Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1/4.2. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ И МИКРОБИОЛОГИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Оценка подлинности и выявление фальсификации молочной продукции

Методические указания
МУ 4.1/4.2.2484—09

Издание официальное

Москва • 2009

gost.e-ecolog.ru

Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека

4.1/4.2. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ И МИКРОБИОЛОГИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Оценка подлинности и выявление фальсификации молочной продукции

Методические указания
МУ 4.1/4.2.2484—09

ББК 51.23
О93

О93 **Оценка** подлинности и выявление фальсификации молочной продукции: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—30 с.

ISBN 5—7508—0767—3

1 Разработаны ГУ НИИ питания РАМН (В. А. Тутельян, В. В. Бессонов, С. Н. Кулакова, К. И. Эллер, С. А Шевелева, В. К. Мазо, С. Н. Зорин).

2. Рекомендованы Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 11 февраля 2009 г.

4. Введены в действие с момента утверждения.

5 Введены впервые.

ББК 51.23

ISBN 5—7508—0767—3

© Роспотребнадзор, 2009
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009

Содержание

1. Введение 4
2. Область применения 5
3. Нормативные ссылки 6
4. Термины и определения 7
5. Основные критерии, характеризующие подлинность молочной продукции 7
6. Методы определения показателей подлинности молочной продукции 12
Приложение 1. Документы, устанавливающие границы вариабельности значения критерия подлинности в пределах колебания средних данных 18
Приложение 2. Предел допустимых отклонений некоторых показателей пищевой ценности готового продукта, нанесенных на этикетку при маркировке, от действительных значений показателей пищевой ценности 19
Приложение 3 Жирно-кислотный состав молочного жира коровьего молока 20
Приложение 4 Методические указания по определению относительного содержания сывороточных белков молока 21

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
11 февраля 2009 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1/4.2. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ И МИКРОБИОЛОГИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Оценка подлинности и выявление фальсификации молочной продукции

Методические указания МУ 4.1/4.2.2484—09

1. Введение

Настоящие методические указания подготовлены в соответствии со статьей 7 Федерального закона «О техническом регулировании» и в целях реализации Федерального закона № 88-ФЗ «Технический регламент на молоко и молочную продукцию» в части, касающейся идентификации молока и продуктов его переработки, установления подлинности и выявления фальсификации молока и молочных продуктов.

Методы выявления фальсификации учитывают методы проведения исследований, установленные в распоряжении Правительства РФ от 15 декабря 2008 г. № 1866-р для уточнения порядка проведения работ по оценке подлинности и выявлению фальсификации молока и молочной продукции. Кроме того, приведенные в настоящем документе критерии подлинности не являются заменой идентификационных показателей молока и молочной продукции, установленных в прилож. 9—12 Федерального закона № 88-ФЗ «Технический регламент на молоко и молочную продукцию».

Производство и реализация некачественной фальсифицированной и контрафактной продукции наряду с намеренным введением потребителя в заблуждение относительно свойств и происхождения продуктов может наносить прямой ущерб здоровью населения и способствовать недобро-

совестной конкуренции на продовольственном рынке. Кроме того, в последнее время становится все более актуальной проблема ложной или вводящей в заблуждение маркировки пищевых продуктов. Неправильные и необоснованные заявления изготовителей при этикетировании продукции могут касаться существенных композиционных характеристик, пищевой ценности или экономических показателей продовольствия, то есть непосредственно затрагивать сферу безопасности и законных (личностных) прав потребителей.

Основные положения по процедуре установления подлинности и выявлению фальсификации молока и продуктов его переработки приведены в Федеральном законе от 12.06.2008 № 88-ФЗ «Технический регламент на молоко и молочную продукцию» (ст. 24—26, 36).

Настоящие методические указания разработаны в развитие указанных статей.

В методических указаниях приведены виды натуральной молочной продукции, наиболее часто являющиеся объектом фальсификации, основные критерии подлинности, документы, их устанавливающие, и методы их контроля.

2. Область применения

2.1. Настоящие методические указания устанавливают критерии и методы определения подлинности и выявления фальсификации молока и молочной продукции.

2.2. Методические указания предназначены для специалистов органов и организаций Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, осуществляющих контроль качества и безопасности продовольственного сырья и пищевых продуктов, находящихся в обращении на территории Российской Федерации, научно-исследовательских организаций гигиенического профиля и медицинских учебных заведений.

Настоящие методические указания могут быть использованы другими лабораторными центрами, аккредитованными в установленном порядке, в том числе при проведении производственного контроля продовольственного сырья и пищевых продуктов.

2.3. Исследования по оценке подлинности проводятся в аккредитованных в установленном порядке лабораториях. Область аккредитации лабораторий должна включать показатели, перечисленные в разделе 5.

3. Нормативные ссылки

3.1. Федеральный закон от 02.01.2000 № 29-ФЗ «О качестве и безопасности пищевых продуктов».

3.2. Федеральный закон от 07.02.1992 № 2300-I «О защите прав потребителей».

3.3. Федеральный закон от 23.09.1992 № 3520-I «О товарных знаках, знаках обслуживания и наименованиях мест происхождения товаров».

3.4. Федеральный закон от 27.12.2002 № 184-ФЗ «О техническом регулировании».

3.5. Федеральный закон от 12.06.2008 № 88-ФЗ «Технический регламент на молоко и молочную продукцию».

3.6. Постановление Правительства Российской Федерации от 22 ноября 2000 г. № 883 «Об организации и проведении мониторинга качества, безопасности пищевых продуктов и здоровья населения».

3.7. Постановление Правительства Российской Федерации от 21 декабря 2000 г. № 987 «О государственном надзоре и контроле в области обеспечения качества и безопасности пищевых продуктов».

3.8. Распоряжение Правительства РФ от 15 декабря 2008 г. № 1866-р.

