов готовят контрольный раствор как указано выше без добавления пробы продукта.

6.2. Определение нитритов: в мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят пипеткой 10 или 20 см³ фильтрата (п. 6.1.1), проводят цветную реакцию аналогично п. 5.6.1.1 с реактивом НЭДА, либо п. 5.6.1.2 с реактивом Грисса.

Контролем служит раствор, в котором вместо фильтрата использован соответствующий объем воды.

Примечание: поскольку фильтраты испытуемых продуктов мо-гут быть окрашенными, в качестве контрольного раствора используется смесь, полученная по приведенной прописи без добавления НЭДА.

По полученному значению оптической плотности с помощью градуировочного графика находят массовую концентрацию нитрит-иона.

6.3. Определение нитратов:

6.3.1. В химический стаканчик вносят 5—20 см³ фильтрата (п. 6.1.1) и 5 см³ буферного раствора, добавляют воды, если необходимо, примерно до 25 см³, раствор переносят в резервуар колонки и пропускают через слой кадмия. Элюат из колонки собирают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Стаканчик и резервуар дважды смывают порциями воды по 15 см³, и воду также пропускают через слой кадмия. Затем заполняют резервуар водой и продолжают элюцию. Скорость вытекания элюата не должна превышать 3—6 см³/мин. После накопления около 100 см³ элюата, колбу удаляют, доводят объем до метки водой и перемешивают. В полученном элюате определяют содержание нитритов.

6.3.2. Для получения контрольного раствора вместо фильтрата через кадмиевую колонку пропускают контрольный раствор на реактивы, приготовленный по п. 6.1.2. Контрольное определение проводят для каждой серии образцов.

6.3.3. В две мерные колбы вносят по 5—40 см³ испытуемого (п. 6.3.1) и контрольного (п. 6.3.2) элюата, и проводят определение либо с реактивом НЭДА (п. 5.6.1.1), либо с реактивом Грисса (п. 5.6.1.2).

7. Обработка результатов

7.1. Массовую концентрацию нитритов (X_1) в мг/кг (в расчете на нитрит-ион), вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{C_1 \cdot V_1 \cdot V_3}{m_1 \cdot V_2}, \text{ где:} \qquad (1)$$

C_1 — массовая концетрация нитрит-иона, найденная по градуировочному графику, мкг/см^3;
V_1 — общий объем экстратка, см^3 (V_1 = 250 см^3);
V_2 — объем фильтрата, взятый на цветную реакцию, см^3;
V_3 — общий объем колориметрируемого раствора, см^3 (V_3 = 50 см^3)
m_1 — масса навески пробы продукта, взятого на анализ, г.

7.2. Массовую концентрацию нитратов (X_2) в мг/кг (в расчете на нитрат-ион) вычисляют по формуле:

$$X_2 = 1{,}35\left(\frac{C_2 \cdot V_1 \cdot V_3 \cdot V_5}{m \cdot V_2 \cdot V_4} - X_1\right), \qquad (2)$$

где:
1,35 — коэффициент пересчета нитритов в нитраты;
C_2 — массовая концентрация нитритов, найденная по градуировочному графику, мкг/см^3;
V_1 — общий объем экстракта, см^3 (V_1 = 250 см^3);
V_2 — объем фильтрата, взятый на восстановление на колонку, см^3;
V_3 — общий объем элюата, см^3 (V_3 = 100 см^3);
V_4 — объем элюата, взятый на цветную реакцию, см^3;
V_5 — общий объем колориметрируемого раствора, см^3 (V_5 = 50 см^3);
m — масса навески пробы продукта, взятого на анализ, г;
X_1 — массовая концетрация нитритов по 7.1, мг/кг.

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