

ДСанПіН 4.4.2.030- 99 Державні санітарні правила і норми захисту продовольчої сировини та продуктів харчування від забруднення нітрозамінами

ПЕРШИЙ ЗАСТУПНИК МІНІСТРА ОХОРОНИ ЗДОРОВ'Я УКРАЇНИ ГОЛОВНИЙ ДЕРЖАВНИЙ САНІТАРНИЙ ЛІКАР УКРАЇНИ ПОСТАНОВА Від 01.07.1999 р. N 30 Про затвердження Державних санітарних правил і норм. Я Головний державний санітарний лікар України Бобильова Ольга Олександрівна розглянувши рішення координаційної комісії Головного санепідуправління МОЗ України по розробці нормативних документів від 17.05. 1999 року N5 щодо можливості затвердження 2Державних санітарних 2правил та норм захисту продовольчої сировини та продуктів харчування 2від забруднення нітрозамінами 0 та керуючись Законом України "Про забезпечення санітарного та епідемічного благополуччя населення". 2ПОСТАНОВЛЯЮ: 1. Затвердити 2Державні санітарні правила та норми захисту продовольчої сировини та продуктів харчування від забруднення нітрозамінами. 2.Міністерствам комітетам іншим центральним органам виконавчої влади керівникам державних кооперативних колективних та приватних підприємств організацій та установ незалежно від відомчого підпорядкування та форм власності а також посадовим особам та громадянам України інвесторам громадянам інших держав прийняти вказані Державні санітарні правила і норми до керівництва та виконання. 3. Заступникам Головного державного санітарного лікаря України Головним державним санітарним лікарям Автономної Республіки Крим областей міст Києва та Севастополя водного залізничного повітряного транспорту санепідустановам Міністерства оборони України Міністерства внутрішніх справ України Державного комітету у справах охорони державного кордону України Національної гвардії України Служби безпеки України прийняти вказані Державні санітарні правила і норми до керівництва та виконання. 4. Українському науковому гігієнічному центру Міністерства охорони здоров'я України А.М.Сердюк видати цей нормативний документ в необхідній кількості. О.О.Бобильова Начальник Головного санепідуправління МОЗ України Бережнов С.П. - 2 –

-2 ЗАТВЕРДЖЕНО Постанова Головного Державного санітарного лікаря України "1" липня 1999р. N30 4. Гігієна харчування 4.2. Харчові продукти продовольча сировина і харчові добавки Державні санітарні правила і норми захисту продовольчої сировини та продуктів харчування від забруднення нітрозамінами ДСанПіН 4.4.2.030- 99 Галузь застосування ДСанПіН передбачений для органів державної виконавчої влади та органів місцевого самоврядування підприємств організацій і інших юридичних осіб громадян-підприємців діяльність яких здійснюється в галузі постачання і виробництва харчових продуктів та продовольчої сировини організацій державної санітарно-епідеміологічної служби МОЗ України і інших органів що здійснюють державний та відомчий санітарно-епідеміологічний нагляд, а також для інших організацій уповноважених на проведення державного контролю за якістю харчової продукції. Міністерство охорони Ці санітарні правила і норми здоров'я України не можуть бути повністю або Головне санітарно- частково відтворені тиражовані епідеміологічне управління і розповсюджені без дозволу Головного державного санітарного лікаря України.

-3 - МІНІСТЕРСТВО ОХОРОНИ ЗДОРОВ'Я УКРАЇНИ ГОЛОВНЕ САНІТАРНО-ЕПІДЕМІОЛОГІЧНЕ УПРАВЛІННЯ 1 Державні санітарні правила та норми 4. Гігієна харчування 4.2. Харчові продукти продовольча сировина і харчові добавки Державні санітарні правила і норми захисту продовольчої сировини та продуктів харчування від забруднення нітрозамінами ДСанПіН 4.4.2.030.99 Видання офіційне