3.9. СанПиН 2.3.2.1078—01 «Гигиенические требования к качеству и безопасности продовольственного сырья и пищевых продуктов» с дополнениями и изменениями:

- СанПиН 2.3.2.2227—07 «Дополнения и изменения 5 к СанПиН 2.3.2.1078—01 «Гигиенические требования безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов»;
- СанПиН 2.3.2.2340—08 «Дополнения и изменения 6 к СанПиН 2.3.2.1078—01 «Гигиенические требования безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов»;
- СанПиН 2.3.2.2351—08 «Дополнения и изменения 7 к СанПиН 2.3.2.1078—01 «Гигиенические требования безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов»;
- СанПиН 2.3.2.2354—08 «Дополнения и изменения 8 к СанПиН 2.3.2.1078—01 «Гигиенические требования безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов»;
- СанПиН 2.3.2.2362—08 «Дополнения и изменения 9 к СанПиН 2.3.2.1078—01 «Гигиенические требования безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов»;
- СанПиН 2.3.2.2401—08 «Дополнения и изменения 10 к СанПиН 2.3.2.1078—01 «Гигиенические требования безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов»;

• СанПиН 2.3.2.2421—08 «Гигиенические требования безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов». Дополнение 11 к СанПиН 2.3.2.1078—01.

3.10. СанПиН 2.3.2.1293—03 «Гигиенические требования по применению пищевых добавок» с дополнениями и изменениями:

• СанПиН 2.3.2.2364—08 «Дополнения и изменения 1 к СанПиН 2.3.2.1293—03 «Гигиенические требования по применению пищевых добавок».

4. Термины и определения

Подлинность (или **аутентичность) пищевой продукции** – неотъемлемая составная часть качества пищевой продукции (в том числе молока и молочной продукции), определяемая совокупностью физико-химических и биологических показателей, абсолютные количественные значения и интервалы, изменения которых обоснованы природными свойствами сырья и допустимым технологическим воздействием при получении готовых пищевых продуктов.

Фальсифицированная пищевая продукция – пищевые продукты и продовольственное сырье (в том числе молоко и молочная продукция), умышленно измененные (поддельные) и (или) имеющие скрытые свойства и качество, информация о которых является заведомо неполной или недостоверной.

Идентификация пищевых продуктов – это установление соответствия пищевых продуктов (в том числе молока и молочной продукции) их заявленному наименованию (вид, класс, категория, сорт, географическое происхождение) путем исследования тождественности показателей аутентичным образцам и/или их описанию, опубликованным в соответствующих документах, и информации, содержащейся в сопроводительных документах и потребительских этикетках, с применением аналитических и органолептических методов.

Содержание – концентрация специфического компонента в количествах, находящихся в пределах естественных вариаций для данного вида продукции (в том числе для молока и молочной продукции).

5. Основные критерии, характеризующие подлинность молочной продукции

5.1. Виды молока и молочной продукции, которые наиболее часто являются объектами фальсификации и подлежат контролю по критериям, подтверждающим подлинность:

1) сырое молоко и сырые сливки;

2) питьевое молоко и питьевые сливки;

3) кисло-молочные жидкие продукты, в т. ч. обогащенные пробиотическими микроорганизмами;

4) творог и творожные продукты;

5) сметана и продукты на ее основе;

6) масло из коровьего молока;

7) сыр и сырные продукты;

8) молочные консервы, сгущенное молоко.

5.2. Основные показатели, характеризующие подлинность (аутентичность) в границах естественных вариаций для молока и продуктов его переработки, установлены в документах, перечисленных в прилож. 1.

5.3. При проведении исследований по оценке подлинности указанных видов пищевой продукции с целью выбора критериев оценки подлинности продукции, а также выявлению различных способов фальсификации, следует использовать данные, приведенные в табл. 1.

Таблица 1

Критерии подлинности продукции при различных способах ее фальсификации

№ п/п	Виды продукции	Способ фальсификации	Критерии подлинности*
1	2	3	4
1	Сырое молоко и сырые сливки	Снижение пищевой ценности	Массовая доля жира Массовая доля белка Состав моно- и дисахаридов Температура замерзания Состав сывороточных белков молока
		Использование нейтрализующих веществ	Содержание аммиака, перекиси водорода, соды
		Использование не молочных видов сырья, добавление растительных масел	Жирно-кислотный состав жировой части продукта Количественное содержание β-ситостеринов, кампестерина, стигмастерина и брассикастерина
		Использование консервантов	Отсутствие консервантов
		Фальсификация белкового азота (использование меламина)	Отсутствие меламина

Продолжение табл. 1

1	2	3	4
2	Питьевое молоко и питьевые сливки	Снижение пищевой ценности	Массовая доля жира Массовая доля белка Состав моно- и дисахаридов Температура замерзания Состав сывороточных белков молока
		Использование нейтрализующих веществ	Содержание аммиака, перекиси водорода, соды
		Использование не молочных видов сырья, добавление растительных масел	Жирно-кислотный состав жировой части продукта Количественное содержание β-ситостеринов, кампестерина, стигмастерина и брассикастерина
		Отсутствие термической обработки	Проба на фосфатазу
		Использование консервантов	Отсутствие консервантов
		Фальсификация белкового азота (использование меламина)	Отсутствие меламина
3	Кисло-молочные жидкие продукты	Снижение пищевой ценности	Массовая доля жира Массовая доля белка Состав моно- и дисахаридов
		Использование не молочных видов сырья, добавление растительных масел	Жирно-кислотный состав жировой части продукта Количественное содержание β-ситостеринов, кампестерина, стигмастерина и брассикастерина
		Использование консервантов	Отсутствие консервантов
		Фальсификация белкового азота (использование меламина)	Отсутствие меламина
		Использование заквасочных культур, не соответствующих видовому составу и количеству заквасочных микроорганизмов	Подтверждение видового состава заквасочной микрофлоры, количественное содержание микроорганизмов заквасочной микрофлоры Состав органических кислот

