

ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МАСЛОДЕЛИЯ И СЫРОДЕЛИЯ – филиал Федерального государственного
бюджетного научного учреждения «Федеральный научный центр пищевых
систем им. В.М. Горбатова» РАН
(ВНИИМС – филиал ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В.М. Горбатова»
РАН)



УТВЕРЖДАЮ
Врио директора ВНИИМС –
филиала ФГБНУ «ФНЦ пищевых
систем им. В.М. Горбатова» РАН
Е.В. Топникова
13.10.2017 2017 г.

СПРАВКА

о результатах научно-технической экспертизы методики выявления
сухого молока в молоке и молочных продуктах методом
иммуноферментного анализа

Зам. директора по научной работе,
д-р техн. наук


13.11.2017 О.В. Лепилкина

Рук. сектора прикладной. энзимологии,
канд. техн. наук, вед. науч. сотр.


13.11.2017 Д.С. Мягконосов

Углич 2017 г.

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	3
ОБЪЕКТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ, МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЙ И ОБРАБОТКИ ДАННЫХ.....	9
РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ.....	12
Сухое молоко.....	12
Сырое молоко	13
<i>Выявление фальсификации сырого молока путем добавления сухого молока и смеси сухого молока с заменителем молочного жира (ЗМЖ) ..</i>	<i>13</i>
Молоко питьевое пастеризованное и кисломолочные продукты на основе пастеризованного молока	16
Молоко питьевое ультрапастеризованное	19
Молоко питьевое стерилизованное.....	22
Молоко топленое и кисломолочные продукты на основе топленого молока	28
Творог и сыр мягкий	29
Сливки пастеризованные и сметана из пастеризованных сливок	32
Сливки ультрапастеризованные и стерилизованные	34
Масло сливочное из коровьего молока.....	35
Пахта, напитки из пахты и пастеризованное молоко,.....	36
нормализованное пахтой	36
Творог и сыр мягкий, изготавливаемые с использованием пахты для нормализации по жиру.....	37
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	39

ВВЕДЕНИЕ

По решению совещания в Евразийской экономической комиссии (Протокол от 18.01.2017 г. № 16-7/пр) ФГБНУ «Всероссийский научно-исследовательский институт маслоделия и сыроделия» (ФГБНУ ВНИИМС) провел научно-техническую экспертизу методики определения наличия сухого молока в молоке и молочных продуктах методом иммуноферментного анализа, разработанной ООО «ХЕМА» (далее – методика).

Рассматриваемая методика классифицируется как метод гетерогенного твердофазного иммуноферментного анализа (далее – ИФА). Сущность метода ИФА заключается в реакции специфического взаимодействия антиген–антитело и последующей детекции полученного комплекса с использованием спектрофотометрии.

В рассматриваемой методике роль целевого антигена выполняют молекулы бета-лактоглобулина (белок молочной сыворотки), которые в результате термического воздействия существенно повышают свою антигенность вследствие конформационных преобразований (рисунок 1).

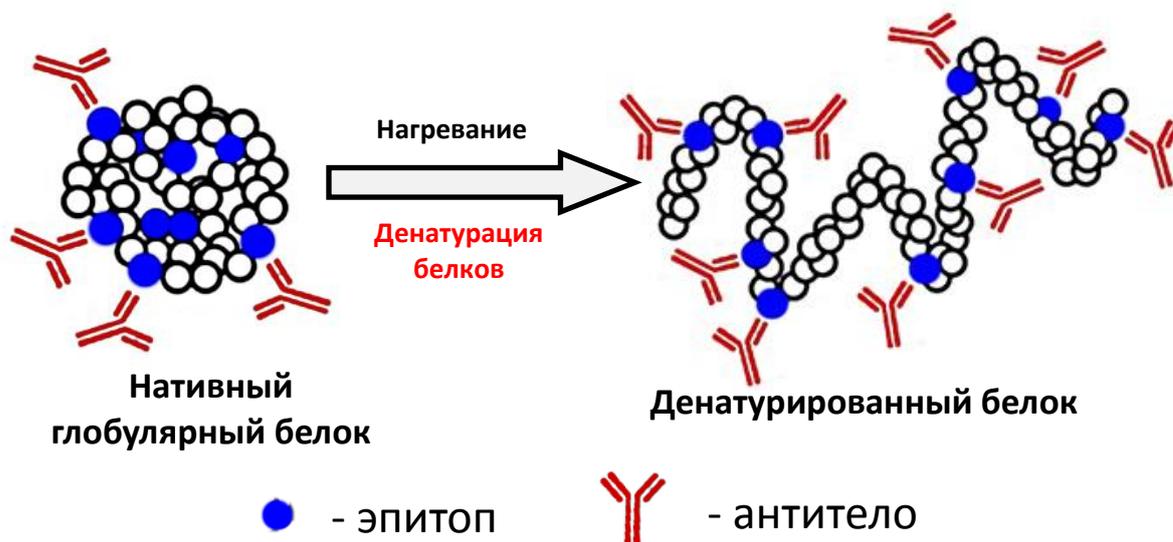


Рисунок 1 - Связь между структурой белковой молекулы бета-лактоглобулина и ее антигенными свойствами

Бета-лактоглобулин содержит в своей структуре определенные последовательности аминокислот, способные к связыванию специфических

антител. Такие последовательности называются эпитопами. При нагревании молекула бета-лактоглобулина изменяет свою пространственную структуру. При этом часть активных центров (эпитопов), изначально скрытых внутри пространственной структуры белка, выходит на поверхность. В результате увеличивается количество специфических антител, которые может связать данная молекула белка (рисунок 1).

В рассматриваемой методике первичные антитела против эпитопов бета-лактоглобулина иммобилизуются в лунках специальных планшетов для микротитрования (рисунок 2).