ДЕРЖАВНІ САНІТАРНІ ПРАВИЛА І НОРМИ ЗАХИСТУ ПРОДОВОЛЬЧОЇ СИРОВИНИ ТА ПРОДУКТІВ ХАРЧУВАННЯ ВІД ЗАБРУДНЕННЯ НІТРОЗАМІНАМИ

1. ЗАГАЛЬНІ ПОЛОЖЕННЯ 1.1. Державні санітарні правила і норми захисту продовольчої сировини та продуктів харчування від забруднення нітрозамінами далі - ДСанПіН розроблені згідно зі ст.45-48 Закону України "Про забезпечення санітарного та епідеміологічного благополуччя населення". 1.2. Дотримання цього ДСанПіНу повинно забезпечити попередження несприятливого впливу цих сполук на здоров'я населення. 1.3. Цей ДСанПіН призначений і ї обов'язковим для дотримань міністерствами відомствами керівниками державних кооперативних колективних і приватних підприємств організацій та установ незалежно від відомчого підпорядкування і форм власності а також особами і громадянами України санітарними лікарями та іншими державними громадськими організаціями які здійснюють санітарний нагляд щодо безпеки продовольчої сировини і продуктів харчування. Діюча нормативна документація при перегляді і доповненні повинна бути приведена в відповідність з положеннями цього ДСанПіНу. 1.4. Державний контроль за дотриманням вимог цих Правил здійснюється органами та установами державної санітарно-епідеміологічної служби Міністерства охорони здоров'я України . Особи винні у порушенні цих Правил несуть відповідальність згідно з чинним законодавством України .

- 4 - 2. НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ 1. Закон України "Про забезпечення санітарного та епідеміологічного благополуччя" 2. Закон України "Про охорону навколишнього природного середовища". 3. Закон України " Про охорону атмосферного повітря". 4. Закон України "Про якість та безпеку харчових продуктів і продовольчої сировини 1997 р. 5. Основи законодавства України про охорону здоров'я 6. Правила и нормы размещения устройства и эксплуатации малых ферм для содержания животных /скота птицы зверей/ в населенных пунктах Украинской ССР" НДБН Б.24-3-95. 7. Державні санітарні правила планування та забудівлі населених пунктів 176-96. 8. СанПіН 42-123-4117-86."Условия сроки хранения особо скоропортящихся продуктов питания". 9. СанПіН 42-128-4433-87. "Санитарные нормы допустимых концентраций ПДК химических веществ в почве" . 10. МБТ 5061-89. Медико-биологические требования и санитарные нормы качества продовольственного сырья и пищевых продуктов. 11. Временные гигиенические нормативы содержания N-нитрозаминов в пищевых продуктах 4046-85. 12. Временные методические указания "Допустимое содержание нитратов в отдельных пищевых продуктах для населения Украинской ССР" 1988. 13. Методические указания 5048-89 по определению нитратов и нитритов в продукции растениеводства. 14. СанПин 42-123-4619-88 "Допустимые уровни содержания нитратов в продуктах растительного происхождения и методы их определения". 15. Методические указания 5.08.07/1232-95 "Порядок и периодичность контроля продовольственного сырья и пищевых продуктов по показателям безопасности." 16. Методичні вказівки 204-97 "Медико-біологічна оцінка нетрадиційної продовольчої сировини і нових харчових продуктів". 17. Гігієнічні нормативи 25-97 "Перелік речовин продуктів виробничих процесів побутових та природних факторів канцерогенних для людини". 18. Рекомендації Комітету експертів ФАО/ВООЗ 539 - 74 .