Продолжение табл. 1

1	2	3	4
4	Творог и творожные продукты	Снижение пищевой ценности	Массовая доля жира Массовая доля белка Состав моно- и дисахаридов
		Использование не молочных видов сырья, добавление растительных масел	Жирно-кислотный состав жировой части продукта Количественное содержание β-ситостеринов, кампестерина, стигмастерина и брассикастерина
		Фальсификация белкового азота (использование меламина)	Отсутствие меламина
		Изменение видовой характеристики продукции	Состав органических кислот
5	Сметана и продукты на ее основе	Снижение пищевой ценности	Массовая доля жира Массовая доля белка Массовая доля сухих обезжиренных веществ Состав моно- и дисахаридов
		Использование не молочных видов сырья, добавление растительных масел	Жирно-кислотный состав жировой части продукта Количественное содержание β-ситостеринов, кампестерина, стигмастерина и брассикастерина
		Использование консервантов	Отсутствие консервантов
		Фальсификация белкового азота (использование меламина)	Отсутствие меламина
6	Масло из коровьего молока	Снижение пищевой ценности	Массовая доля жира Состав моно- и дисахаридов
		Использование не молочных видов сырья, добавление растительных масел	Жирно-кислотный состав жировой части продукта Количественное содержание β-ситостеринов, кампестерина, стигмастерина и брассикастерина
		Использование консервантов	Отсутствие консервантов
		Использование пищевых красителей, за исключением β-каротина	Отсутствие пищевых красителей, кроме β-каротина

Продолжение табл 1

1	2	3	4
7	Сыр и сырные продукты	Снижение пищевой ценности	Массовая доля жира Массовая доля белка Состав моно- и дисахаридов
		Использование не молочных видов сырья, добавление растительных масел	Жирно-кислотный состав жировой части продукта Количественное содержание β-ситостеринов, кампестерина, стигмастерина и брассикастерина
		Фальсификация белкового азота (использование меламина)	Отсутствие меламина
		Изменение видовой характеристики продукции	Состав органических кислот
8	Молочные консервы, сгущенное молоко	Снижение пищевой ценности	Массовая доля жира Массовая доля белка Состав моно- и дисахаридов
		Использование не молочных видов сырья, добавление растительных масел	Жирно-кислотный состав жировой части продукта Количественное содержание β-ситостеринов, кампестерина, стигмастерина и брассикастерина
		Использование пищевых красителей, за исключением β-каротина	Отсутствие пищевых красителей, кроме β-каротина
		Использование консервантов	Отсутствие консервантов
		Использование недекларированных фруктозы, сахарозы и глюкозы и подсластителей в молоке концентрированном не подслащенном	Отсутствие фруктозы, сахарозы, глюкозы, подсластителей
		Фальсификация белкового азота (использование меламина)	Отсутствие меламина

* При оценке содержания массовых долей жира и белка также следует учитывать предел допустимых отклонений показателей пищевой ценности готового продукта, нанесенных на этикетку, от действительных значений показателей пищевой ценности (приведены в прилож. 2).

6. Методы определения показателей подлинности молочной продукции

6.1. При исследовании показателей подлинности молочной продукции, определенных в табл. 1 раздела 5 настоящего документа, следует учитывать границы вариабельности значения критерия показателей подлинности.

6.2. При оценке содержания массовых долей жира и белка также следует учитывать предел допустимых отклонений показателей пищевой ценности готового продукта, нанесенных на этикетку, от действительных значений показателей пищевой ценности (приведены в прилож. 2).

6.3. Методы проведения исследований по критериям подлинности молока и молочной продукции для видов продукции, приведенных в разделе 5, а также границы вариабельности значения критерия приведены в табл. 2.

Таблица 2

Методы определения критериев подлинности молока и молочной продукции

№ п/п	Критерии подлинности	Границы вариабельности значения критерия*	Методы исследования
1	2	3	4
1	Массовая доля жира	Согласно декларации изготовителя в соответствии с техническим регламентом	«Руководство по методам анализа качества и безопасности пищевых продуктов» /Под ред. И. М. Скурихина, В. А. Тутельяна. М., «Брандес», «Медицина», 1998. ГОСТ 29247—91. Консервы молочные. Методы определения жира. ГОСТ 22760—77. Молочные продукты. Гравиметрический метод определения жира. ГОСТ Р 51452—99. Консервы молочные сгущенные. Гравиметрический метод определения массовой доли жира. ГОСТ Р 51457—99. Сыр и сыр плавленый. Гравиметрический метод определения массовой доли жира

Продолжение табл. 2

1	2	3	4
2	Массовая доля белка	Согласно декларации изготовителя в соответствии с техническим регламентом	«Руководство по методам анализа качества и безопасности пищевых продуктов» /Под ред. И. М. Скурихина, В. А. Тутельяна. М., «Брандес», «Медицина», 1998. ГОСТ 23327—98. Молоко и молочные продукты. Метод измерения массовой доли общего азота по Кьельдалю и определение массовой доли белка ГОСТ 25179—90. Молоко. Методы определения белка. ГОСТ Р 51470—99. Казеины и казеинаты. Метод определения массовой доли белка
3	Состав моно- и дисахаридов	Относительное содержание суммы сахарозы, глюкозы, галактозы по отношению к содержанию лактозы должно составлять менее 2 % от содержания лактозы. Содержание лактозы в цельном молоке: 2,2—9,4 г/100 г	Руководство по методам контроля качества и безопасности биологически активных добавок к пище. М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2004, 2009. 240 с. Ч. 1, 2. «Руководство по методам анализа качества и безопасности пищевых продуктов» /Под ред. И. М. Скурихина, В. А. Тутельяна. М., «Брандес», «Медицина», 1998. ГОСТ Р 51258—99 (ДИН 10326—86). Молоко и молочные продукты. Метод определения сахарозы и глюкозы. ГОСТ Р 51259—99 (ДИН 10344—82). Молоко и молочные продукты. Метод определения лактозы и галактозы. ГОСТ 30305.2—95. Консервы молочные сгущенные и продукты молочные сухие. Методика выполнения измерений массовой доли сахарозы (поляриметрический метод)