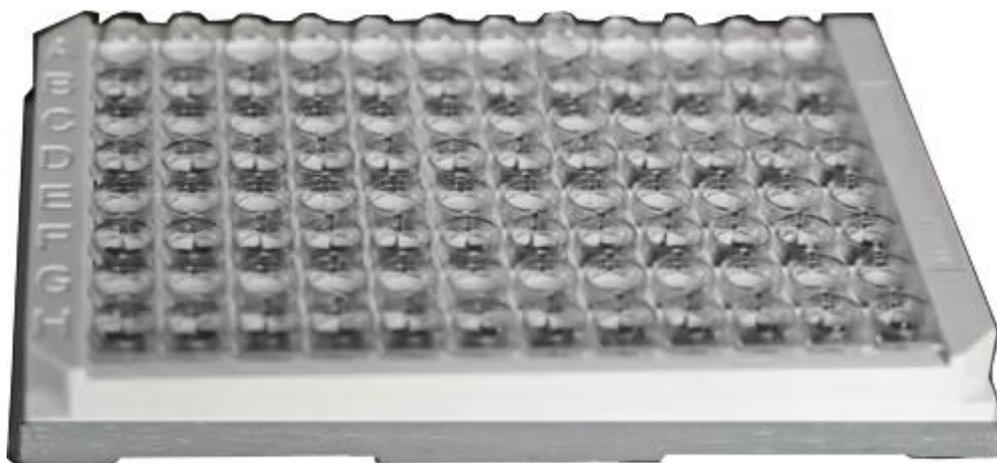
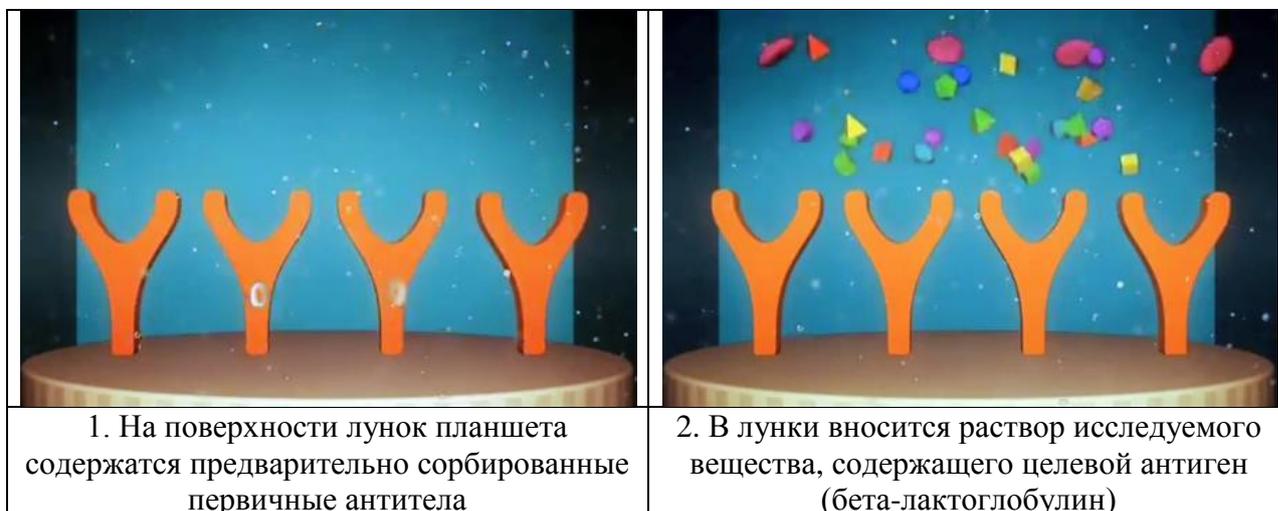


Рисунок 2 - 96-луночная пластиковая планшета для микротитрования, используемая в методе ИФА

Последовательность процессов, протекающих в лунках планшеты при проведении ИФА, приведена на рисунке 3.



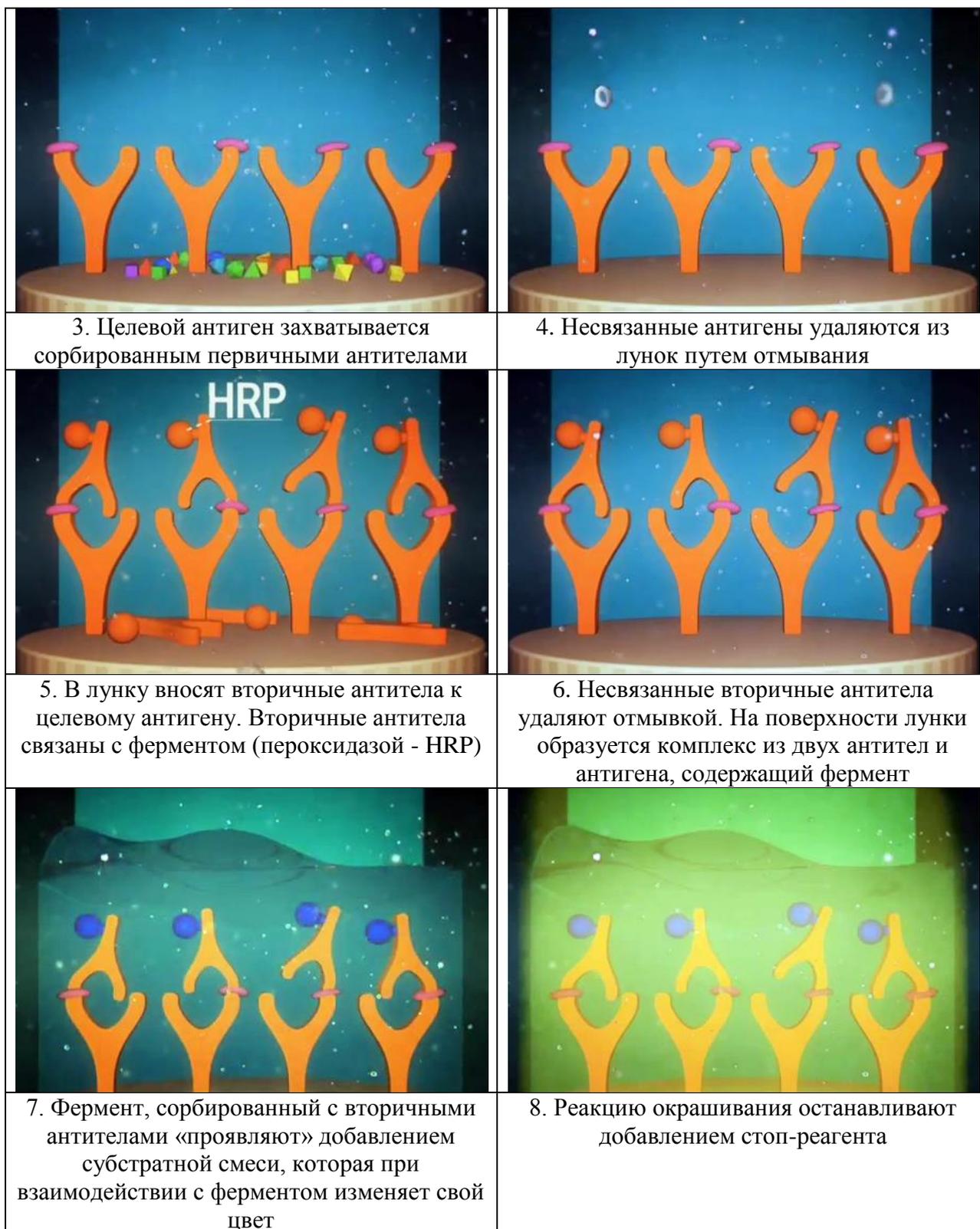


Рисунок 3 - Последовательность проведения анализа иммуноферментным методом

В результате реакции осажденной пероксидазы с субстратом изменяется окраска субстрата. После выдержки, достаточной для окрашивания субстрата, вносят стоп-реагент, останавливающий реакцию

окрашивания. Интенсивность окрашивания измеряют фотометрически на длине волны 450 нм. Интенсивность окрашивания тем больше, чем большее количество антител связано с антигеном. Т.е., чем больше молекул антигена, тем интенсивнее окрашивание.