- 5 - 3. ДЖЕРЕЛА ЗАБРУДНЕННЯ ПРОДОВОЛЬЧОЇ СИРОВИНИ І ПРОДУКТІВ ХАРЧУВАННЯ КАНЦЕРОГЕННИМИ НІТРОЗАМІНАМИ ТА ЇХ ПОПЕРЕДНИКАМИ 3.1. Згідно з Державним гігієнічним нормативом 25-97 нітрозаміни НА відносяться до канцерогенних для людини речовин група А . Особливо чутливий до дії НА організм людини в період внутрішньо-утробного розвитку та в ранньому дитинстві. Основною особливістю цих речовин є те що вони легко синтезуються в навколишньому середовищі а також в продовольчій сировині і харчових продуктах із їх азотвміщуючих попередників нітратів нітритів оксидів азоту амінів та ін. . 3.2. В забрудненні продовольчої сировини та продуктів харчування НА визначальним є екологічний фактор - циркуляція цих сполук та їх попередників в навколишньому середовищі. При цьому ґрунт є головною ланкою ланцюга "атмосферне повітря - ґрунт - вода - харчові рослини". 3.3. Основними антропогенними джерелами надходження в навколишнього середовище канцерогенних НА та їх попередників є: - незбалансоване застосування азотвміщуючих добрив та пестицидів; - викиди скидання та відходи агропромислових комплексів виробництва концентрованих мінеральних добрив аміаку азотної кислоти амінів та амінових кислот штучної та натуральної шкіри регенерації гуми та каучуку шин гумотехнічних виробів лікарських препаратів мила косметичних засобів; - викиди та відходи при спалюванні і переробці палива; - викиди і скидання моторизованих транспортних засобів. 3.4. Забруднення продовольчої сировини і продуктів харчування НА значною мірою залежить від особливостей технології їх одержання сушіння коптіння в'ялення жарення засіл процеси ферментації та умов зберігання. Найбільш небезпечними в цьому відношенні є операції які пов'язані з внесенням нітратів та нітритів в складі засолочних сумішей прямим контактом продуктів з оксидами азоту які містяться в копильному димі та сушильному газі порушення режимів виготовлення та зберігання сировини і продуктів харчування.

4. ВИМОГИ ДО ВИРОБНИЦТВА ПРОДОВОЛЬЧОЇ СИРОВИНИ І ПРОДУКТІВ ХАРЧУВАННЯ ЯК МІРИ ЗАХИСТУ ЇХ ВІД ЗАБРУДНЕННЯ НІТРОЗАМІНАМИ ТА ЇХ ПОПЕРЕДНИКАМИ 4.1. Вимоги що забезпечують усунення та зниження забруднення продовольчої сировини і продуктів харчування канцерогенними НА і їх попередниками включають: - 6 - - заходи що спрямовані на захист природного середовища від забруднення цими сполуками; - міри що безпосередньо пов'язані з технологічними процесами одержання виготовлення та зберігання продовольчої сировини і продуктів харчування. Виконання системи цих заходів повинно забезпечити дотримання гігієнічних нормативів цих речовин Додатки N1 та N2 . 4.2. Комплекс заходів природоохоронного характеру комплексне використання природних ресурсів ресурсозберігаючі технології уловлювання знешкодження утилізація добрив у відповідності до встановлених максимально допустимих навантажень розміщення промислових та сільськогосподарських підприємств транспортних мереж з урахуванням можливості взаємодії викидів попередників НА раціональні технології виробництва і зберігання продуктів харчування організація санітарних розривів та ін. здійснюється відповідно до чинного законодавства України. 4.3. Усунення чи зниження рівнів забруднення продуктів харчування м'ясних рибних молочних виробів консервованих овочів та фруктів напоїв - пива та фруктових-ягідних вин та ін. НА та їх попередниками може бути досягнуто шляхом: - обмеження кількості нітратів і нітритів в засолочних сумішах до рівнів відповідних до встановлених стандартів чи повної відмови від їх застосування; - застосування технологій які не допускають підвищення локальної концентрації нітратів в окремих зонах продукту багатоголкове шприцювання при виготовленні солоних м'ясних продуктів перемішування масажування вакуумна обробка і т.п. ; - використання води з вмістом нітратів та нітритів на рівні чи нижче від ГДК солі без домішок нітратів і нітритів; -

