



Российская академия наук
ФГБНУ «ВНИМИ»

**«Проблема фальсификации молока
сырья, современные подходы по
идентификации молочного сырья и
методов его анализа»**

Докладчик: зав. лаб. техно- химического
контроля, к.т.н.

Юрова Е.А.

2017 г



Регламентирующие документы контроля

ТР ТС 033/2013 «О безопасности молока и молочной продукции»

ТР ТС 021/2011 «О безопасности пищевой продукции»

ТР ТС 022/2011 «Пищевая продукция в части ее маркировки»

- Единые ветеринарные (ветеринарно-санитарные) требования, предъявляемые к товарам, подлежащим ветеринарному контролю (надзору), утвержденные Решением Комиссии Таможенного союза от 18 июня 2010 г. № 317
- Единые санитарно-эпидемиологические и гигиенические требования к товарам, подлежащих санитарно-эпидемиологическому надзору (контролю), утвержденные Решением Комиссии Таможенного союза от 28 мая 2010 г. № 299

ТР ТС 005/2011 «О безопасности упаковки»

№102-ФЗ от 26.06. 2008 г «Об обеспечении единства измерений»

Взаимосвязан с №254-ФЗ от 21 июля 2014г



Иерархия документов

Законодательная база:

Технические Регламенты Таможенного Союза

Перечень стандартов и методов

Нормативная документация:

- стандарты на продукты вида ГОСТ, ГОСТ Р и нормативная документация на продукт вида ТУ или СТО (отраслевой стандарт предприятия)
- стандарты на методы анализа (ГОСТ, ГОСТ Р (только для стандартов вошедших в Перечень к ТР ТС 033/2013))
- Метрологически аттестованные методики измерений (МИ)
- МУ или МУК только в части процедуры измерений, без статуса и не вошли в Перечень к ТР ТС 033/2013
- Прописи методик в стандартах вида ТУ или в ТУ или СТО на продукт.



Требования к молоку коровьему сырью

- ГОСТ 31449-2013 «Молоко коровье сырье. ТУ» - нет деления на сорта
- Массовая доля белка, % не менее 3,0
- Температура замерзания, °С минус 0,520
- Массовая доля сухих обезжиренных
- веществ молока (СОМО),% не менее 8,2
- Общее количество
- бактерий, КОЕ\см³ не более $5,0 \cdot 10^5$
- Содержание соматических
- клеток в 1см³ не более $4,0 \cdot 10^5$
- (в ТР ТС 033/2013 - не более $7,5 \cdot 10^5$)



Идентификационные показатели

- Массовая доля жира, %
- Массовая доля молочного жира, %
- Массовая доля белка, %
- Массовая доля сухих веществ, %
- Массовая доля сухих веществ молока в сухих веществах продукта, %
- Массовая доля углеводов, %
- Массовая доля сахарозы, %
- Массовая доля лактозы, %

Методы контроля идентификационных показателей





Алгоритм выбора методики измерений (МИ)

- 1. Определение объекта и показателя измерений
- 2. Преимущества и недостатки выбираемого МИ
- 3. Оценка сущности метода с учетом выбранного показателя и объекта измерений
- 4. Область распространения методики измерений (МИ) на выбранный объект и измеряемый показатель
- 5. Метрологические характеристики выбираемой методики измерений (МИ)
- 6. Соблюдение процедуры измерения согласно (МИ) и расчет полученных значений
- 7. Анализ полученных результатов измерений с учетом требований законодательной базы и состава измеряемого объекта



Основные факторы влияющие на погрешность измерений

1. Отбор пробы и подготовка к анализу;
2. хранение и условия доставки пробы;
3. выделение из исследуемого продукта пробы и оценка влияния неинформативных параметров (мешающих компонентов пробы);
4. загрязнение пробоотборника и лабораторной посуды, применяемой при подготовке пробы;
5. несоответствующие проведению исследования параметры окружающей среды;
6. неточное измерение массы или объема (увеличивает относительную погрешность измерений до 35%);
7. погрешности, возникающие при приготовлении калибровочных растворов и растворов сравнения и т.д.



Методики определения ингредиентов и пищевых добавок

- **ГОСТ 31504-2012** Методика определения содержания консервантов и красителей методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ).
- **ГОСТ Р 54760-2011** Продукты молочные составные и продукты детского питания на молочной основе. Определение массовой концентрации моно- и дисахаридов.
- **ГОСТ 31503-2012** Методика определения содержания стабилизаторов в молочных и молокосодержащих продуктах методом газовой хроматографии.
- **ГОСТ Р 54759-2011** Продукты переработки молока. Методы определения крахмала
- **ГОСТ Р 54667 –2011** Молоко и продукты переработки молока. Методы определения массовой доли сахаров.