В методике, предлагаемой ООО «ХЕМА» для определения присутствия сухого молока в молоке и молочных продуктах, предусмотрено определение показателя, называемого «индекс позитивности» (ИП), рассчитываемого путем деления значения оптической плотности специально подготовленной жидкой фракции продукта, содержащей комплексы «антиген-антитело», на эмпирически подобранный коэффициент.

Индекс позитивности (ИП) исследуемого образца рассчитывается по формуле:

$$ИП_{иссл} = \frac{ОП_{иссл}}{CutOff},$$

где $ИП_{иссл}$ – индекс позитивности исследуемого образца, ед.;

$ОП_{иссл}$ – результат измерения оптической плотности в исследуемом образце, ед. оптической плотности;

$CutOff$ – порог отсечения, рассчитываемый по формуле

$$CutOff = \overline{ОП}_{Control} + 0,05,$$

где $\overline{ОП}_{Control}$ – средняя оптическая плотность отрицательной контрольной сыворотки, получаемая по результатам 2-х параллельных определений, ед. оптической плотности;

0,05 – константа, установленная разработчиками методики эмпирическим путем.

Отрицательная контрольная сыворотка изготавливается на основе образца термически необработанного обезжиренного сырого молока, высушенного методом лиофильной сушки. Отрицательная контрольная сыворотка содержит в своем составе термически неизменный бета-лактоглобулин.

В ходе предварительных исследований, проведенных во ВНИИМС в

условиях пастеризации молока в стационарной емкости с мешалкой и рубашкой, было установлено влияние температуры и продолжительности нагревания сырого молока на его индекс позитивности.

Как видно из графика, приведенного на рисунке 4, значение ИП молока увеличивается пропорционально температуре и продолжительности нагревания молока. Эти данные подтверждают работоспособность метода и его высокую чувствительность к конформационным изменениям белков молока.

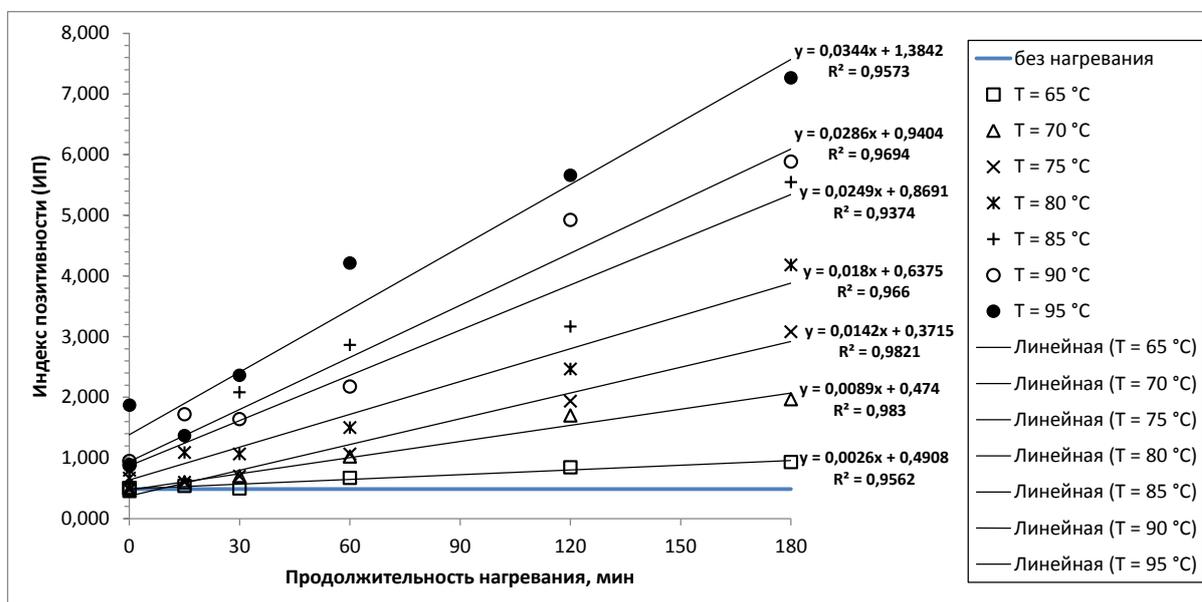


Рисунок 4 - Влияние температуры и продолжительности тепловой обработки на индекс позитивности молока

В технологии всех молочных продуктов применяется тепловое воздействие на молоко (например, пастеризация или стерилизация), в результате которого происходят конформационные изменения белковых молекул, аналогичные конформационным изменениям, происходящим при сушке молока.

Проблема состоит в том, что **степень теплового воздействия, применяемого при производстве отдельных видов молочных продуктов, может быть сопоставима или даже превышать степень теплового**

воздействия на молоко при сушке. Это ставит под сомнение возможность использования предлагаемого метода применительно ко всем молочным продуктам, в частности, к тем, в технологии которых предусмотрено длительное высокотемпературное воздействие на сырье, полуфабрикат или продукт.

На основе результатов собственных исследований ООО «ХЕМА» предложен контрольный диапазон значений ИП для качественного определения примеси сухого молока во всех молочных продуктах:

$ИП < 0,81$ - отрицательный результат (сухого молока в продукте нет);

$ИП = 0,81 \div 1,19$ – неопределенный (сомнительный) результат;

$ИП \geq 1,20$ – положительный результат (сухое молоко в продукте есть).

Указанные диапазоны значений ИП не могут быть универсальными для сырого молока и разных видов молочных продуктов, в технологии которых применяется разные режимы тепловой обработки во время изготовления. В частности, использование предложенных ООО «ХЕМА» контрольных значений ИП при определении наличия сухого молока в ультрапастеризованном и стерилизованном молоке стало причиной получения ложноположительных результатов у ряда производителей этих продуктов.

