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 МОЛОКЕ И МОЛОЧНЫХ ПРОДУКТАХ*

1. Сущность метода

1.1. Сущность метода определения нитритов заключается в экстрагировании их водой, очистке экстракта и фотометрическом измерении интенсивности окраски азосоединения, образующегося при взаимодействии нитритов с ароматическими аминами.

Нижний предел обнаружения нитритов — 0,02 NO_2^- в $см^3$ колориметрируемого раствора, что соответствует 0,1 мг/кг для жидких и твердых продуктов, и ≤1 мг/кг для сухих продуктов.

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

Нижний предел обнаружения нитратов — 0,03 мг NO_3^- в $см^3$ колориметрируемого раствора, что соответствует 0,2 мг/кг для жидких и твердых продуктов и ≤2 мг/кг для сухих продуктов.

2. Отбор и подготовка проб

2.1. Пробы молока и молочных продуктов отбирают по ГОСТ 13928-84 и ГОСТ 26809-86.

2.2. Подготовка проб к анализу проводится следующим образом:

2.2.1. Пробы молока, жидких заменителей цельного молока, сливок, жидких кисломолочных продуктов, пахты, сыворотки в

---

* — Методические указания по определению нитратов и нитритов в молоке и молочных продуктах, утв. МЗ СССР 28.12.90 № 5308-90

количестве 100 см³ помещают в коническую калиброванную колбу вместимостью 200—250 см³, добавляют 10 см³ теплой (50—55° С) дистиллированной воды и перемешивают.

2.2.2. Пробы сыра твердого, сыра плавленого, сметаны, творога, творожных изделий, сгущенных молочных продуктов, масла сливочного, мороженого в количестве 20 г (творог, сыр предварительно измельчить с помощью устройства для измельчения проб) помещают в коническую калиброванную колбу вместимостью 200—250 см³, добавляют 100 см³ теплой (50—55° С) дистиллированной воды и перемешивают до однородного состояния.

2.2.3. Пробы сухих молочных продуктов, сухих заменителей молока, сухих молочных смесей для детского питания в количестве 10 г помещают в коническую калиброванную колбу вместимостью 200—250 см³, добавляют 100 см³ теплой (50—55° С) дистиллированной воды и перемешивают до однородного состояния.

3. Аппаратура, материалы, реактивы

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

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

Колориметр фотоэлектрический лабораторный с метрологическими характеристиками по ГОСТ 12083-78 с устройством для отсчитывания значений оптической плотности и светофильтром с $\lambda_{макс} = (540 \pm 20)$ 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 или другие измельчители проб.

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

Бумага индикаторная универсальная pH 1—12 по ТУ 6-09-1181-76.

Баня водяная с терморегулятором.

Ареометры, тип АОН по ГОСТ 18481.

Колонка для восстановления нитратов.

Пипетки или бюретки, дозаторы по ГОСТ 20292-74, вместимостью 1, 2, 5, 10, 20, 25 см³.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770-74, вместимостью 25, 50, 100, 250, 500 и 1000 см³.

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

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 $см^3$.

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.

Калий железистосинеродистый $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ по ГОСТ 4207-75.

Кадмий сернокислый $CdSO_4 \cdot 8H_2O$ или $CdCl_2 \cdot 8H_2O$ по ГОСТ 4456-75.

Калий азотнокислый KNO_3 по ГОСТ 4217-77.

Кислота соляная HCl по ГОСТ 3118-77, плотностью 1,19 $г/см^3$.

Кислота уксусная ледяная CH_3COOH по ГОСТ 61-75, плотностью 0,96 $г/см^3$.

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

Натрий азотистокислый $NaNO_2$ по ГОСТ 4197-74.

Динатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты $Na_2C_{10}H_{14}N_2O_8 \cdot 2H_2O$ (трилон Б) по ГОСТ 10652—73.

Цинк сернокислый $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ 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:

1. Кислота сульфаниловая $H_2NC_6H_4SO_3H \cdot 2H_2O$ по ГОСТ 5281-78 и 1-нафтиламин гидрохлорид $C_{10}H_7NH_2HCl$ по ТУ 6-09-07-661-76 или 1-нафтиламин $C_{10}H_7NH_2$ по ГОСТ 8827-74, или

2. Сульфаниламид ($H_2NC_6H_4SO_2NH_2$) (амидсульфаниловой кислоты) и N-(1-нафтил) этилендиамин дигидрохлорид ($C_{10}H_7NHCH_2CH_2NH_22HCl$) (НЭДА) ТУ 6-09-2544-72.

