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 ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ХРОМА В ОВОЩНЫХ КОНСЕРВАХ*

1. Принцип метода

Метод основан на каталитическом окислении трехвалентного хрома до шестивалентного перекисью водорода и фотометрическом определении окрашенного в фиолетово-розовый цвет комплекса, образующегося при взаимодействии хрома (VI) с дифенилкарбазидом.

2. Посуда и приборы

1. Чашки фарфоровые № 1, ГОСТ 9147-59.
2. Колбы мерные, объем 25 мл, ГОСТ 1770-64.
3. Стаканы центрифужные, объем 50 мл.
4. Пипетки Мора, объем 20 мл, ГОСТ 1770-64.
5. Стаканы химические, объем 50—100 мл, ГОСТ 10394-03.
6. Муфельная печь.
7. Водяная баня.
8. Фотоэлектроколориметр с кюветой толщиной слоя 50 мм.

Примечание: При мытье посуды не должна использоваться хромовая смесь. Посуду следует мыть соляной кислотой (1:1).

3. Реактивы

1. Азотная кислота, концентрированная, ГОСТ 4461.
2. Едкий натр, ГОСТ 4328, 50% раствор.
3. Едкий натр, ГОСТ 4328, 10% раствор.
4. Серная кислота, ГОСТ 4204, (1:1).
5. Пергидроль, ГОСТ 177.
6. Фосфат натрия однозамещенный, ГОСТ 245, насыщенный, профильтрованный раствор.
7. Платиновая проволока, кусочки длиной 5—10 мм.
8. Дифенилкарбазид, ГОСТ 5859, 0,5% раствор в ацетоне, свежеприготовленный.
9. Железоаммонийные квасцы, ГОСТ 4505, 9% раствор. 9 г квасцов, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, добавляют по каплям крепкую соляную кислоту только до получения прозрачного раствора, избегая ее избытка, и доводят раствор до 100 мл дистиллированной водой.
10. Стандартный раствор Cr(III), готовят из гидрата окиси хрома ГОСТ 4196-69.

---

* — Методические рекомендации по определению хрома в овощных консервах, утв. МЗ СССР 19.11.74 г.

0,2673 г $Cr(OH)_3 \cdot 2H_2O$ растворяют в 2 мл концентрированной соляной кислоты, количественно переносят дистиллированной водой в мерную колбу на 100 мл, доводят объем до метки (раствор А).

1 мл раствора, содержащий 1 мг хрома(III), переносят в мерную колбу на 100 мл и доводят объем до метки дистиллированной водой (раствор Б). 1 мл раствора Б содержит 10 мкг хрома.

11. Соляная кислота, ГОСТ 3118-67.

Все реактивы, используемые для анализа должны быть квалификации чда.

4. Ход определения

Исследуемый образец консервов растирают в фарфоровой ступке до состояния однородной массы.

10 г средней пробы помещают в фарфоровую чашечку, высушивают на песчаной бане, затем увеличивают температуру бани и выдерживают на ней чашечку с навеской до прекращения выделения дыма. Далее чашечку помещают у края холодного муфеля, включают муфель и при открытой дверце проводят обугливание навески. Обугливание должно проходить медленно, без обильного выделения дыма, чтобы не допустить спекания золы и потерь хрома. После прекращения выделения дыма чашечку ставят вглубь муфельной печи, закрывают дверцу муфеля и проводят озоление при 540° С. Для более быстрого сгорания частичек угля золу в процессе озоления 2—3 раза обрабатывают небольшим количеством дистиллированной воды. После каждой обработки водой содержимое чашечки подсушивают на водяной, а затем на песчаной бане. Озоление проводят до получения золы серовато-белого или желтоватого цвета. Зола не должна содержать частиц угля.

К полученной золе добавляют 10 мл дистиллированной воды, 0,5 мл концентрированной азотной кислоты и, тщательно перемешивая палочкой, переводят содержимое чашечки в раствор, при необходимости подогревая чашку на кипящей водяной бане.

К раствору в чашке добавляют 1,5 мл раствора железоаммонийных квасцов и нейтрализуют до pH 7—8 10% раствора едкого натра. В чашку вносят кусочек платиновой проволоки длиной 5—10 мм, добавляют 5 капель 50% раствора едкого натра, 5 капель пергидроля и выпаривают содержимое чашки на кипящей водяной бане до получения слегка влажного осадка, но не досуха.

Содержимое чашки после упаривания количественно переносят в мерную колбу на 25 мл дистиллированной водой, оставляя платиновую проволоку в чашке. Объем в колбе доводят до метки дистиллированной водой и хорошо перемешивают. Осадок от раствора отделяют центрифугированием в течение 15 мин. со скоростью около 3000 об/мин.

20 мл прозрачного центрифугата переносят в химический стакан емкостью 50—100 мл, добавляют 1 мл серной кислоты (1:1), 1 мл

насыщенного раствора однозамещенного фосфата натрия, 1 мл 0,5% раствора дифенилкарбазида, тщательно перемешивая содержимое стакана после добавления каждого реактива.

Через 5 минут измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре при оптимальной длине волны 540 нм (светофильтр 6) в кювете с толщиной слоя 50 мм. Эталонами сравнения служат 2 раствора, содержащие все реактивы и в тех же количествах, какие были добавлены к исследуемой пробе, и обработанные в условиях, аналогичных с обработкой пробы.

Содержание хрома в растворе определяют по калибровочному графику. Количество хрома в мг/кг продукта рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A}{B}, \text{ где:}$$

A — количество хрома, найденное по калибровочному графику, мкг;

B — навеска продукта, г.

5. Построение калибровочного графика

В фарфоровые чашечки вносят: 0,05; 0,1; 0,15; 0,2; 0,3 мл стандартного раствора Cr(III), что соответствует 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 3,0 мкг Cr(III), добавляют по 10 мл дистиллированной воды, по 0,5 мл концентрированной азотной кислоты и в дальнейшем проводят работу как описано в ходе определения хрома.

Оптические плотности определяют по сравнению с двумя контрольными растворами, содержащими все реактивы и в тех же количествах, какие были добавлены к растворам, содержащим хром, и обработанными в аналогичных условиях.

Градуированный график строят, откладывая на оси абсцисс содержание хрома в мкг, на оси ординат — оптическую плотность.

Для построения графика используют средние величины оптических плотностей из четырех параллельных определений для каждой из концентраций.

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