Продолжение табл. 2

1	2	3	4
			ГОСТ Р 51469—99. Казеины и казеинаты. Фотометрический метод определения массовой доли лактозы. ГОСТ 29248—91. Консервы молочные. Йодометрический метод определения сахаров
4	Жирно-кислотный состав жировой части продукта	Приведены в прилож. 3	ГОСТ Р 51483—99. Масла растительные и жиры животные. Определение методом газовой хроматографии массовой доли метиловых эфиров индивидуальных жирных кислот к их сумме. ГОСТ Р 52253—2004. Масло и паста масляная из коровьего молока. Общие технические условия
5	Количественное содержание β-ситостеринов, кампестерина, стигмастерина и брассикастерина	Присутствие β-ситостеринов, кампестерина, стигмастерина и брассикастерина в количествах более 2 % от суммы стеринов свидетельствует об использовании растительного масла. Содержание холестерина: Молоко: до 22 мг/100 г Кисло-молочные напитки: до 22 мг/100 г Творог и молочные консервы: 5— 100 мг/100 г Сметана: 50—150 мг/100 г Масло сливочное: 140—290 мг/100 г	Руководство по методам контроля качества и безопасности биологически активных добавок к пище. М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2004, 2009. 240 с. Ч. 1, 2. ГОСТ Р 51471—99. Жир молочный. Метод обнаружения растительных жиров газожидкостной хроматографией стеринов
6	Отсутствие консервантов	Не допускаются сорбиновая кислота и ее соли, бензойная кислота и ее соли (менее 0,01 %)	Руководство по методам контроля качества и безопасности биологически активных добавок к пище. М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2004, 2009. 240 с. Ч. 1, 2
7	Отсутствие меламина	Не допускается (менее 1,0 мг/кг)	МУК 4.1.2420—08. Определение меламина в молоке и молочных продуктах

Продолжение табл 2

1	2	3	4
8	Состав сывороточных белков молока**	Относительное суммарное содержание β-глобулина и α-лактоальбумина по отношению к водорастворимой фракции белков молока (цифровые значения приведены в прилож. 4)	Метод определения относительного содержания сывороточных белков молока (прилож. 4)
9	Подтверждение видового состава заквасочной микрофлоры, количественное содержание микроорганизмов заквасочной микрофлоры	Согласно декларированному видовому (родовому) наименованию и нормируемому уровню молочно-кислых и (или) пробиотических микроорганизмов согласно техническому регламенту	МУК 4.2.999—00. Определение количества бифидобактерий в кисло-молочных продуктах. ГОСТ 10444.11—89. Продукты пищевые. Методы определения молочно-кислых микроорганизмов. ГОСТ Р 52687—2006. Продукты кисло-молочные, обогащенные бифидобактериями бифидум. ТУ 9229-369-004419785—04. Закваски бактериальные, дрожжи и тест-культуры. ГОСТ Р 51331—99. Продукты молочные. Йогурты. Общие технические условия
10	Наличие фруктозы, сахарозы, глюкозы, подсластителей	Подсластители – не допускаются (менее 0,003 %). Относительное содержание суммы сахарозы, глюкозы, галактозы по отношению к содержанию лактозы должно составлять менее 2 % от содержания лактозы	Руководство по методам контроля качества и безопасности биологически активных добавок к пище. М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2004, 2009. 240 с. Ч. 1, 2. «Руководство по методам анализа качества и безопасности пищевых продуктов» /Под ред. И. М. Скурихина, В. А. Тутельяна. М., «Брандес», «Медицина», 1998. ГОСТ Р 51258—99 (ДИН 10326—86). Молоко и молочные продукты. Метод определения сахарозы и глюкозы. ГОСТ Р 51259—99 (ДИН 10344—82). Молоко и молочные продукты. Метод определения лактозы и галактозы

Продолжение табл. 2

1	2	3	4
			ГОСТ 30305.2—95. Консервы молочные сгущенные и продукты молочные сухие. Методика выполнения измерений массовой доли сахарозы (поляриметрический метод). ГОСТ Р 51469—99. Казеины и казеинаты. Фотометрический метод определения массовой доли лактозы. ГОСТ 29248—91. Консервы молочные Йодометрический метод определения сахаров
11	Состав органических кислот	Содержание лимонной кислоты в молоке питьевом: 0,15—0,21 % Наличие молочной кислоты – критерий относится к кисло-молочным продуктам	Руководство по методам контроля качества и безопасности биологически активных добавок к пище. М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2004, 2009. 240 с. Ч. 1, 2. ГОСТ Р 51196—98 (ИСО 8069—86). Молоко сухое. Метод определения молочной кислоты и лактатов
12	Наличие пищевых красителей, кроме β-каротина	Не допускается	Руководство по методам контроля качества и безопасности биологически активных добавок к пище. М.: ФЦ ГСЭН Минздрава России, 2004, 2009. 240 с. Ч. 1, 2.
13	Температура замерзания	–(0,505—0,575) °С	ГОСТ 25101—82. Молоко. Метод определения точки замерзания. ГОСТ 30562—97 (ИСО 5764—87). Молоко. Определение точки замерзания. Термисторный криоскопический метод
14	Содержание аммиака, перекиси водорода, соды	Не допускается	ГОСТ 24065—80. Молоко. Методы определения соды. ГОСТ 24066—80. Молоко. Метод определения аммиака

Продолжение табл. 2

1	2	3	4
			ГОСТ 30637—99. Молоко. Методы определения раскисления. ГОСТ 24067—80. Молоко. Метод определения перекиси водорода
15	Проба на фосфатазу	Должен выдерживать испытание	ГОСТ 3622—68. Молоко и молочные продукты. Отбор проб и подготовка их к испытанию. ГОСТ 3623—73. Молоко и молочные продукты. Методы определения пастеризации
* Документы, устанавливающие границы вариабельности значения критерия подлинности в пределах колебания средних данных, приведены в прилож. 1. ** Методика определения относительного содержания сывороточных белков молока методом хроматографии приведена в прилож. 4			

Приложение 1

Документы, устанавливающие границы вариабельности значения критерия подлинности в пределах колебания средних данных

Федеральный закон от 12.06.2008 № 88-ФЗ «Технический регламент на молоко и молочную продукцию» (прилож. 9, 10, 12).