Исходя из вышеизложенного, в задачи научно-технической экспертизы, возложенной на ВНИИМС, входило:

- установление возможности использования метода иммуноферментного анализа для качественного выявления примеси сухого молока в молоке и молочных продуктах;

- уточнение области применения иммуноферментного метода определения сухого молока в молочных продуктах;

- установление контрольных (пороговых) значений индекса позитивности для молока и молочных продуктов в зависимости от технологии их изготовления.

ОБЪЕКТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ, МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЙ И ОБРАБОТКИ ДАННЫХ

Объектами исследования были молоко и молочные продукты, вырабатываемые на различных молокоперерабатывающих предприятиях Российской Федерации (РФ) и Республики Беларусь (РБ), а также образцы молочных продуктов, изготовленные в лабораторных условиях ФГБНУ ВНИИМС, и пастеризованное и ультрапастеризованное питьевое молоко финского производства, предоставленное ООО «ХЕМА» (таблица 1).

Таблица 1 – Предприятия, продукция которых была отобрана для исследований

<i>Российская Федерация</i>	
1.	АО "Данон Россия" (Липецк)
2.	АО "Молвест" (ПАО Молочный комбинат "Воронежский", Воронеж)
3.	Молочный комбинат "ПЕТМОЛ" АО "Данон Россия" (Санкт-Петербург)
4.	ООО "ГАЛАКТИКА" (г. Гатчина Ленинградской обл.)
5.	ОАО Фирма "Молоко" (г. Россошь Воронежской обл.)
6.	Производственный кооператив "Вологодский молочный комбинат" (г.Вологда)
7.	Учебно-опытный завод ВГМХА им. Верещагина (г.Вологда)
8.	ОАО "Северное молоко" (г. Грязовец Вологодской обл.)
9.	ООО «Агриволга» (г. Углич, Ярославская обл.)
10.	Экспериментальный сыродельный цех ФГБНУ ВНИИМС (г. Углич Ярославской обл.)
11.	АО "Вимм-Билль-Данн" (Россия)
12.	АО "Данон Россия" (Россия)
13.	АО "Молвест" (филиал ПАО Молочный комбинат "Воронежский" - Кокольский молзавод)
14.	АО «Торжокский молочный комбинат «Тверца» (г. Торжок, Тверская обл.)
15.	ЗАО "Завод стерилизованного молока "Можайский" (г. Можайск Московской обл.)
16.	АО "Лактис" (г. Великий Новгород)
17.	Молочный комбинат "Юрьев-Польский" (г. Юрьев-Польский, Владимирская обл.)
18.	ОАО "МИЛКО" (г. Ижевск, Удмуртская Республика)

19.	ОАО "Рузское молоко" (г. Руза Московской обл.)
20.	АО "Молвест" (ООО Ивановский комбинат детского питания по заказу ПАО Молочный комбинат "Воронежский")
21.	ОАО "ЭФКО" (г. Алексеевка Белгородской обл.)
22.	ОАО «Останкинский молочный комбинат» (Москва)
23.	ОАО "Молочный Комбинат "Орловский" (г. Орел)
24.	ОАО «Павловский молочный завод» (г. Павлово, Нижегородская область)
25.	ООО "Кривское" (д.Кривское Калужской обл.) изготовлено по заказу сети супермаркетов ООО "Лента"
26.	ООО "Молочная благодать" (г. Кушва Свердловской обл.)
27.	ООО "Молочные Продукты" (п. Юбилейный, Ярославская обл., Рыбинский р-н)
28.	ООО «Рамоз» (г. Рыбинск)
29.	ООО «Санкт-Петербургский молочный завод «Пискарёвский» (г. Санкт-Петербург)
30.	ООО «Ярмолпрод» (г. Ярославль)
<i>Республика Беларусь</i>	
1.	ОАО "Молочный Мир" (г. Гродно)
2.	Коммунальное производственное унитарное предприятие «Мозырские молочные продукты» (г. Мозырь)
3.	Нарочский филиал ОАО «Молодечненский молочный комбинат» (г.Нарочь)
4.	ОАО «Бабушкина крынка» (г. Могилев)
5.	ОАО «Здравушка-милк» (г. Борисов)
6.	ОАО «Милкавита» (г. Гомель)
7.	СООО «Данон-Пружаны» (г. Пружаны)
8.	ОАО "Минский молочный завод №1" (г. Минск)
9.	Государственное предприятие "Молочный гостинец" (г. Минск)
10.	ОАО "Молочные горки" (г. Горки, Могилевская обл.)
11.	ОАО "Беллакт" (г. Волковыск, Гродненская обл.)
12.	ОАО "Рогачевский МКК" (г. Рогачев, Гомельская обл.)
13.	ОАО "Савушкин продукт" (г. Брест)
14.	ОАО Лепельский молочно-консервный комбинат (г. Лепель)
15.	ОАО Лидский молочно-консервный комбинат (г. Лида Гродненской обл.)
<i>Финляндия</i>	
1.	Arla Foods
2.	Milbona
3.	Pohjolan meijeri
4.	Valio
5.	Молочный завод «Туренки»

Жирным шрифтом в таблице 1 выделены предприятия, на которые выезжали специалисты ФГБНУ ВНИИМС с целью отбора проб в условиях прослеживаемости, исключающей возможность добавления сухого молока в процессе производства продукта. На этих предприятиях отбирали сырое молоко-сырье, нормализованную смесь (в случае применения данной технологической операции) и готовый продукт. При отборе проб составляли акты и снимали термограммы тепловой обработки продукта в процессе изготовления.

В перечень исследованных молочных продуктов вошли: молоко сырое, нормализованные смеси до и после пастеризации, молоко пастеризованное, ультрапастеризованное, стерилизованное, топленое; кисломолочные продукты на основе пастеризованного и топленого молока; сливки пастеризованные, ультрапастеризованные и стерилизованные; сметана; масло сливочное, получаемое двумя методами (сбиванием и преобразованием высокожирных сливок); пахта и напитки из пахты; творог и мягкий сыр, в том числе из пахты и с использованием пахты.

Кроме того, было исследовано образцы различных выработок сухого молока от шести производителей РФ и РБ.

Всего было исследовано около 350 образцов молока и молочных продуктов.

Анализы выполнялись с соблюдением условий повторяемости и воспроизводимости параллельно тремя операторами. Экспериментальные данные обрабатывали методами математической статистики в соответствии с ГОСТ Р 50779.23-2004 (ISO 3301:1975) «Статистические методы. Правила определения и методы расчета статистических характеристик по выборочным данным. Часть 1. Нормальное распределение».

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Сухое молоко

Для того чтобы испытуемый метод можно было применять для определения присутствия сухого молока в молоке и молочных продуктах, нужно, чтобы индекс позитивности молочных продуктов, не содержащих сухое молоко, был ниже индекса позитивности восстановленного сухого молока. Исходя из этого положения, была проведена оценка индекса позитивности 14 образцов сухого восстановленного молока (с массовой долей сухого вещества 10 %) от шести различных производителей. Результаты исследований приведены в таблице 2.