Методики определения жировой фазы продукта

- **ГОСТ 31979 -2012 (ГОСТ Р 51471-99)** Жир молочный. Метод обнаружения растительных жиров газожидкостной хроматографией стеринов (метод качественный)
- **ГОСТ 31633-2012** Молоко и молочная продукция. Определение массовой доли молочного жира методом фотоколориметрирования
- **ГОСТ 31506-2012** Молоко и молочные продукты. Определение наличия жиров немолочного происхождения (метод качественный) с Изменением №1.
- **ГОСТ 32915-2014** «Молоко и молочная продукция. Определение жирно-кислотного состава жировой фазы методом газовой хроматографии»
- **ГОСТ 33490-2015** Молоко и молочная. Обнаружение растительных масел и жиров на растительной основе методом газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием (стандарт позволяет определять стеринны количественно);



Методики идентификации белкового состава

ГОСТ Р 53761 – 2009 «Молоко. Идентификация белкового состава электрофоретическим методом в полиакриламидном геле.»

ГОСТ Р 53951-2010 Продукты молочные, молочные составные и молокосодержащие. Определение массовой доли белка методом Кьельдаля

ГОСТ Р 55246-2012 Молоко и молочные продукты. Метод определения содержания небелкового азота.

- **ГОСТ Р 54756-2011** «Молоко и молочная продукция. Определение массовой доли сывороточных белков с применением метода Кьельдаля».
- **ГОСТ Р 52995-2008 (ИСО 17129:2006)** Молоко сухое. **Определение содержания соевого и горохового белков с помощью капиллярного электрофореза в присутствии додецил судьфата. Метод разделения.**
- **ГОСТ 25179-2014** «Молоко и молочные продукты. Методы определения массовой доли белка» (взамен ГОСТ 25179-90)



Методики определения физико-химических показателей

ГОСТ Р 55361-2012 Жир молочный, масло и паста масляная из коровьего молока. Правила приемки, отбора проб и методы контроля

- **ГОСТ Р 54668-2011** Молоко и продукты переработки молока. Методы определения массовой доли влаги и сухого вещества
- **ГОСТ Р 54669-2011** Молоко и продукты переработки молока. Методы определения кислотности. *Не позволяет проводить измерения в окрашенных и сложносоставных молочных продуктах*
- **ГОСТ 31976 2012** Йогурты и продукты йогуртные. Потенциометрический метод определения титруемой кислотности. *Возможность применения методики для окрашенных молочных продуктов*



Методики измерений (МИ) показателей безопасности

- **ГОСТ ISO/TS 15495:2010 IDF/RM 230:2010** Молоко, молочные продукты и питание для детей раннего возраста. Руководящие указания для количественного определения меламина и циануровой кислоты методом жидкостной хроматографии – тандемной масс-спектрометрии (LC-MS/MS)
- **ГОСТ 32258-2013** Молоко и молочная продукция. Метод определения массовой доли бензапирена
- **ГОСТ 32257-2013** Молоко и молочная продукция. Метод определения нитратов и нитритов (распространяется в том числе на мороженое)



Контроль показателей безопасности

- **ГОСТ 32219-2013** Молоко и молочные продукты. Иммуноферментные методы определения наличия антибиотиков.
- **ГОСТ 32258-2013** Молоко и молочная продукция. Метод определения массовой доли бензапирена
- **ГОСТ 32257-2013** Молоко и молочная продукция. Метод определения нитратов и нитритов .
- **ГОСТ 32255-2013** Молоко и молочная продукция. Инструментальный экспресс-метод определения физико-химических показателей идентификации с применением инфракрасного метода.
- **ГОСТ 32254-2013** Молоко. Инструментальный экспресс-метод определения антибиотиков.



Стандарты на методики идентификации

- **ГОСТ 25101-2015** «Молоко. Метод определения точки замерзания» (взамен ГОСТ 25101- 82);
- **ГОСТ 28283-2015** «Молоко коровье. Метод органолептической оценки запаха и вкуса» (взамен ГОСТ 28283-89);
- **ГОСТ 32939-2014** «Молоко и молочные продукты. Метод определения аммиака»
- **ГОСТ 33528-2015** «Молоко и молочная продукция. Идентификация белкового состава электрофоретическим методом в полиакриламидном геле» (расширена область применения стандарта);
- **ГОСТ 33527-2015** Молочные и молочные составные продукты для детского питания. Определение массовой доли моно- и дисахаридов с использованием капиллярного электрофореза;



Спасибо за внимание!

ФГБНУ «ВНИМИ»

Лаборатория техно - химического контроля

Испытательная лаборатория «МОЛОКО»

тел.: (499) 236-44-81

E-mail: ilmoloko@mail.ru