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, 1-нафтиламином и НЭДА необходимо проводить в вытяжном шкафу лаборатории с использованием индивидуальных средств защиты.

5. Подготовка к испытанию

5.1. Приготовление растворов

5.1.1. Растворы для осаждения белков

5.1.1.1. Раствор уксуснокислого цинка: 220,0 г уксуснокислого цинка растворяют в смеси воды и 30 см³ ледяной уксусной кислоты и доводят объем раствора до 1000 см³.

5.1.1.2. Раствор железистосинеродистого калия: 172,0 г железистосинеродистого калия растворяют в воде 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.

5.1.2. Раствор гироокиси натрия: 30,0 г гидроокиси натрия растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 100 см³.

5.1.3. Буферный раствор pH 9,6—9,7. В мерную колбу вместимостью 1000 см³ вносят около 600 см³ воды, 50 см³ концентрирован-ной соляной кислоты, встряхивают и добавляют 135 см³ аммиака водного. 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: 80,0 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 растворят 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 (5.1.12) 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 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 добавляют 20 см³ буфера (5.1.3), доводят объем раствора до метки водой.

Раствор готовят в день проведения анализа.

5.1.9. Стандартные растворы нитрита натрия:

5.1.9.1. Основной раствор, содержащий 0,2 мг (NO_2^-)/см³: 0,150 г нитрита натрия, перекристаллизованного из воды и высушенного

до постоянной массы при 105—110° С, вносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят объем раствора до метки водой.

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 (5.1.9.1) в мерную колбу на 1000 см³, добавляют 20 см³ буфера (5.3.3) и доводят объем до метки водой.

Используют свежеприготовленный раствор.

5.1.10. Растворы для проведения цветной реакции:

5.1.10.1. Раствор 1: 1,0 г сульфаниламида помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, растворяют в 30 см³ воды, добавляют 10 см³ концентрированной соляной кислоты, доводят до метки.

5.1.10.2. Раствор 2: 0,1 г N-(1-нафтил)-этилендиамин дигидрохлорида (НЭДА) растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 50 см³, доводят водой до метки.

Оба раствора хранят в холодильнике в склянках из темного стекла не более двух недель.

5.1.10.3. Приготовление реактива Грисса: растворяют 2,10 г сульфаниловой кислоты в 200 см³ горячей дистиллированной воды и после охлаждения добавляют 50 см³ ледяной уксусной кислоты.

Растворяют 0,521 г 1-нафтиламина гидрохлорида в 50 см³ ледяной уксусной кислоты в мерной колбе вместимостью 200 см³ и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Хранят в холодильнике и используют в течение двух недель.

Объединяют оба раствора в мерной колбе вместимостью 500 см³ и доводят до метки ледяной уксусной кислотой, перемешивают, и если необходимо, фильтруют (реактив Грисса). Раствор готовят за день до использования.

5.1.11. Раствор соляной кислоты с (HCl)-2 моль/дм³: 160 см³ соляной кислоты (плотность 1,19 г/см³) растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм³ в дистиллированной воде и доводят объем раствора до метки.

5.1.12. Раствор соляной кислоты с (HCl)-0,1 моль/дм³: 50 см³ раствора HCl (5.1.11) растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³ и доводят объем до метки дистиллированной водой.

5.1.13. Раствор соляной кислоты: 445 см³ соляной кислоты (плотность 1,19 г/см³) растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм³ в дистиллированной воде и доводят объем раствора до метки.

5.1.14. Раствор азотнокислого серебра: 1 г $AgNO_3$ растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см³ в дистиллированной воде и доводят объем до метки.

