Источник: "Продукт.BY" - №6, 2014-03-27



# Лабораторный контроль на страже качества

**Производство сухих молочных продуктов необходимо контролировать по определенным показателям в соответствии с порядком контроля, установленным регламентирующими документами. Для этого нужно располагать высокоэффективными методами анализа, которые позволят проводить измерения как в условиях производственных лабораторий, так и в испытательных центрах. Данной теме в контексте требований законодательства Таможенного союза посвятила свое выступление на отраслевом семинаре по сухим молочным продуктам заведующая производственно-испытательной лабораторией РУП «Институт мясо-молочной промышленности» Татьяна СМОЛЯК**

Стандартизация методик измерения по молоку по очень многим показателям идет очень активно. Разработано много методик, область применения которых распространяется на молоко и молочные продукты. Однако ряд методик не содержит четко прописанной процедуры подготовки проб именно для молока и молочных продуктов, что не дает возможности полноценно ими пользоваться.

Некоторые методики только по косвенным признакам можно отнести к способам измерения, позволяющим определить тот или иной показатель. К примеру, определение жирно-кислотного состава проводят с использованием ГОСТ Р 51483 и ГОСТ Р 51486, но эти методы распространены на растительные масла и животные жиры. В данных стандартах нет молока и молочной продукции. И четко не прописаны ни пробоподготовка, ни отбор проб, ни измерение самого продукта – просто пищевые продукты. Поэтому складывается такая ситуация, когда четко выполнить измерение по данным методикам применительно к молоку невозможно. Это приводит к возникновению спорных вопросов.

В перечне методов к ТР ТС 021/2011 присутствуют методы, область применения которых не распространяется на молоко и молочные продукты, в частности на определение жирно-кислотного состава, бенз(а)пирена, антибиотиков. За последние годы разработаны методики для целого ряда показателей сырья и молочной продукции, включая показатели кислотности, белка, жира, красителей и консервантов.

ГОСТ Р 53750 предусматривает определение наличия жиров немолочного происхождения, его можно применить в рамках производственной лаборатории. Настоящий стандарт распространяется на молоко и молочные продукты и устанавливает метод определения наличия жиров немолочного происхождения путем сравнения формы кристаллов стеринов в жировой фракции продукта микроскопическим методом. Данный метод позволяет уточнить жировой состав продукта, а также проводить исследование жира, выделенного из продукта, поскольку в нем определены методы выделения жира из широкого спектра молочных продуктов. При правильной пробоподготовке под микроскопом хорошо видно, есть ли в образце продукта жир немолочного происхождения. Очень много разработано хроматографических методов, которые позволяют определять стабилизаторы, консерванты, красители, что актуально для молока и молокосодержащих продуктов.

В настоящее время переработка сыворотки переживает новый виток в развитии. Национальный норматив СТБ 2219 позволит стандартизировать процесс производства сухой сыворотки. Но при этом проявляется ряд проблем. А именно: отсутствие методик выполнения измерения по некоторым физико-химическим показателям, а также по отдельным параметрам, характеризующим безопасность данного продукта, – антибиотикам, консервирующим веществам. Опять же методы указывают на сырое и сухое молоко, конкретно на сыворотку – нет.

Одним из важных параметров оценки качества сыворотки является массовая доля небелкового азота. По результатам опытов, проведенных в нашей лаборатории, выявлено, что сыворотка может содержать большее количество небелкового азота, чем белкового, что отражается на содержании общего азота. Мы определяем азот,

**Методы, присутствующие в перечне методов к ТР ТС 021/2011, в области применения которых отсутствуют молоко и молочная продукция**

| № п/п | Наименование методик измерений (МИ) | Номер стандарта | Примечание |
|---|---|---|---|
| 1 | «Масла растительные и жиры животные. Определение методом газовой хроматографии массовой доли метиловых эфиров индивидуальных жирных кислот к их сумме» | ГОСТ Р 51483–99 | Область применения без учета состава продукта, отсутствует молочная продукция, как объект измерений |
| 2 | «Продукты пищевые. Методы определения массовой доли бенз(а)пирена» | ГОСТ Р 51650–2000 | Отсутствует молочная продукция, как объект измерений |
| 3 | «Маргарины, жиры для кулинарии, кондитерской, хлебопекарской и молочной промышленности. Правила приемки и методы контроля» | ГОСТ Р 52179–2003 | Отсутствует молочная продукция, как объект измерений |
| 4 | «Продукты пищевые. Экспресс-метод определения антибиотиков» | ГОСТ Р 53912–2010 | Отсутствует молочная продукция, как объект измерений |
| 5 | «Продукты пищевые и вкусовые. Подготовка проб для микробиологических анализов» | ГОСТ 26669–85 | Отсутствует молочная продукция, как объект измерений |