СанПиН 2.3.2.1293—03 «Гигиенические требования по применению пищевых добавок».

СанПиН 2.3.2.2421—08 «Гигиенические требования безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов» Дополнение 11 к СанПиН 2.3.2.1078—01.

СанПиН 2.3.2.2364—08 «Дополнения и изменения 1 к СанПиН 2.3.2.1293—03 «Гигиенические требования по применению пищевых добавок».

ГОСТ Р 52969—2008. Масло сливочное. Технические условия.

ГОСТ Р 52970—2008. Масло сливочное с вкусовыми компонентами. Технические условия.

ГОСТ Р 52972—2008. Сыры полутвердые. Технические условия.

ГОСТ Р 52253—2004. Масло и паста масляная из коровьего молока. Общие технические условия.

Стандарт кодекса для пищевых жиров и масел, для которых не существует отдельных стандартов (CODEX STAN 19-1981, REV. 2-1999).

Стандарт кодекса для поименованных животных жиров (CODEX STAN 211-1999).

ГОСТ Р 52971—2008. Масло топленое и молочный жир. Технические условия.

ГОСТ 30623—98. Масла растительные и маргариновая продукция. Метод обнаружения фальсификаций.

ГОСТ Р 52092—2003. Сметана. Технические условия.

ГОСТ Р 52096—2003. Творог. Технические условия.

ГОСТ Р 52091—2003. Сливки питьевые. Технические условия.

ГОСТ 4937—85. Сливки сгущенные с сахаром. Технические условия.

«Food Composition and Nutrition Tables, Medpharm Scientific Publications» (Таблицы состава и пищевой ценности пищевых продуктов) Stuttgart, 2000.

Приложение 2

Предел допустимых отклонений некоторых показателей пищевой ценности готового продукта, нанесенных на этикетку при маркировке, от действительных значений показателей пищевой ценности

(приведены по прилож. 18 к Федеральному закону от 12.06.2008 № 88-ФЗ «Технический регламент на молоко и молочную продукцию»)

Показатели пищевой ценности готового продукта	Предел допустимых отклонений, ±
Белки, жиры, углеводы, сахар, органические кислоты, алкоголь, клетчатка, жирные кислоты	
менее 10 г на 100 г продукта	10 %
10—40 г на 100 г продукта	15 %
более 40 г на 100 г продукта	6 г

Приложение 3

Жирно-кислотный состав молочного жира коровьего молока

Условное обозначение жирной кислоты	Наименование жирной кислоты по тривиальной номенклатуре	Массовая доля жирной кислоты, % от суммы жирных кислот**
$C_{4:0}$	Масляная	2,0—4,2
$C_{6:0}$	Капроновая	1,5—3,0
$C_{8:0}$	Каприловая	1,0—2,0
$C_{10:0}$	Каприновая	2,0—3,5
$C_{10:1}$	Деценовая	0,2—0,4
$C_{12:0}$	Лауриновая	2,0—4,0
$C_{14:0}$	Миристиновая	8,0—13,0
$C_{14:1}$	Миристолеиновая	0,6—1,5
$C_{15:0:1}$	Пентадекановая	3,06—4,45***
$C_{16:0}$*	Пальмитиновая	22,0—33,0
$C_{16:1}$*	Пальмитолеиновая	1,5—2,0
$C_{17:0:1}$	Маргариновая	2,08—4,07***
$C_{18:0}$	Стеариновая	9,0—13,0
$C_{18:1}$*	Олеиновая	22,0—32,0
$C_{18:2}$*	Линолевая	3,0—5,5
$C_{18:3}$*	Линоленовая	до 1,5
$C_{20:0}$	Арахиновая	до 0,3
$C_{22:0}$	Бегеновая	до 0,1

* Расчет произведен по сумме изомеров.

** Согласно ГОСТ Р 52253—2004. Масло и паста масляная из коровьего молока, общие технические условия.

*** Согласно Стандарту кодекса для пищевых жиров и масел, для которых не существует отдельных стандартов (CODEX STAN 19-1981, REV. 2-1999) и Стандарту кодекса для поименованных животных жиров (CODEX STAN 211-1999)

Отличительными особенностями состава жирных кислот натурального молочного жира являются:

- наличие масляной кислоты;
- наличие минорных компонентов (пентадекановой $C_{15:0:1}$, пальмитолеиновой $C_{16:1}$, маргариновой $C_{17:0:1}$ кислот;
- содержание пальмитиновой кислоты не более 33 %;
- возможно присутствие трансизомеров ненасыщенных жирных кислот (в основном трансизомеров олеиновой кислоты) – не более 3—5 %.

Приложение 4

Методические указания по определению относительного содержания сывороточных белков молока

Настоящие методические указания устанавливают методику, позволяющую идентифицировать белки молочной сыворотки методом хроматографии. Они предназначены для органов и учреждений Роспотребнадзора, а также организаций, осуществляющих контроль качества и безопасности продовольственного сырья и продуктов питания в соответствии с Федеральным законом от 12.06.2008 № 88-ФЗ «Технический регламент на молоко и молочную продукцию». Метод идентификации применим как к сырому молоку коровьему, так и к молоку питьевому (прошедшему термическую обработку).

1. Сущность метода

Метод идентификации белков молока основан на хроматографическом разделении с помощью эксклюзионной жидкостной хроматографии высокого давления белков водорастворимой фракции коровьего молока (предварительно обезжиренного и отфильтрованного).