5.2. Приготовление пористого кадмия

Гранулы цинка (250—300 шт.) распределяют по дну кристаллизатора и заливают 1 дм³ раствора сернокислого кадмия (5.1.4). Через 24 часа остаток цинка отделяют от кадмия пинцетом, кадмий

промывают водой декантацией 2—3 раза, следя за тем, чтобы кадмий постоянно находился под слоем жидкости. Водную суспензию кадмия измельчают в гомогенизаторе до получения частиц размером 0,3—0,8 мм. Измельченный кадмий переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³ водой, промывают декантацией несколько раз раствором соляной кислоты (5.1.12), затем 2 дм³ воды. Добавляют 150—200 см³ раствора сульфата меди (5.1.5), вращательными движениями колбы перемешивают содержимое колбы в течение 1—1,5 минут. 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

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, при этом уровень воды не должен опускаться ниже поверхности слоя кадмия. Слой кадмия во время заполнения периодически перемешивают стеклянной палочкой, чтобы в колонке не оставалось пузырьков газа.

Колонку, заполненную свежеприготовленным обмедненным пористым кадмием, обрабатывают следующим образом: пропускают через слой кадмия смесь, состоящую из 750 см³ воды, 225 см³ рабочего раствора нитрата калия (5.1.8.2), 20 см³ буферного раствора (5.1.3) и 20 см³ раствора трилона Б (5.1.6) со скоростью 6 см³/мин, после чего промывают кадмиевую колонку 250—300 см³ дистиллированной воды до полного удаления нитритов. Кадмий в колонке хранят под слоем воды.

5.4. Проверка восстановительной способности кадмиевой колонки

Восстановительную способность кадмиевой колонки проверяют перед началом и концом анализа каждый день.

5.4.1. В резервуар колонки пипеткой вносят 20 см³ рабочего стандартного раствора нитрата калия (5.1.8.2) и 5 см³ аммиачного буферного раствора (5.1.3). Устанавливают скорость элюции 3—4 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.

5.4.2. Проводят контрольное определение, повторяя операцию как указано в п. 5.4.1, используя вместо стандартного раствора 20 см³ воды.

5.4.3. В две мерные колбы вместимостью по 50 см³ вносят пипеткой по 25 см³ стандартного (п. 5.4.1) и контрольного (п. 5.4.2) элюата и далее проводят определение нитритов как указано в п. 5.6.1.1. либо в п. 5.6.1.2. Если содержание нитритов, определенное по градуировочному графику, меньше 0,67 мкг/см³ (90%), колонку следует регенерировать.

5.5. Регенерирование кадмиевой колонки

Регенерацию колонки следует проводить, если контроль колонки показывает снижение ее эффективности. Для этого колонку промывают последовательно 100 см³ раствора (5.1.7), 25 см³ раствора соляной кислоты (5.1.12), 50 см³ воды и 25 см³ разбавленного 1 : 9 буфера (5.1.3) со скоростью 6 см³/мин. Если эффективность колонки и после этого окажется неудовлетворительной, то кадмий переносят из колонки в химический стакан с раствором соляной кислоты с (HCl) = 2,0 моль/дм³ (5.1.11) на ночь. Затем кадмий декантацией промывают дистиллированной водой до отсутствия хлорид-ионов (контроль с помощью азотнокислого серебра), а затем раствором сульфата меди (5.1.5) и снова заполняют колонку как указано в п. 5.3. Пропускают через колонку смесь 750 см³ воды, 100 см³ рабочего стандартного раствора нитратов (5.1.8.2), 20 см³ буферного раствора (5.1.3) и 2 см³ раствора трилона Б (5.1.6) со скоростью 6 см³/мин. Затем промывают колонку водой до полного удаления нитритов, пропусканием 250—300 см³ воды и снова проверяют восстановительную способность кадмия по п. 5.4.

5.6. Построение градуировочного графика для определения нитритов

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

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

5.6.1.1. Проведение реакции с реактивом НЭДА и сульфаниламидом.

В каждую колбу добавляют воды до 30 см³, пипеткой вносят 5 см³ раствора (5.1.10.1) и 1 см³ раствора соляной кислоты (5.1.13), перемешивают и оставляют при комнатной температуре в течение 5 мин. Затем добавляют пипеткой 1 см³ раствора 2 (5.1.10.2), доводят до метки водой и 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—20 мм или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром в кюветах с рабочей длиной 10—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 (5.1.10.3), доводят до метки водой, перемешивают и оставляют в темноте на час. Измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 522 нм в кюветах с рабочей длиной 10—20 мм или на фотоэлектроколориметре с зеленым фильтром. Контролем служит раствор, не содержащий нитритов. Измерение следует провести в течение получаса со времени выдержки.