роздільного зберігання розчинів нітратів та нітритів від основних інгредієнтів засолочних сумішей перець цибуля часник танін і ін. та використання їх безпосередньо перед виготовленням продуктів харчування; - використання в технології виробництва харчових продуктів речовин які пригнічують синтез НА аскорбінова кислота і її похідні токоферолі комбінації з цих речовин ; - впровадження існуючих та подальшої розробки нешкідливих нових рецептур коптільних рідин; - удосконалення технології коптіння шляхом розробки і впровадження методів і режимів які забезпечують зниження вмісту оксидів азоту в коптільному димі; - удосконалення технології сушіння продовольчої сировини та готової продукції з використанням безконтактних методів що не допускають надходження оксидів азоту в сушільний агент або застосуванням для цього конструкцій газогенераторів та режимів які забезпечують зниження вмісту оксидів азоту в газоповітряному носії; - підбору і впровадження в технологію коптіння м'ясних і молочних продуктів захисних матеріалів плівка оболонка шкіра і ін. які не вживаються в їжу але запобігають їх забрудненню НА і їх попередниками; - удосконалення технології термічної обробки продуктів харчування застосування НВЧ-енергії термічна обробка сумісно з вакуумуванням стерилізація продуктів радіоактивним опроміненням та ін. ; - впровадження методів які забезпечують нейтралізацію залишків нітриту у харчових продуктах; - дотримання СанПіН ГОСТів ДСТУ які регламентують оптимальні умови зберігання та термін реалізації термін зберігання волого-температурний режим та ін. продовольчої сировини та продуктів харчування, що забезпечують зниження ризику утворення НА СанПіН 42-123-4117-86 . - використання в технології виробництва продуктів дитячого харчування харчових рослин які вирощені на спеціально відведених для цього територіях нешкідливих відносно забруднення їх азотвміщуючими добривами пестицидами та ін. канцерогенно небезпечними сполуками ПДК 3210-85; СанПіН 42-128-4433-87 .

5. КОНТРОЛЬ ЗА ВМІСТОМ НІТРОЗАМІНІВ І ЇХ ПОПЕРЕДНИКІВ В ПРОДОВОЛЬЧІЙ СИРОВИНІ ПРОДУКТАХ ХАРЧУВАННЯ ТА ОТОЧУЮЧОМУ СЕРЕДОВИЩІ 5.1.

Ефективним заходом профілактики шкідливої дії НА і їх попередників нітратів нітритів амінів і оксидів азоту ї здійснення контролю вмісту цих речовин в продовольчій сировині продуктах харчування об'єктах виробничого і оточуючого середовища па основі санітарних норм та правил. 5.2. Дотримання якості продуктів харчування за вмістом в них НА та їх попередників гарантується шляхом проведення : - відомчого контролю; - державного контролю. 5.3. Критерієм якості харчових продуктів ї гігієнічні нормативи - ГДК НА в окремих продуктах

Додаток N 1 . В разі відсутності ГДК НА оцінка безпеки харчових продуктів здійснюється на основі допустимого вмісту попередників НА - нітратів

Додаток N 2 . Допустима добова доза нітрату натрію як харчової домішки згідно з рекомендаціями Комітету експертів ФАО/ВООЗ 539-74 складає 5 мг на кг маси тіла дорослої людини. 5.4 Відомчий контроль здійснюється організацією-виробником продукції; з цією метою на заводах і комбінатах по переробці сировини і - 8 - виготовленню харчових продуктів створюються хімічно-токсикологічні лабораторії в сільськогосподарському виробництві - обласні і районні комплексно-технологічні лабораторії хімізації і захисту рослин агрохімічні . 5.4.1. Відомчий контроль організаціями - заготовлювачами здійснюється згідно з "Порядком организации и контроля за содержанием нитратов в продукции растениеводства при приемке заготовительными организациями" МЗ СССР 15 апреля 1987 года. 5.4.2. На заводські лабораторії покладається контроль НА і їх попередників нітратів на основних технологічних стадіях виробництва і зберігання продовольчої сировини і продуктів харчування які сприяють утворенню НА. Контроль вмісту цих речовин в сировині готових

