

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Руководство по методам контроля
качества и безопасности
биологически активных добавок к пище**

Руководство Р 4.1.1672—03

ББК 51.23

Р84

Р84 Руководство по методам контроля качества и безопасности биологически активных добавок к пище.—М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2004.—240 с.

1. Разработано: ГУ НИИ питания РАМН (руководитель В. А. Тутельян, ответственный исполнитель К. И. Эллер, Ю. П. Алешко-Ожевский, Т. В. Аристархова, В. Г. Байков, Н. А. Бекетова, В. В. Бессонов, С. В. Волкович, Л. Ш. Воробьева, О. А. Вржезинская, М. М. Г. Гаппаров, Н. А. Голубкина, Г. Ф. Жукова, М. Г. Киселева, Т. В. Киселева, В. М. Коденцова, С. Н. Кулакова, Л. Г. Левин, Ф. А. Медведев, Г. В. Никольская, В. В. Пименова, И. М. Скурихин, О. И. Соловьева, В. Б. Спиричев, Л. А. Харитончик, С. А. Хотимченко); Департаментом госсанэпиднадзора Минздрава России (А. И. Петухов); Федеральным центром госсанэпиднадзора Минздрава России (И. В. Брагина); Фармакопейным комитетом Минздрава России (В. Л. Багирова, Е. Л. Ковалева); ВИЛАР РАСХН (С. А. Пинеев).

2. Утверждено и введено в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации Г. Г. Онищенко 30 июня 2003 г.

3. Вводится впервые.

ББК 51.23

© Минздрав России, 2004

© Федеральный центр госсанэпиднадзора
Минздрава России, 2004

Содержание

Область применения.....	7
Глава 1. Методы определения макроэлементов.....	8
I. Методы определения азотистых соединений	8
1. Метод определения общего белка.....	8
2. Определение аминокислотного состава.....	12
II. Методы определения липидов	14
1. Методы определения содержания жира в БАД на растительной и жировой основе	14
1.1. Гравиметрический метод.....	14
1.2. Определение содержания жира в БАД на зерновой основе	16
1.3. Определение массовой доли жира в БАД с высоким содержанием жира методом экстракции в аппарате Сокслета.....	23
2. Методы определения жирнокислотного состава	24
3. Методы определения стероинов.....	27
3.1. Колориметрический метод определения содержания стероидов после омыления проб.....	27
3.2. Определение состава стероидов методом ГЖХ.....	29
3.3. Метод хромато-масс-спектрометрии в анализе стероидов	31
4. Метод определения фосфолипидов (определение суммарного фосфора).....	33
III. Методы определения углеводов.....	33
1. Определение содержания крахмала с помощью поляриметрического метода	33
2. Определение содержания и состава углеводов.....	36
2.1. Определение состава углеводов с помощью метода ГЖХ.....	36
2.2. Определение состава углеводов с помощью метода ВЭЖХ.....	38
3. Определение содержания пектина	40
4. Методы определения содержания редуцирующих веществ, общего сахара и сахарозы	41
4.1. Колориметрический метод	41
4.2. Титриметрический метод.....	45
5. Определение содержания нерастворимых и растворимых пищевых волокон_(ферментативный метод).....	46
Глава 2. Методы определения микроэлементов	51
I. Методы определения витаминов	51
1. Одновременное определение витаминов А, Е и каротиноидов в БАД методом высокоэффективной жидкостной хроматографии	51
2. Определение витамина В-6 (пиридоксина) в БАД.....	58
3. Одновременное определение витаминов в-1 и в-2 в бад методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.....	62
4.Флуориметрический метод определения рибофлавина (витамин В2) титрованием_рибофлавинсвязывающим апобелком.....	68
5. Метод определения аскорбиновой кислоты (витамин С)	69