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

6.1. Проведение анализа

6.1. Колбу с подготовленной по п. 2.2. пробой помещают на водяную баню (60—65° С), вносят 12 см³ раствора сульфата цинка (5.1.1.3) или 12 см³ ацетата цинка (5.1.1.1) и 12 см³ раствора калия железистосинеродистого (5.1.1.2), 40 см³ аммиачного буфера (5.1.3). Выдерживают при этой температуре 15 мин, периодически перемешивая содержимое колбы, затем охлаждают до комнатной температуры. Содержимое колбы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, ополаскивают дистиллированной водой и объединяют с основной смесью; объем доводят до метки дистиллированной водой, фильтруют через бумажный фильтр. Полученный фильтрат используется для определения нитратов и нитритов.

Примечание 1. При получении мутного фильтрата, экстракцию необходимо повторить, при этом целесообразно использовать большее количество осадителей, или добавить дополнительно 2—5 см³ раствора гидроокиси натрия (5.1.2) до pH 9.

Примечание 2. Для оценки чистоты используемых реактивов и воды готовят «холостую пробу» как указано выше без добавления пробы продукта. В случае получения окрашенного раствора любой интенсивности реактивы и воду следует подвергнуть дополнительной очистке (перегонке, перекристаллизации) или заменить.

6.2. Определение нитритов: в мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят 20 см³ фильтрата (6.1) и проводят цветную реакцию аналогично п. 5.6.1.1 с реативом НЭДА, либо п. 5.6.1.2 с реактивом Грисса.

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

Примечание 3. Если фильтраты испытуемых продуктов окра-

шены, то в качестве контрольного раствора используется смесь, полученная по приведенной выше (6.2) прописи без добавления НЭДА.

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

6.3. Определение нитратов: перед началом работы и после анализа каждой пробы кадмиевую колонку промывают последовательно 25 см³ раствора соляной кислоты (5.1.12), 50 см³ дистиллированной воды и 25 см³ разбавленного (1 : 9) буфера (5.1.3).

6.3.1. В химический стаканчик вносят 20 см³ фильтрата (6.1) и 5 см³ буферного раствора (5.1.3), раствор переносят в резервуар колонки и пропускают через слой кадмия со скоростью 3—4 см³/мин. Элюат из колонки собирают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Стаканчик и резервуар дважды смывают порциями воды по 15 см³ и также пропускают через слой кадмия. Затем заполняют резервуар водой и продолжают элюцию. После накопления около 80 см³ элюата, колбу удаляют. К полученному элюату добавляют 10 см³ раствора (5.1.10.1) и 2 см³ раствора соляной кислоты (5.1.13), перемешивают и оставляют при комнатной температуре в темноте на 5 мин. Затем добавляют пипеткой 2 см⁻³ раствора (5.1.10.2), доводят до метки дистилллированной водой, перемешивают, оставляют в темноте при комнатной температуре на 10 мин, перемешивают. Измерение оптической плотности полученного раствора проводят в сравнении с контрольной пробой, используя при этом 20 см³ элюата, полученного при пропускании дистиллированной воды через колонку.

7. Обработка результатов

7.1. Массовую концентрацию нитритов (X) в мг/дм³ жидких продуктов в расчете на нитрит-ион вычисляют по формуле:

$$X_1 = K\frac{C_1 \cdot V_1 \cdot V_2}{V_3 \cdot V_4}, \text{ где:} \qquad (I)$$

K — коэффициент (таблица 1);
C_1 — массовая концентрация нитритов, найденная по градуировочному графику, мкг/см³;
V_1 — общий объем экстракта, см³;
V_2 — объем колориметрируемого раствора, см³;
V_3 — объем образца, взятый для анализа, см³;
V_4 — объем фильтрата, взятый на цветную реакцию, см³.

Массовая концентрация нитритов (X), выраженная в мг/кг (мкг/г) твердого или сухого продукта (в пересчете на нитрит-ион), вычисляется по формуле:

$$X_2 = K\frac{C_1 \cdot V_1 \cdot V_2}{m \cdot V_4}, \text{ где}$$

m — масса навески образца, взятого на анализ, г.