продуктах та напівфабрикатах м'ясні - м'ясо свіже охолоджене морожене напівфабрикати субпродукти ковбасні вироби і м'ясні копченості консерви жир-сирець ; рибні- риба свіжа охолоджена морожена копчена жарена в'ялена солена маринована рибне борошно консерви і пресерви ; напої - пиво вино горілка плодово-ягідні вина ; зернові здійснюється в кожній партії їх перед реалізацією населенню згідно з МВ 5.08.07/1232-95. Такий контроль повинні здійснювати також індивідуальні та малі підприємства фермерські господарства і т.п.

5.4.3.Періодичність контролю нітратів на окремих виробничих ділянках промислових територіях і об'єктах оточуючого середовища встановлюється в залежності від конкретної екологічної ситуації за узгодженням з органами санітарного нагляду.

5.5. Державний контроль за якістю харчових продуктів за вмістом в них канцерогенних НА та їх попередників здійснюють органи установи та заклади санітарно- епідеміологічної служби МОЗ України.

5.6. Державний санітарний нагляд вмісту в харчових продуктах НА і нітратів базується на дотриманні Закону України "Об обеспечении санитарного и эпидемиологического благополучия населения" тимчасових методичних вказівок "Организація роботи санітарно-епідеміологічних закладів Міністерства охорони здоров'я УРСР по проведенню гігієнічного контролю харчових продуктів на вміст нітратів" 18 серпня 1988р. СанПиН 42-123-4619-88 цього ДсанПіН.

5.7. Режим відбору проб для визначення в харчових продуктах НА і нітратів пов'язаний з інтенсивністю забруднення як самих продуктів так і об'єктів оточуючого середовища атмосферне повітря вода ґрунт які впливають на перехід цих речовин екологічними ланцюгами в продовольчу сировину а також формують умови накопичення нітратів екзогенного і ендогенного синтезу НА.

5.7.1. При визначенні переліку сільгосппродуктів що підлягають регламентації на допустимий вміст нітратів необхідно виходити перш за все з тих обставин що 70-80% нітратів харчових продуктів надходить в організм людини з овочами 5-10% - з фруктами ягодами та молочними продуктами а внесок решти - незначний.

5.7.2. Рослинні харчові продукти в яких вміст нітратів та нітрозамінів перевищує допустимий але не більше ніж в 2 рази вважаються умовно придатними. Вони можуть використовуватись в умовах максимального розосереджування за винятком використання для підприємств, що обслуговують дитячі дошкільні та лікувальні заклади а також дієтичні їдальні. При більших перевищеннях концентрацій цих сполук більш ніж в 2 рази овочі можуть іти на корм тваринам з дозволу органів ветеринарного нагляду.

5.8. При розробці технічних регламентів технічних умов і ін. нормативних документів які стосуються питань виробництва чи переробки сировини і харчових продуктів а також зберігання обов'язково повинна враховуватись можливість екзогенного чи ендогенного синтезу НА з їх попередників в зв'язку з чим залишкові кількості нітратів і нітритів не повинні перевищувати рівнів при яких відбувається синтез НА.

5.9. Продовольча сировина продукти харчування а також матеріали обладнання і вироби які використовуються при виготовленні зберіганні транспортуванні та реалізації підлягають обов'язковій гігієнічній оцінці.

5.9.1. Гігієнічний висновок повинен супроводжуватись параметрами кількісного вмісту НА та їх попередників. Атестація продуктів вказаних в Правилах без наявності даних про їх канцерогенну безпеку не допускається.