Таблица 2 - Молоко сухое восстановленное (массовая доля сухих веществ 10 %)

Показатель	Значение
Количество исследованных образцов	14
Минимальное значение	2,26
Максимальное значение	6,61
Среднее значение	3,77
Нижняя граница доверительного интервала (P = -95 %)	1,13
Верхняя граница доверительного интервала (P = +95 %)	6,40

Как следует из данных, приведенных в таблице 2, разброс значений ИП восстановленного сухого молока с массовой долей сухих веществ 10 % в исследованной выборке составлял от 2,26 до 6,61 ед. За контрольное пороговое значение ИП было принято минимальное значение этого диапазона ИП, равное 2,30.

Сырое молоко

Были определены значения индекса позитивности (ИП) 18 образцов сборного сырого коровьего молока. Статистические данные по результатам измерений приведены в таблице 3.

Таблица 3 - Молоко коровье сырое

Показатель	Значение
Количество исследованных образцов	18
Минимальное значение	0,34
Максимальное значение	0,61
Среднее значение	0,48
Нижняя граница доверительного интервала (P = -95 %)	0,36
Верхняя граница доверительного интервала (P = +95 %)	0,61

С уровнем доверительной вероятности 95 % установлена верхняя граница ИП для сырого молока: 0,7 ед. (разброс данных составлял от 0,34 до 0,61 ед.) и предложены следующие контрольные значения ИП:

ИП < 0,70 – отрицательный результат (сухого молока нет);

$0,70 \leq \text{ИП} \leq 0,80$ – сомнительный результат;

ИП > 0,80 – положительный результат (сухое молоко есть).

По данным, предоставленным производственными лабораториями отдельных предприятий РФ и РБ («Тульский молочный комбинат», «Вимм-Билль-Данн», «1 Минский молочный завод», «Бабушкина крынка» и др.), на которых внедрена данная методика или которые проводят мониторинг молока-сырья этим методом с привлечением сторонних аккредитованных лабораторий, максимальное значение ИП молока от надежных поставщиков достигало 0,70. Общее количество исследованного этими предприятиями образцов молока - 85.

Выявление фальсификации сырого молока путем добавления сухого молока и смеси сухого молока с заменителем молочного жира (ЗМЖ)

Добавление сухого молока в сырое молоко некоторые недобросовестные производители или посредники-перекупщики практикуют с целью увеличения массовой доли белка, учитываемого при формировании цены на молоко-сырье.

Для оценки возможности применения метода ИФА для обнаружения такого вида фальсификации проводили эксперимент по контаминации сырого молока сухим обезжиренным молоком (СОМ) из расчета повышения массовой доли белка на 0,1; 0,2; 0,3 и 0,4 %. В эксперименте использовали СОМ с разными ИП (2,33 и 5,24) от двух разных производителей.

Как следует из рисунка 5, увеличение массовой доли белка на 0,1 % за счет внесения 0,3 % СОМ в сырое молоко может быть выявлено данным методом с использованием установленного контрольного диапазона ИП для сырого молока.

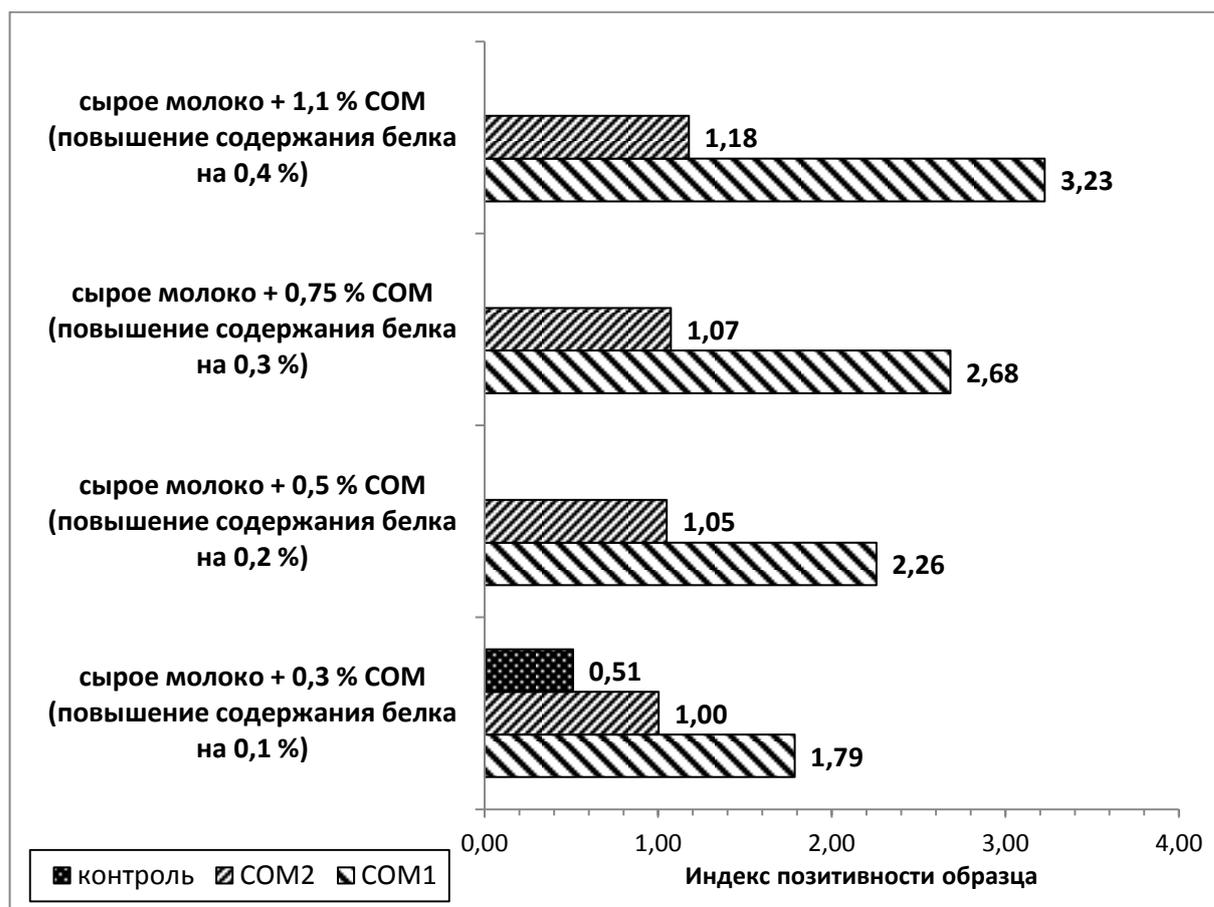


Рисунок 5 – Влияние добавленного сухого обезжиренного молока на значения ИП сырого молока

Помимо указанной фальсификации состава молока сельхозпроизводители или сдатчики сборного молока для фальсификации объемов сдаваемого на молочные предприятия сырого молока могут использовать смесь восстановленного сухого обезжиренного молока (СОМ) и заменителя молочного жира (ЗМЖ). Метод также позволяет обнаружить фальсификацию натурального молока внесением таких смесей – рисунок 6.