5.1	Определение витамина С в образцах, дающих неокрашенные или слабоокрашенные экстракты.....	72
5.2	Определение витамина С в образцах, дающих окрашенные экстракты	76
5.3.	Спектрофотометрическое определение витамина С в напитках	77
5.4.	Потенциометрическое титрование.....	78
II. Методы определения минеральных веществ		82
1.	Атомно-абсорбционный метод определения содержания натрия, калия, кальция, магния, железа, марганца, меди, цинка, свинца, кадмия, кобальта, никеля, хрома	85
2.	Молибдено-ванадиевый метод определения фосфора	92
3.	Комплексонометрический метод определения кальция и магния	95
4.	Определение свинца и кадмия методом инверсионной вольтамперометрии.....	99
III. Методы определения микроэлементов.....		102
1.	Определение йода титрометрическим методом.....	102
2.	Определение селена спектрофлуориметрическим методом	104
3.	Определение токсичных элементов	105
Глава 3. Минорные биологически активные компоненты БАД (методы определения подлинности БАД).....		106
1.	Определение антоцианинов	106
1.1.	Методика определения качественного и количественного состава антоцианиновых пигментов с помощью ВЭЖХ.....	106
1.2.	Суммарное содержание антоцианиновых пигментов	107
2.	Определение органических кислот с помощью ВЭЖХ	109
3.	Определение 5-оксиметилфурфуурола в БАД на основе меда и углеводных сиропов	112
4.	Определение состава моно- и дисахаридов с помощью ВЭЖХ.....	115
5.	Определение массовой концентрации кофеина, теобромина, теофиллина.....	118
6.	Определение массовой концентрации хинина	121
7.	Определение содержания коэнзима Q10	122
8.	Определение L-карнитина (γ-триметил-р-гидроксипутиробетанин)	122
9.	Определение полифенольных соединений.....	124
10.	Определение флавоноидов.....	127
10.1.	Введение.....	127
10.2.	Методы определения флавоноидов	129
11.	Анализ индикаторных показателей некоторых БАД на растительной основе	132
11.1.	Определение катехинов и галловой кислоты в БАД на основе зеленого чая и в травяных чаях.....	132
11.2.	Определение флаванолов в БАД на фруктовой основе	134
11.3.	Определение флаванолов в БАД из экстрактов листовенницы.	134
11.4.	Определение изофлавонов в БАД.....	136
11.5.	Определение гиперозида и рутина в БАД, содержащих боярышник (<i>Crataegus Monoguna</i>)	137
11.6.	Определение флавонолгликозидов в БАД на основе экстракта <i>Ginkgo viloba</i>	139
11.7.	Определение флавоноидов в БАД, содержащих солодку (<i>Radix Glycyrrisae</i>)	141

11.8. Определение флавоновых гликозидов в БАД, содержащих страстоцвет (<i>Passiflora incarnata</i> L.).....	142
12. Определение содержания гинзенозидов в БАД, содержащих женьшень.....	143
13. Определение содержания схизандрина в БАД, содержащих лимонник китайский (<i>Schizandra Chinensis</i> (Turcz.) Baill).....	146
14. Определение содержания элеутерозида В (сирингина) в БАД, содержащих элеутерококк колючий.....	148
15. Определение производных кофейной (3,4-дигидрокси-коричной) кислоты в БАД на основе экстрактов эхинацеи пурпурной.....	150
16. Определение берберина и иохимбина в БАД.....	152
17. Определение стевиозидов в БАД, содержащих стевию (<i>Stevia rebaudiana</i>).....	154
18. Определение салидрозидов в БАД, содержащих родиолу розовую (<i>Rhodiola rosae</i> L).....	155
19. Определение дубильных веществ в БАД, содержащих черемуху (<i>Padus Avium</i> Mill); ольху (<i>ALNus incana</i>); дуб (<i>Qercus robur</i>); бадан (<i>Bergenia crassifolia</i>).....	156
20. Определение производных антрахинона.....	157
20.1. В БАД, содержащих марену красильную (<i>Rubia tinctorum</i> L.), Марену грузинскую (<i>Rubia iberica</i> (FICH.EX.DC).C.COCH).....	157
20.2. В БАД, содержащих ревень тангутский (<i>Rheum palmatum</i> L.).....	158
20.3. В БАД, содержащих крушину ольховидную (<i>Frangula alnus mill</i>).....	159
20.4. В БАД, содержащих сенну (<i>Salvia officinalis</i> L).....	160
21. Определение гидрохинона и его производных в БАД, содержащих толокнянку (<i>Uvae ursi folium</i>).....	161
22. Определение производных кумарина.....	161
22.1. В БАД, содержащих крапиву (<i>Urtica dioica</i> L.).....	161
22.2. В БАД, содержащих вздутоплодник сибирский (<i>Pholojodicarpus sibiricus-fisch.ex. sp re ng</i>).....	162
23. Определение содержания эфирных масел и подтверждение состава компонентов.....	163
24. Определение содержания инулина в БАД.....	164
25. Определение содержания аралозидов А, В, С в БАД, содержащих аралию маньчжурскую (<i>Araliae elatae</i> (Mig) Seem).....	166
26. Определение содержания экдистена в БАД, содержащих левзею сафлоровидную (<i>Leuzea carthamoides</i> (Willd.DC).....	167
27. Определение содержания четвертичных аммонийных оснований (глицинбетаин) в БАД, содержащих солянку холмовую (<i>Salsola collina</i> PALL).....	168
28. Определение содержания гексозаминов.....	169
29. Определение содержания гуминовых кислот и глицина в мумие.....	170
Глава 4. Методы определения пищевых добавок в составе БАД.....	172
I. Метод определения консервантов (бензойная и сорбиновая кислоты) с помощью ВЭЖХ.....	172
II. Метод определения заменителей сахара.....	174
1. Метод определения аспартама.....	174
2. Метод определения дикетопиперазина.....	175
3. Метод определения ацесульфама К.....	175
5. Метод определения цикламата и цикламата в смеси с сахаринном.....	176
6. Метод определения сукралозы.....	176
7. Метод определения изомальта.....	177
III. Методы определения состава ароматизаторов.....	179