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

$$Y = K_2 \frac{C_2 \cdot V_1 \cdot V_6 \cdot V_8}{m \cdot V_5 \cdot V_7} - X_2, \text{ где} \qquad (II)$$

K_2 — коэффициент (таблица 1);
C_2 — массовая концентрация нитритов, найденная по градуировочному графику, мкг/см^3;
V_1 — общий объем экстракта, см^3;
V_5 — объем фильтрата, взятый на восстановление на колонку, см^3;
V_6 — общий объем элюата, см^3;
V_7 — объем элюата, взятый на цветную реакцию, см^3;
V_8 — общий объем колориметрируемого раствора, см^3;
m — масса навески пробы продукта, взятого на анализ, г;
X_2 — массовая концентрация нитритов по п. 7.1, мг/кг.

Таблица 1

Значение коэффициентов влияния матрицы продукта на определение нитратов и нитритов

Продукт	K	K_1	K_2
Молоко пастеризованное	1,09	1,06	1,43
Сливки	1,05	1,07	1,44
Кефир жирный	0,95	1,05	1,42
Кефир фруктовый	1,09	1,18	1,59
Кефир с витамином «С»	1,13	1,14	1,53
Простокваша	1,00	1,00	1,00
Ряженка	0,87	0,99	1,33
Сметана	1,00	1,09	1,47
Творог жирный	1,00	0,93	1,26
Творожные изделия	0,83	0,93	1,26
Паста ацидофильная	1,00	1,00	1,00
Сыры	0,96	1,05	1,42
Мороженое	1,00	0,99	1,33
Сухие молочные продукты	1,08	1,05	1,42
Сгущеное молоко	0,99	1,05	1,34

Массовую концентрацию нитратов (у) в мг/дм^3 вычисляют по формуле:

$$Y = K_2 \frac{C_2 \cdot V_1 \cdot V_6 \cdot V_8}{V_0 \cdot V_5 \cdot V_7} - X_1, \text{ где:}$$

V_0 — объем образца, взятый на анализ, см^3;
K_2, C_2, V_1, V_5, V_6, V_7, V_8 — по п. 7.2.

K — коэффициент, учитывающий влияние матрицы молочного продукта на определение нитритов;

K_1 — коэффициент, учитывающий влияние матрицы молочного продукта на определение нитратов;

K_2 — $1{,}35 \cdot K_1$: 1,35 — переходный коэффициент с нитритов в нитраты.

8. Оценка результатов анализа

Вычисления проводят с точностью, соответствующей пределу обнаружения. За окончательный результат, выполненный в одной лаборатории, принимают среднее арифметическое ($\bar{x}$) результатов двух параллельных определений.

Допустимое расхождение между двумя параллельными определениями, выполненными в одной лаборатории, зависит от уровня концентраций, и при P = 0,95 не должно превышать значений сходимости (r), указанных в таблице 2.

Допустимое расхождение между результатами испытаний, выполненных в 2-х разных лабораториях, зависит от уровня концентраций, и при P = 0,95 не должно превышать значений воспроизводимости (R), указанных в таблице 2.

При сравнении аналитических результатов с величиной ПДК или сертификата, используется значение CrD. Если разница обна-

Таблица 2

Внутрилабораторная сходимость (r), межлабораторная воспроизводимость (R) и допустимое критическое отклонение от ПДК (CrD) для фотометрического метода определения нитратов и нитритов при различных уровнях концентраций $\bar{X}$, $\bar{Y}$ в молочных продуктах (мг/кг или мг/дм^3)

$\bar{Y}$	r	R	CrD при n = 2
		Нитраты	
5	2,72	4,32	2,9
10	3,29	6,72	4,4
25	5,0	13,92	9,4
50	7,89	25,9	17,3
100	13,64	49,9	33,6
$\bar{X}$	r	R	CrD при n = 2
		Нитриты	
1	0,35	1,19	0,81
5	0,74	5,27	3,67
10	1,24	10,4	7,25
15	1,7	15,5	10,8

руженной концентрации и величина ПДК (сертификата) не превышает значений CrD, представленных в таблице 2, можно принять, что при доверительной вероятности P = 0,95 определяемая концентрация сопоставима с ПДК; если полученная разница превышает CrD, обнаруженную концентрацию нитратов или нитритов в продукте следует считать несоответствующей уровню ПДК (сертификата).

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