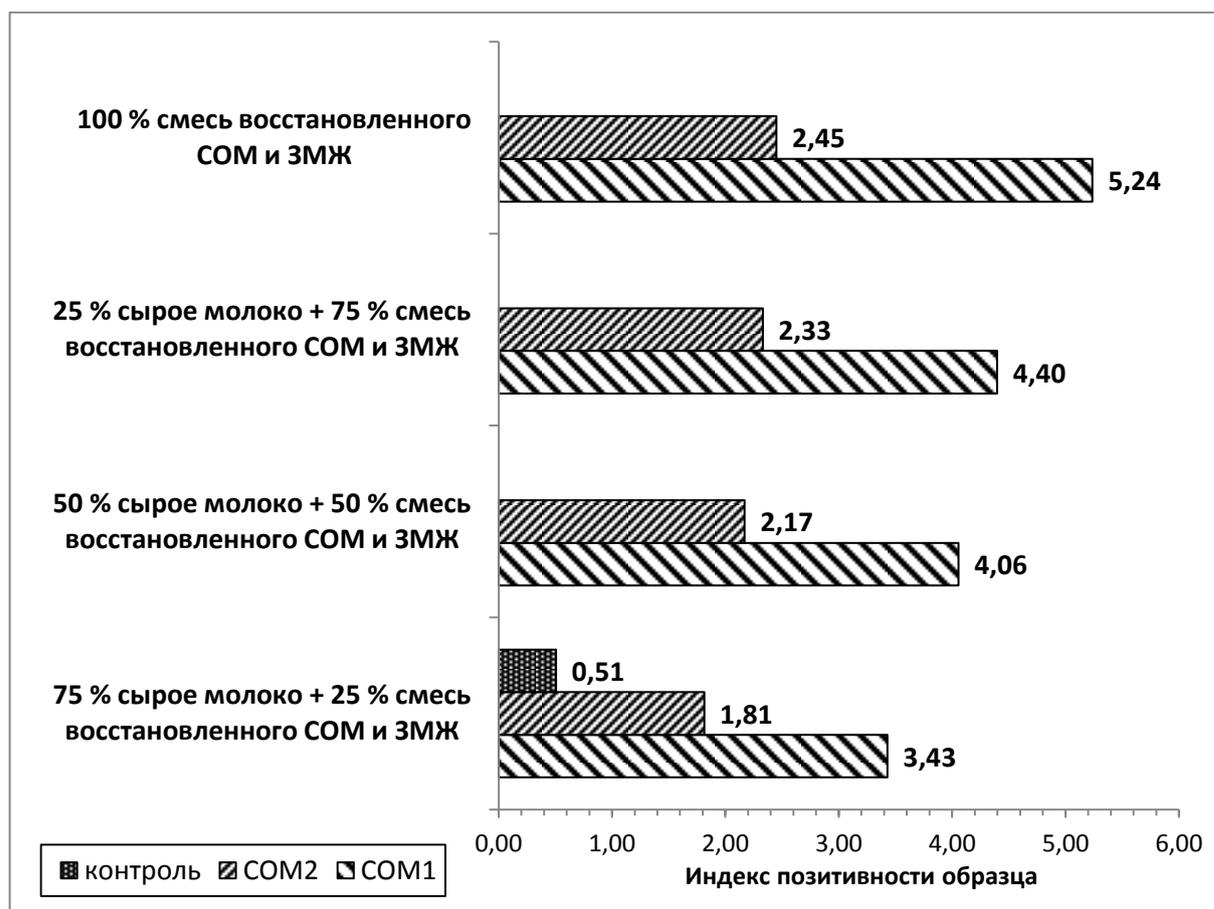


Рисунок 6 – Изменения ИП в зависимости от доли замены сырого молока смесью восстановленного СОМ и ЗМЖ

Из полученных данных (рис. 5 и 6), следует:

- индекс позитивности натурального сырого молока, фальсифицированного добавлением СОМ, увеличивается пропорционально количеству добавленного СОМ;
- чем выше ИП сухого молока, тем выше значение ИП смеси натурального и сухого молока.

Молоко питьевое пастеризованное и кисломолочные продукты на основе пастеризованного молока

Исследовано 35 промышленных образцов питьевого пастеризованного молока, температура пастеризации которых на разных предприятиях была различной: от 85 до 95 °С с выдержкой от 10 до 165 с в зависимости от применяемой технологии.

Статистические данные по ИП образцов питьевого пастеризованного молока приведены в таблице 4.

Таблица 4 - Молоко питьевое пастеризованное

Показатель	Значение
Количество исследованных образцов	35
Минимальное значение	0,40
Максимальное значение	0,90
Среднее значение	0,58
Нижняя граница доверительного интервала (P = -95 %)	0,33
Верхняя граница доверительного интервала (P = +95 %)	0,83

Статистически обработанная выборка ИП (разброс данных составлял от 0,40 до 0,85 ед.) с доверительной вероятностью 95 % позволила определить следующие контрольные диапазоны ИП для питьевого пастеризованного молока:

ИП < 0,90 – отрицательный результат (сухого молока нет);

0,90 ≤ ИП ≤ 1,00 – сомнительный результат;

ИП > 1,00 – положительный результат (сухое молоко есть).

Данные по значению ИП образцов кисломолочных продуктов на основе пастеризованного молока (йогурт и кефир) приведены в таблице 5.

Таблица 5 - Статистические показатели по значению ИП исследованных образцов кисломолочных продуктов на основе топленого молока

Показатель	Значение
Количество исследованных образцов	13
Минимальное значение	0,49
Максимальное значение	0,88
Среднее значение	0,64
Нижняя граница доверительного интервала (P = -95 %)	0,41
Верхняя граница доверительного интервала (P = +95 %)	0,86

При исследовании этой группы продуктов встал вопрос о возможном влиянии на их индекс позитивности заквасок, используемых при производстве кисломолочных продуктов, которые готовятся на молоке длительной пастеризации и потому имеют высокий ИП – таблица 6.