5.9.2. Гігієнічній оцінці стосовно вмісту НА і їх попередників в першу чергу підлягають наступні продукти: - м'ясні - м'ясо свіже охолоджене морожене напівфабрикати субпродукти ковбасні вироби і м'ясні копченості консерви жир-сирець ; - рибні риба свіжа охолоджена морожена копчена жарена в'ялена солена маринована рибне борошно консерви і пресерви ; - напої пиво вино горілка плодово-ягідні вина ; - зернові

5.10. Контроль вмісту НА в продовольчій сировині та продуктах харчування здійснюється за методикою МВ 10.1.7. 99 "Газохроматографічне

визначення нітрозодиметиламіну і нітрозодіетиламіну в продовольчій сировині та продуктах харчування". Контроль вмісту нітратів - за МВ 5048-89. - 10 –

*/ МБТ 5061-89 Медико-биологические требования и санитарные нормы качества продовольственного сырья и пищевых продуктов. . - 12 - ш1.1

Додаток - обов'язковий МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФІЧНОМУ ВИЗНАЧЕННЮ НІТРОЗОДИМЕТИЛАМІНУ ТА НІТРОЗОДІЕТИЛАМІНУ В ПРОДОВОЛЬЧІЙ СИРОВИНІ ТА ПРОДУКТАХ ХАРЧУВАННЯ N-нітрозодиметиламін НДМА та N-нітрозодіетиламін НДЕА - представники великого класу канцерогенних N-нітрозамінів - органічних речовин які містять в собі групу N=O. Це жовті маслянисті рідини помірно розчинні в воді і добре в багатьох розчинниках та ліпідах; реакційно спроможні. Відрізняються високою леткістю і переганяються з водяною парою табл.1 . Чутливі до УФ-променів стійкі до дії міцних лугів але розкладаються в водних розчинах кислот. НДМА і НДЕА ї канцерогенами для всіх видів тварин на яких проводились випробування.

Спричиняють розвиток доброякісних та злоякісних пухлин різних органів у різних видів при введенні різними шляхами. Токсичні для всіх видів лабораторних тварин. Гранично допустима концентрація суми НДМА і НДЕА в продовольчій сировині та продуктах харчування -0.002-0.015 мг/кг клас небезпеки 1. - 13 - Принцип і характеристика методу визначення Метод базується на виділенні НА з гомогенізованої середньої проби продукту двохступеневою дистиляцією з водяною парою подальшою екстракцією хлористим метиленом і кількісним визначенням вмісту індивідуальних НА за допомогою газового хроматографа з полуменево-іонізаційним детектором. Нижня межа визначення НДМА і НДЕА в аналізованому об'ємі розчину проби 1 мл - 0.00005 мг. Діапазон вимірюваних концентрацій 0.0005 мг/кг 0.25 ГДК - 0.2 мг/кг 100 ГДК . Визначенню НДМА і НДЕА не перешкоджають інші нітрозаміни. Сумарна похибка методу не перевищує + .25% при довірчій імовірності 0.95. Прилади апаратура посуд 1. Газовий хроматограф будь-якої марки з полуменево-іонізаційним детектором 2. Колонка газохроматографічна латунна чи скляна довжиною 2 м та внутрішнім діаметром 3 мм 3. Ротаційний випарник типу ИР-1М ТУ 25-11-917-76 4. Лабораторний млин чи м'ясорубка ТУ 16-539.712-73 5. Лійка ділильна 500 мл ГОСТ 23932-79 6. Фарфорова ступка з товчачиком 7. Терези лабораторні Т1-500 загального призначення 2-го класу точності ГОСТ 24104-88 8. Пробірки мірні ГОСТ 25336-82 9. Піпетки 2-2-1 ГОСТ 20292-74 10. Мікрошприц місткістю 1 мкл ТУ 25.05-2152-76 11. Секундомір ТУ 25-1819.0024-90 12. Міри маси ГОСТ 7328-82Е 13. Колби мірні 2-100-2 ГОСТ 1740-74 14. Колби мірні 2-10-2 ГОСТ 1740-74 15. Амбули скляні місткістю 5 см 53 0 ГОСТ 18122-75 16. Самописець будь-якої марки 17. Апарат для перегонки під вакуумом ГОСТ 25336-82 Допускається заміна вказаних приладів та посуду на аналогічні чи такі що не поступаються за метрологічними характеристиками Реактиви розчини матеріали 1. Стандартні розчини НДМА НДЕА 99.9% МАВР Франція 2. Вихідний розчин НДМА і НДЕА 1мкг/см 53 0 кожного 3. Хлористий метилен МРПУ 6-09-5362-68 "ч". 4. Дистильована вода ГОСТ 6709-72 5. Хлористий натрій ГОСТ 4233-77 "ч". 6. Гідроксид натрію ГОСТ 4328-66 "хч". 7. Сірчана кислота ГОСТ 4204-66 "хч". - 14 - 8. Натрій сірчаноокислий безводний ГОСТ 4166-66 "хч". 9. Оцтова кислота ГОСТ 61-99 "хч". 10. Бромистоводнева кислота ГОСТ 2062-67 "чда". 11. Азот газоподібний ГОСТ 9293-74 в балоні з редуктором. 12. Водень газоподібний ГОСТ 3022-80 в балоні з редуктором. 13. Повітря стиснене ГОСТ 11982-73 14. Насадка для хроматографічної колонки - хроматон N-AW-HMDS 0.16-0.20 мм + 15% Carbowax-4000 15. Парафін нафтовий твердий ГОСТ 23683-89 Реактиви кожної партії перевіряють на відсутність нітрозамінів для чого пробу реактивів в кількості, що використовується в експерименті екстрагують хлористим метиленом концентрують до