При проведении исследования определяются: суммарное содержание альфа-лактоальбумина и бета-глобулина, суммарное содержание всех белков растворимой белковой фракции, включая ассоциаты казеинов. Анализируется соотношение суммы альфа-лактоальбумина и бета-глобулина к сумме белков водорастворимой фракции и делается заключение о том, является ли входящий в состав продукции белок цельным белком молочной сыворотки.

2. Реактивы

Вода дистиллированная	ГОСТ 6709
Натрия хлорид (квалификации не ниже хч)	ГОСТ 4233. Реактивы. Натрий хлористый
Стандартные образцы для калибровки колонки «Protein molecular weight standards» Kit MS II, Serva, Германия (кат. № 39064 по каталогу Serva)	

3. Приборы, вспомогательное оборудование, лабораторная посуда

Хроматограф жидкостный изократический высокого давления со спектрофотометрическим проточным детектором с длиной волны 280 нм и системой подготовки элюента и хроматографичес-

кой колонкой, предварительно откалиброванной по стандартным глобулярным водорастворимым белкам известной молекулярной массы
Колонка TSK GEL G2000SWLX (0,8 · 30 см) (кат. номер 18674 по каталогу Tosohbioscience)
Центрифуга лабораторная (6 000 об./мин)
Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью ± 0,0001 г — ГОСТ 24104
Пробирки типа «эппендорф», объемом 2,5 $см^3$
Фильтры капроновые 0,45 мкм или аналогичные
Пипетки 4-1-2 или 5-1-2, 4-2-10 или 5-2-10, 4-2-25 или 5-2-25 — ГОСТ 29227
Фильтрующие насадки 0,22 мкм

Допускается использование приборов и посуды с метрологическими и техническими характеристиками и реактивов квалификацией не ниже указанных.

4. Отбор проб

Для учета специфики отбора проб отдельных видов продуктов следует руководствоваться действующей нормативно-технической документацией на конкретную продукцию.

5. Подготовка к определению

Образец молока объемом 5,0 $см^3$ помещают в полиэтиленовую пробирку объемом 6,0 $см^3$. Пробирку центрифугируют 60 мин при 6 000 об./мин и температуре 5 °С. Аликвоту прозрачной части фильтруют через фильтрующую шприцевую насадку с размером пор 0,22 мкм в стеклянный флакон. Объем фильтрата должен составлять не менее 2,0 $см^3$.

6. Условия хроматографии и калибровка хроматографической колонки

Хроматографическая колонка калибруется по стандартным глобулярным водорастворимым белкам известной молекулярной массы по времени удерживания (или расстоянию максимума пика на ленте самописца). Строится калибровочная кривая зависимости десятичного логарифма молекулярной массы от времени удерживания (или расстояния на ленте самописца), как это показано на рис 1.

Условия хроматографии следующие: скорость элюирования 0,2 $см^3$/мин, ультрафиолетовый проточный детектор 115UV(280 нм), объем образца, инжектируемого в колонку, 100 мкл.

В качестве элюента используется 0,2М раствор NaCl. Элюент готовится следующим образом: в колбу емкостью 1 000 $см^3$ вносится 24,0 г натрия хлорида, добавляется 600 $см^3$ дистиллированной воды. После полного растворения объем доводится до 1 000 $см^3$ дистиллированной водой. Полученный раствор отфильтровывается через фильтр с размером пор 0,45 мкм.

В откалиброванную колонку инжектируется 100 $мкм^3$ раствора обезжиренного и отфильтрованного, как описано в разделе 5, сырого коровьего молока и получаемая хроматограммма (рис. 2) используется как эталонный образец сырого коровьего молока для сравнения с хроматограммами таким же образом обезжиренного и отфильтрованного коровьего молока анализируемых образцов.

7. Проведение хроматографического анализа

Исследуемый образец обезжиренного и отфильтрованного молока хроматографируется при условиях, описанных в разделе 6.

Характерные хроматограммы сухого молока приведены на рис. 3 и 4.

8. Обработка результатов измерения

Интегрирование проводится после определения базовой линии. Определяется площадь пика бета-лактоглобулина (S_1), площадь пика альфа-лактоальбумина (S_2), площадь пика ассоциата казеина (S_3). Рассчитывается соотношение X, %:

$$X, \% = (S_1 + S_2)/(S_1 + S_2 + S_3) \cdot 100$$

Значение соотношения X, % для различных видов молока приведено в таблице:

№	Вид молока	Значение X, %
1	Сырое молоко	не менее 42
2	Молоко термообработанное	не более 38

Погрешность определения соотношения X, %, составляет ± 5 % от полученной величины.

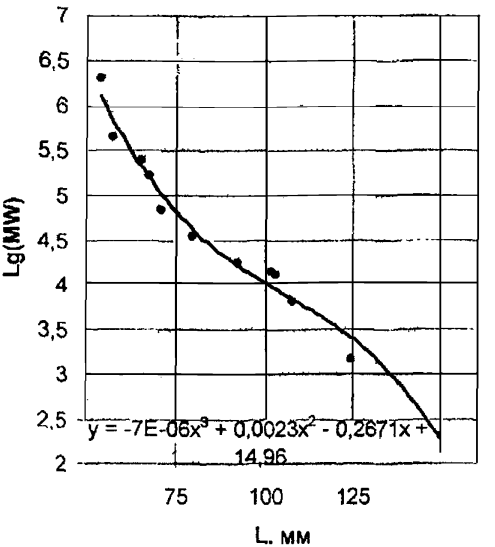

Рис. 1. Калибровочная кривая хроматографической колонки TSK GEL G 2000 SWLX (0,8 · 30 sm).

Условия хроматографии:
элюент 0,2М NaC1;
скорость элюирования 0,2 $см^3$/мин;
УФ-детектор 115UV(280 нм);
по оси абсцисс – молекулярные массы (килодальтон, кД);
по оси ординат – оптическая плотность при 280 нм (отн. ед.).