IV. Метод определения синтетических пищевых красителей.....	180
1. Определение качественного состава красителей в БАД методом ТСХ.....	181
1.1. Качественное определение индивидуальных и смесевых синтетических пищевых красителей	181
1.2. Количественное определение состава синтетических пищевых красителей в БАД с помощью ТСХ и спектрофотометрии.....	182
2. Определение синтетических пищевых красителей методом ВЭЖХ	184
Глава 5. Методы исследований безопасности	187
I. Методы определения микотоксинов	187
1. Метод обнаружения, идентификации и определения содержания афлатоксинов в БАД на зерновой и зернобобовой основе с помощью тонкослойной и высокоэффективной жидкостной хроматографии.....	192
2. Метод обнаружения, идентификации и определения содержания охратоксина А	197
4. Метод обнаружения, идентификации и количественного определения патулина в БАД на плодовоовощной основе	206
5. Метод обнаружения, идентификации и определения содержания трихотеценовых микотоксинов группы А в пищевых продуктах и БАД на зерновой основе с помощью газо-жидкостной хроматографии (арбитражный метод).....	209
II. Метод определения нитратов и нитритов.....	213
III. Метод определения п-нитрозаминов	215
IV. Метод определения биогенных аминов.....	219
1. Колориметрический метод определения гистамина.....	219
2. Определение содержания биогенных аминов с помощью ВЭЖХ	222
V. Метод определения полициклических ароматических углеводов (ПАУ).....	225
VI. Показатели окислительной порчи масел	233
1. Перекисное число.....	233
2. Кислотное число.....	234
Список использованной литературы	238

УТВЕРЖДАЮ

Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации,
Первый заместитель Министра
здравоохранения Российской Федерации
Г. Г. Онищенко

30 июня 2003 г.

Дата введения: 30 июня 2003 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Руководство по методам контроля
качества и безопасности
биологически активных добавок к пище**

Руководство Р 4.1.1672—03

Область применения

Настоящее Руководство по методам контроля качества и безопасности биологически активных добавок к пище (далее – *руководство*) разработано в соответствии с Федеральными законами «О санитарно-эпидемиологическом благополучии населения» от 30.03.99 № 52-ФЗ (Собрание законодательства Российской Федерации, 1999, № 14, ст. 1650), «О качестве и безопасности пищевых продуктов» от 02.01.00 № 29-ФЗ (Собрание законодательства Российской Федерации, 2000, № 2, ст. 150), постановлением Правительства Российской Федерации от 21.12.00 № 987 «О государственном надзоре и контроле в области обеспечения качества и безопасности пищевых продуктов».

Руководство устанавливает методы контроля ингредиентного состава и показателей качества и безопасности биологически активных добавок к пище (далее – *БАД*).

Руководство предназначено для юридических лиц и индивидуальных предпринимателей, осуществляющих деятельность в сфере производства и оборота БАД, а также для организаций и учреждений государственной санитарно-эпидемиологической службы Российской Федерации (далее – *госсанэпидслужбы России*), осуществляющих государственный санитарно-эпидемиологический надзор и контроль за безопасностью и эффективностью БАД в соответствии с СанПиН 2.3.2.1078—01 «Гигиенические требования безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов» и другими нормативными документами.

Методы контроля, изложенные в руководстве, применяются на этапах экспертизы и регистрации БАД, при разработке и производстве БАД, их ввозе, хранении, транспортировке и реализации на территории Российской Федерации, при разработке нормативной и технической документации, регламентирующей вопросы обращения БАД.