Таблица 6 - Индекс позитивности заквасок, используемых при производстве кисломолочных продуктов

Производитель	Продукт	Значение ИП
ОАО «Молочный Мир» (г. Гродно)	Закваска творожная	6,16
ОАО «Молочный Мир» (г. Гродно)	Закваска для сметаны	7,22
ОАО «Милкавита» (г. Гомель)	Закваска кефирная	9,03
Среднее значение		7,47
Нижняя граница доверительного интервала с уровнем p=0,95		3,86
Верхняя граница доверительного интервала с уровнем p=0,95		11,08

Однако из-за небольших доз внесения заквасок (от 1 до 5 %) ИП готового продукта повышается незначительно по сравнению с незаквашенным пастеризованным молоком и не превышает порога, установленного для пастеризованного молока (ИП < 0,9) - таблица 7.

Таблица 7 - Влияние внесения кефирной закваски на индекс позитивности кефира

Продукт	Значение ИП
Молоко пастеризованное до внесения закваски	0,59
Закваска кефирная	9,03
Кефир	0,67

По результатам исследований, для кисломолочных продуктов, изготавливаемых на основе пастеризованного молока, был установлен такой же контрольный диапазон ИП, как и для пастеризованного молока:

$ИП < 0,90$ – отрицательный результат (сухого молока нет);

$0,90 \leq ИП \leq 1,00$ – сомнительный результат;

$ИП > 1,00$ – положительный результат (сухое молоко есть).

Молоко питьевое ультрапастеризованное

Особое внимание при проведении исследований было уделено ультрапастеризованному молоку, т.к. именно к этому продукту часто предъявлялись претензии органов контроля и надзора, применяемых данную методику оценки присутствия сухого молока.

Исследовано 46 промышленных образца ультрапастеризованного молока различных производителей. Из этой выборки 5 образцов ультрапастеризованного молока с нетипично высоким значением ИП были исключены, т.к.:

- один образец был подвергнут избыточному тепловому воздействию вследствие длительной выдержки в контуре пастеризационной установки, из-за поломки упаковочного автомата:

- четыре образца были приобретены в розничной сети и потому не было возможности установить отсутствие фальсификации сухим молоком молока-сырья, использованного для их производства.

Температурные режимы ультрапастеризации исследованных образцов варьировали в диапазоне 137-146 °С. Выдержка составляла (4±2) с. В технологии продукта на обследованных предприятиях во всех случаях была предусмотрена предварительная пастеризация молока (нормализованной смеси) при температурах от 76 до 88 °С с выдержкой от 20 с до 3 мин. На некоторых предприятиях используется отдельная схема пастеризации, когда все поступающее молоко разделяется на сливки и обезжиренное молоко, которые затем отдельно пастеризуются. Из пастеризованных сливок и обезжиренного молока затем составляются смеси, нормализованные по жиру, которые также предварительно пастеризуются, а затем поступают на ультрапастеризацию. Т.е. молоко в данном случае претерпевает тройную термическую нагрузку, которая существенно повышает ИП изготовленных из него продуктов.

Указанное разнообразие используемых режимов ультрапастеризации стало причиной бóльшей неоднородности выборки значений ИП образцов ультрапастеризованного молока по сравнению с выборками значений ИП сырого и пастеризованного молока – рисунок 7.

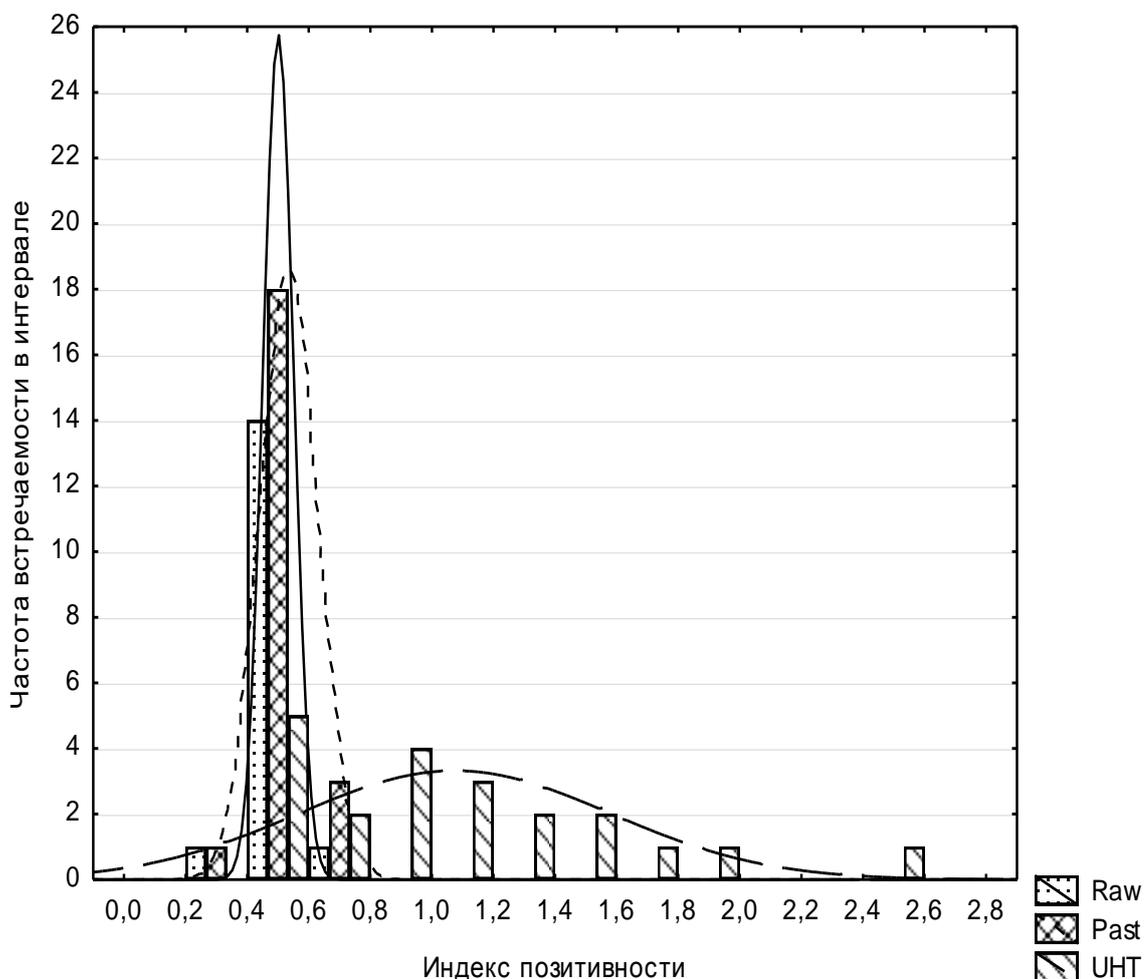


Рисунок 7 - Диаграмма частот с наложенной кривой нормального распределения для образцов сырого молока (Raw), пастеризованного молока (Past) и ультрапастеризованного молока (UHT).