об'єму 1 мл та аналізують концентрат на вміст НА згідно з даною методикою. При відсутності НА реагенти використовують в роботі при наявності НА - замінюють на нову партію. Приготування вихідного розчину В мірну колбу місткістю 100 см³ 0 наливають 50-60 см³ 0 хлористого метилену вносять 0.1 мкл аналітичного стандарту НДМА та 0.1 мкл аналітичного стандарту НДЕА внесення канцерогенів в колбу проводять таким чином щоб краплі цих речовин попадали прямо в розчин доводять розчинником до мітки і перемішують. Вихідний розчин концентраціїю 1мкг/см³ 0 НДМА та 1 мкг/см³ 0 НДЕА

використовується для приготування калібрувальних та стандартних розчинів залишки зберігаються в запаяних ампулах в холодильнику не більше 3-х місяців. Відбір і підготовка проби для аналізу Для визначення вмісту НА в харчових продуктах відбирають 100- 300г досліджуваного продукту в залежності від очікуваного забруднення. Відібраний зразок повинен відображати середній склад всієї партії цього продукту. Спосіб подрібнення залежить від консистенції речовини. Тверді чи сухі продукти розмелюються на спеціальному лабораторному млині а корнеплоди овочі фрукти ягоди м'ясні та рибні продукти спочатку пропускаються через м'ясорубку потім розтираються в ступці до отримання гомогенної маси.