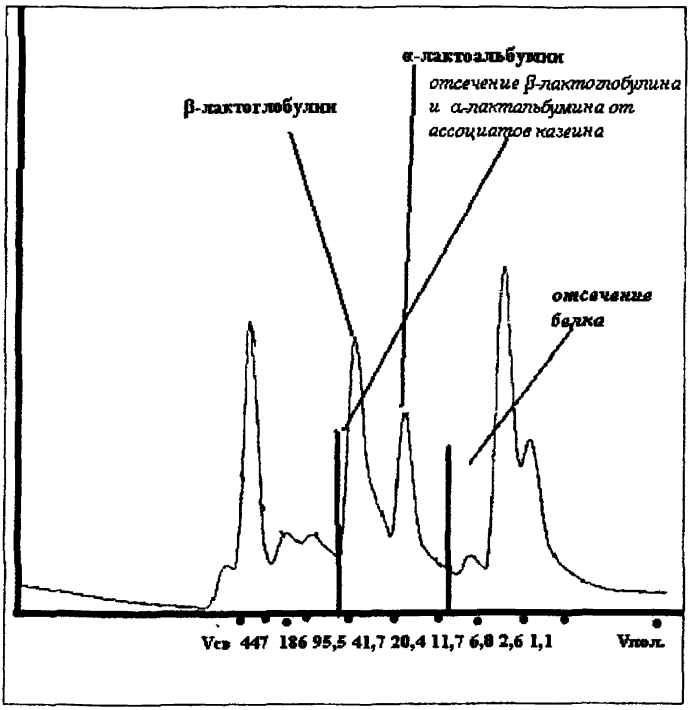

Рис. 2. Сырое молоко. TSK GEL G 2000 SWLX (0,8 · 30 sm).

Условия хроматографии:
элюент 0,2М NaCl;
скорость элюирования 0,2 $см^3$/мин;
УФ-детектор 115UV (280 нм);
по оси абсцисс – молекулярные массы (кД);
по оси ординат – оптическая плотность при 280 нм (отн. ед.).

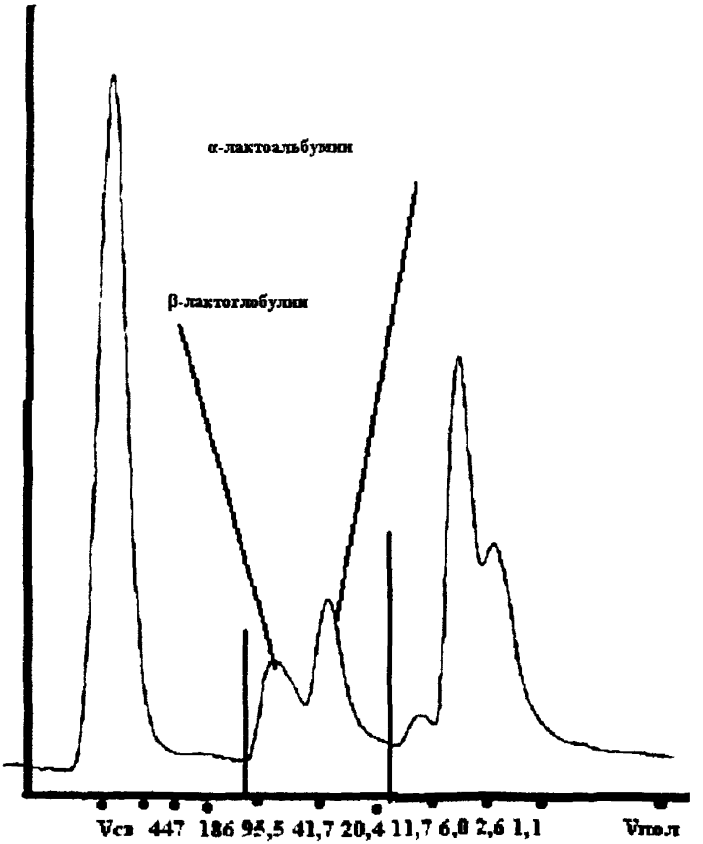

Рис. 3. Сухое обезжиренное молоко. TSK GEL G 2000 SWLX (0,8 30 sm)

Условия хроматографии:
элюент 0,2М NaCl;
скорость элюирования 0,2 $см^3$/мин;
УФ-детектор 115UV (280 нм);
по оси абсцисс – молекулярные массы (кД);
по оси ординат – оптическая плотность при 280 нм (отн. ед.).

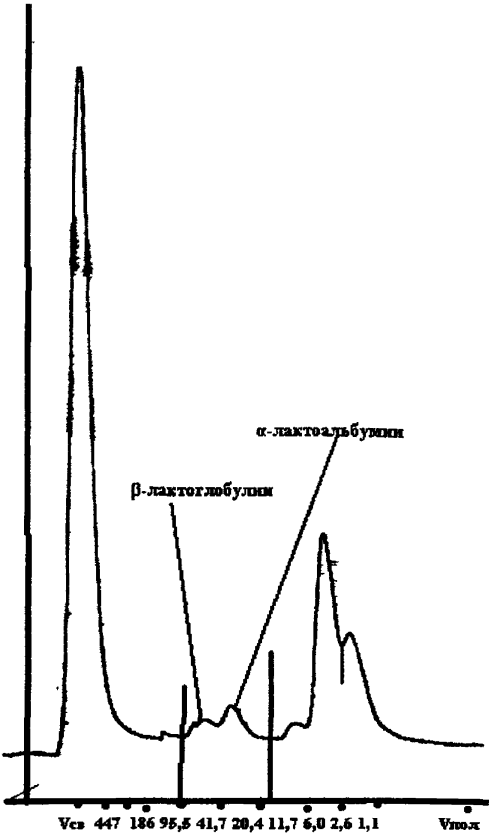

Рис. 4. Сухое цельное молоко. TSK GEL G 2000 SWLX (0,8 · 30 sm).