Татьяна Смоляк. Лабораторный контроль на страже качества

Источник: "Продукт.BY" - №6, 2014-03-27

**Методики измерений физико-химических показателей и идентификационных признаков продукта**

| № п/п | Наименование методик измерений (МИ) | Номер стандарта |
|---|---|---|
| 1 | «Титриметрический метод определения содержания йода в молоке, молочных продуктах и продуктах детского питания» | ГОСТ Р 53751–2009 |
| 2 | «Методика определения содержания консервантов и красителей методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ)» | ГОСТ Р 53752–2009 |
| 3 | «Методика определения содержания стабилизаторов в молочных и молокосодержащих продуктах методом газовой хроматографии» | ГОСТ Р 53753–2009 |
| 4 | «Методика определения массовой доли молочного жира методом фотоколориметрирования в молоке и молочных продуктах» | ГОСТ Р 53749–2009 |
| 5 | «Методика определения наличия жиров немолочного происхождения а молоке и молочных продуктах» | ГОСТ Р 53750–2009 |
| 6 | «Продукты молочные, молочные составные и молокосодержащие. Определение массовой доли белка методом Кьельдаля» | ГОСТ Р 53951–2010 |
| 7 | «Молоко и продукты переработки молока. Методы определения массовой доли влаги и сухого вещества» | ГОСТ Р 54668–2011 |
| 8 | «Молоко и продукты переработки молока. Методы определения кислотности» | ГОСТ Р 54669–2011 |
| 9 | «Молоко и продукты переработки молока. Методы определения плотности» | ГОСТ Р 54758–2011 |
| 10 | «Молоко и продукты переработки молока. Методы определения массовой доли сахара» | ГОСТ Р 54667–2011 |
| 11 | «Продукты молочные составные и продукты детского питания на молочной основе. Определение массовой концентрации моно- и дисахаридов» | ГОСТ Р 54760–2011 |
| 12 | «Молоко и продукция молочная. Методы определения сухого обезжиренного молочного остатка (СОМО)» | ГОСТ Р 54761–2011 |
| 13 | «Продукты переработки молока. Методы определения крахмала» | ГОСТ Р 54759–2011 |
| 14 | «Молоко и молочная продукция. Определение массовой доли сывороточных белков с применением метода Кьельдаля» | ГОСТ Р 54756–2011 |
| 15 | «Молоко и молочные продукты. Определение содержания небелкового азота с применением метода Кьельдаля» | ГОСТ Р 55246–2012 |

делаем вывод о содержащемся белке, а на самом деле этот азот не принадлежит белку. Получаются противоречивые результаты. Поэтому для определения массовой доли белка в сыворотке и продуктах на ее основе необходимо производить подсчет белка с учетом азотистых небелковых соединений.

Еще одним показателем качества сыворотки является определение массовой доли золы. Без учета данной характеристики невозможно оценить качество и безопасность сыворотки. Отсутствие стандартизированных методов определения ее массовой доли приводит к получению недостоверных результатов. При этом в сыворотке и продуктах на ее основе находится разное содержание золы, оно колеблется в пределах от 2,5 до 14,0 %. Содержание золы влияет на органолептические свойства и минеральный состав сыворотки. Сегодня золу определяют по ГОСТу на пищевые концентраты. Наша лаборатория сейчас работает над своим методом, будет описана процедура определения золы и в сухой, и в жидкой сыворотке. В настоящее время данная методика находится на стадии согласования.

**Принципы, которыми необходимо руководствоваться при измерении характеристик сыворотки и продуктов на ее основе:**

- применение стандартизированных методов анализа или метрологически аттестованных методик выполнения измерений (МВИ);
- предварительная обязательная пробоподготовка;
- применение методов с известными метрологическими характеристиками;
- при измерении массовой доли белка обязательно учитывать небелковые азотистые соединения, в противном случае содержание белка может превышать содержание сухих веществ продукта;
- при разработке нормативной документации на продукты из сыворотки необходимо указывать методы анализа, область применения которых распространяется на данный вид продукции.

При отсутствии методик выполнения измерений, прошедших метрологическую аттестацию, необходимо подробно прописывать метод в нормативных документах. В таком случае при возникновении разногласий по показателям у перерабатывающего предприятия будет документ, подтверждающий результат. Но при этом предприятию необходимо валидировать данный метод.

РУП «Институт мясо-молочной промышленности» проводит испытания **молока и молочных продуктов** по определению:

- органолептических показателей;
- физико-химических показателей (в том числе белкового состава молока);
- показателей безопасности (содержание тяжелых металлов, антибиотиков, микотоксинов);
- микробиологических показателей;
- содержания радионуклидов цезия-137.

Испытания **молочной сыворотки** производственно-испытательная лаборатория проводит по следующим показателям:

- массовая доля влаги;
- массовая доля жира;
- массовая доля белка;
- массовая доля сывороточных белков;
- массовая доля небелкового азота;
- массовая доля казеина;
- массовая доля лактозы;
- кислотность, pH;
- массовая доля золы;
- массовая доля Ca, K, Na, Mg;
- относительная скорость растворения;
- бактерии группы кишечных палочек (колиформы);
- патогенные бактерии, в том числе сальмонеллы;
- L. monocytogenes;
- S. aureus;
- плесени и дрожжи;
- термофильные споры;
- токсичные элементы;
- микотоксины;
- пестициды;
- антибиотики.

Испытания **сухого молока** производственно-испытательная лаборатория проводит по следующим показателям:

- массовая доля жира;
- массовая доля влаги;
- массовая доля белка в сухом обезжиренном молочном остатке;
- массовая доля сывороточных белков;
- массовая доля небелкового азота;
- массовая доля казеина;
- индекс растворимости;
- массовая доля лактозы;
- группа чистоты;
- кислотность, 0Т;
- класс термообработки, мг UMSPN/г;
- пригорелые частицы, мг;
- относительная скорость растворения;
- массовая доля Ca, K, Na, Mg;
- L. monocytogenes;
- S. aureus;
- плесени и дрожжи;
- термофильные споры;
- токсичные элементы;
- микотоксины;
- пестициды;
- антибиотики;
- окислительная порча.



Татьяна Смоляк. Лабораторный контроль на страже качества