Проведення аналізу Визначення НА в харчових продуктах складається з кількох етапів : 1 Виділення НА з проби за допомогою дистиляції з водяною парою з нейтрального середовища; 2 дистиляція з лужного середовища; 3 переведення НА в органічну фазу екстракцією хлористим метиленом; 4 сушіння екстракту; 5 концентрування екстракту до певного об'єму; 6 кількісне визначення НА. - 15 - Гомогенізовану пробу переносять в круглодонну колбу на 1000 мл яку з'єднують з паровиком та прямим холодильником Мал.1 . До продукту додають 40 г NaCl 200 мл дистильованої води та відганяють з водяною парою збираючи 100 мл дистиляту. Далі додають 12 г гідроокису натрію та для запобігання викиду проби при дистиляції 1-1.5 г парафіну збирають ще 100 мл дистиляту. Весь дистилят переносять в ділильну лійку об'ємом 500 мл тричі екстрагують 15 мл хлористого метилену протягом 1-2 хвилин. Об'єднаний екстракт висушують прожареним сульфатом натрію і концентрують до 1 мл в випарюванням в потоці азоту або на ротаційному випарнику при 36 50 0 С. Умови хроматографування Газовий хроматограф виводять на наступний режим роботи: - температура термостата колонки - 120 50 0 С - температура випарника - 220 50 0 С - температура детектора - 200 50 0 С - швидкість газу-носія через колонку - 30 мл/хв - швидкість діаграмної стрічки - 3 см/хв - час утримання НДМА - 3 хв.40 сек. - час утримання НДЕА -4хв.10сек. ! 1 мкл екстракту за допомогою мікрошприца вводять в газовий хроматограф. Хроматографування однієї проби проводять тричі. На отриманій хроматограмі вимірюють висоти піків що відповідають НДМА та НДЕА вираховують середню величину висоти з трьох визначень. Хроматографують також тричі стандартні розчини НДМА і НДЕА в діетиловому ефірі які містять певні концентрації цих сполук розраховують середні величини висоти піків. Побудова калібрувального графіка Для встановлення калібрувальної характеристики що відбиває залежність висоти хроматографічних піків від концентрації НДМА і НДЕА готують серію з п'яти калібрувальних розчинів шляхом розведення вихідного розчину. Для цього в мірні колби місткістю 10 см³ 0 вливають згідно з таблицею 2 відповідну кількість м а л ю н о к Мал.1. Апарат для виділення НДМА та 5 0НДЕА з проби продовольчої сировини та продуктів харчування 1 - паровик; 2 - дистильована вода; 3 - круглодонна колба; 4 - гомогенат харчового продукту; 5 - баня з регулятором температури; 6 - насадка Вюрца; 7 -трубка з шліфом; 8 - насадка-барботер; 9 - холодильник Лібіха; 10 - алонж; 11 -колба для збирання відгону - 16 - вихідного розчину доводять об'єм хлористим метиленом до мітки і перемішують. 1 мкл кожного з вказаних калібрувальних розчинів вводять в хроматограф процедуру повторюють тричі. Визначають середнє значення висоти

пиків. Графік будують по залежності висоти піка від кількості речовини введеної в хроматограф. Хроматографування калібрувальних розчинів проводять за тих же умов що і аналіз. Розрахунок аналізу Вміст НА в досліджуваному продукті X мкг/кг розраховується за формулою: $X = \frac{C_{ст0} \times H_{пр0} \times V_{зг} \times H_{ст0} \times V_{хр0} \times m \times K}{C_{ст0} - 4}$ 0 кількість речовини у стандартному розчині мкг $H_{пр0}$ - висота піка НА отримана при аналізі проби мм; $H_{ст0}$ - висота піка відповідного стандартного НА мм; $V_{хр0}$ - об'єм проби що вводять в хроматограф мкл; $V_{зг0}$ - загальний об'єм розчину екстракту мл; m - маса досліджуваного зразка г; k - коефіцієнт що показує ступінь добування НА з проби. Величина k встановлена експериментально шляхом внесення відомих кількостей НА в проби і проведення аналізу згідно з даною методикою. За нашими даними та даними інших дослідників величина k становить 0.75. Техніка безпеки при роботі з НА Оскільки НА ї сильно токсичними і канцерогенними речовинами всі операції необхідно проводити під тягою в гумових рукавичках відпрацьовані розчини розкладати 3%-ним розчином НВг в оцтовій льодяній кислоті. Зберігати НА в герметично закритій посуді з темного скла в холодильнику окремо від проб. Виключати можливість контакту з ультрафіолетовим випромінюванням. - 17 -

Розроблені: Український науковий гігієнічний центр МОЗ України: д.м.н проф.Н.Я.Янишева д.м.н.І.О.Черниченко д.б.н. О.М.Литви-ченко к.б.н. Л.С.Соверткова к.м.н. Н.В.Баленко к.м.н.В.Ф.Бабій д.м.н. М.П.Гулич. Національний медичний університет: д.м.н. проф. В.І.Циприян Головне санітарно-епідеміологічне управління МОЗ України: Т.О.Цибенко А.А.Григоренко