Условия хроматографии:
элюент 0,2М NaCl;
скорость элюирования 0,2 $см^3$/мин;
УФ-детектор 115UV (280 нм);
по оси абсцисс – молекулярные массы (кД);
по оси ординат – оптическая плотность при 280 нм (отн. ед.).

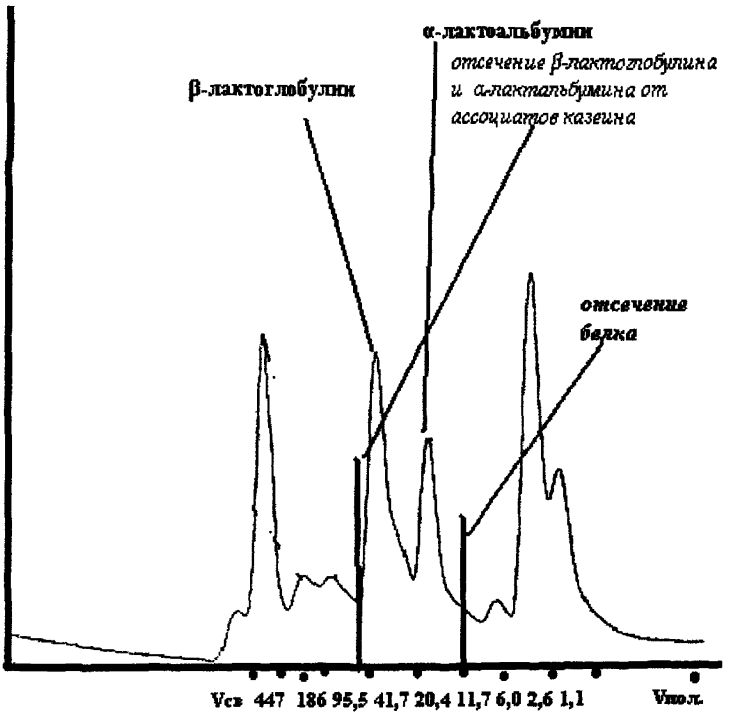

Рис. 5. Сырое молоко. TSK GEL G 2000 SWLX (0,8 30 sm).

Условия хроматографии:
элюент 0,2М NaCl;
скорость элюирования 0,2 $см^3$/мин;
УФ-детектор 115UV (280 нм);
по оси абсцисс – молекулярные массы (кД);
по оси ординат – оптическая плотность при 280 нм (отн. ед.).

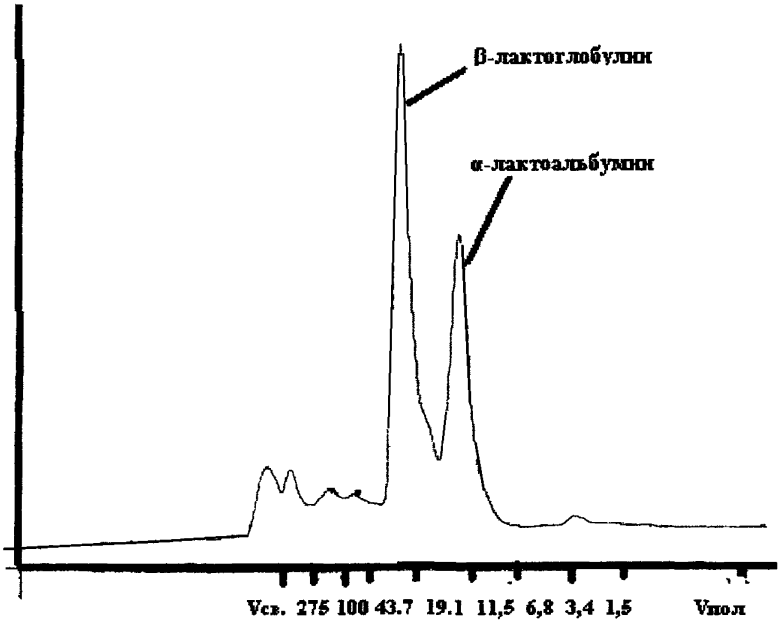

Рис. 6. Смесь β-лактоглобулина и α-лактоальбумина, использовавшаяся при калибровке колонки TSK GEL G 2000 SWLX (0,8 · 30 sm).

Условия хроматографии:
элюент 0,2М NaCl;
скорость элюирования 0,2 $см^3$/мин;
УФ-детектор 115UV (280 нм);
по оси абсцисс – молекулярные массы (кД);
по оси ординат – оптическая плотность при 280 нм (отн. ед.).

8. Требования техники безопасности

При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на оборудование.

10. Требования к квалификации операторов

Работу по указанной методике могут исполнять высококвалифицированные специалисты в области аналитической химии. Исполнители должны быть проинструктированы об основных мерах техники безопасности при работе с веществами 1—2 класса опасности, органическими растворителями, а также с основными правилами безопасности при работе в химической лаборатории.

11. Условия измерений

Помещение лаборатории должно соответствовать санитарным правилам проектирования, оборудования, эксплуатации и содержания производственных и лабораторных помещений, предназначенных для проведения работ с веществами 1—2 класса опасности, органическими растворителями. Аналитическая лаборатория должна быть оснащена вентиляционной системой согласно ГОСТ 12.4.021.

Температура окружающего воздуха должна быть от 15 до 25 °С. Относительная влажность воздуха не более 80 % при 25 °С. Атмосферное давление 730—760 мм рт. ст. Напряжение электропитания и частота тока – по ГОСТ 13109.

Оценка подлинности и выявление фальсификации молочной продукции

Методические указания
МУ 4.1/4.2.2484—09

Редакторы Н Е. Акопова, Н. В. Кожока
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 11.03 09

Формат 60x88/16 Печ л. 2,0

Тираж 500 экз. Заказ 18

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18/20

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
отделом издательского обеспечения
юго центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш , 19а
Отделение реализации, тел /факс 952-50-89

gost.e-ecolog.ru