Примером, доказывающим влияние условий производства на ИП ультрапастеризованного молока, является вариабельность ИП у разных производителей, показанная на рисунке 8.

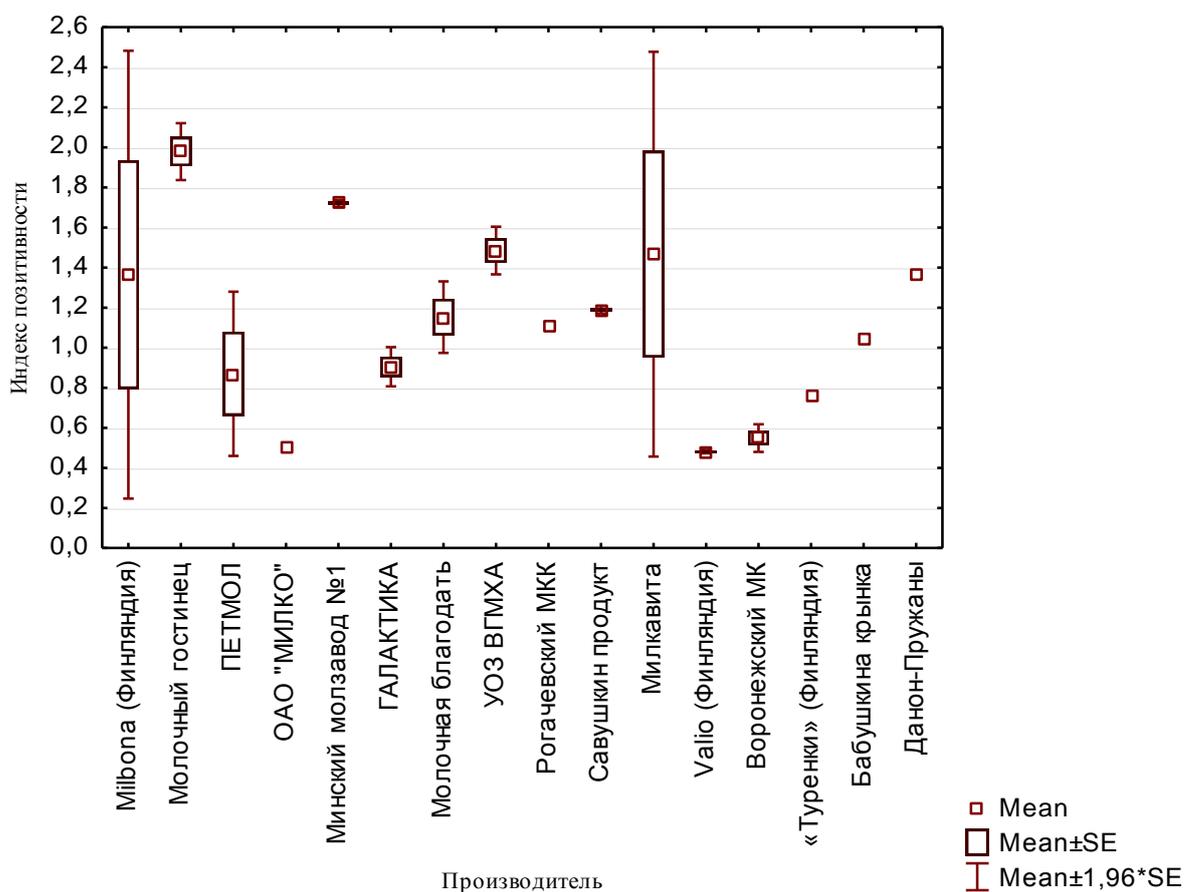


Рисунок 8 - Интервалы варьирования значений ИП ультрапастеризованного молока разных производителей

Сводные данные по значению ИП для питьевого ультрапастеризованного молока приведены в таблице 8.

Таблица 8 - Молоко питьевое ультрапастеризованное

Показатель	Значение
Количество исследованных образцов	41
Минимальное значение	0,48
Максимальное значение	2,42
Среднее значение	1,13
Нижняя граница доверительного интервала (P = -95 %)	0,17
Верхняя граница доверительного интервала (P = +95 %)	2,10

На основе вышеизложенного анализа результатов имеющейся выборки значения ИП ультрапастеризованного молока, не превышающие 2,1, будут

свидетельствовать об отсутствии в его составе примеси сухого молока. Верхняя граница диапазона значений ИП с сомнительными выводами может быть установлена на уровне 2,3, соответствующем контрольному значению ИП, установленному для сухого молока (восстановленного с массовой долей сухих веществ 10 %).

Тогда, если:

$ИП < 2,10$ – отрицательный результат (сухого молока в продукте нет);

$2,10 \leq ИП \leq 2,30$ – сомнительный результат;

$ИП > 2,30$ – положительный результат (сухое молоко в продукте есть).

Следует отметить высокую вероятность получения ложноположительных результатов для ультрапастеризованного молока, изготовляемого с повышенной термической нагрузкой на продукт, в результате которой индекс позитивности продукта может повыситься до значений 2,3 и больше.

Молоко питьевое стерилизованное

Исследовано 15 образцов молока питьевого стерилизованного, производимого на двух предприятия Российской Федерации и шести предприятиях Республики Беларусь. Из выборки были исключены 3 образца ультрапастеризованного молока с нетипично высокими значениями ИП по следующим причинам:

- 1 образец был подвергнут избыточному тепловому воздействию вследствие длительной выдержки в контуре пастеризационной установки, из-за поломки упаковочного автомата;

- 1 образец был изготовлен с использованием технологии длительной стерилизации молока в стеклянной таре (120 °С в течение 20 мин);

- 1 образец, приобретенный в розничной сети с неизвестной историей молока-сырья.

Сводные данные по значению ИП для питьевого стерилизованного молока приведены в таблице 9.

Таблица 9 - Молоко питьевое стерилизованное

Показатель	Значение
Количество исследованных образцов	12
Минимальное значение	0,52
Максимальное значение	2,62
Среднее значение	1,55
Нижняя граница доверительного интервала (P = -95 %)	0
Верхняя граница доверительного интервала (P = +95 %)	3,11

По данной выборке для стерилизованного молока характерна еще большая вариабельность ИП, чем для ультрапастеризованного молока (рисунок 9), что может быть обусловлено сравнительно меньшим объемом выборки, а также зависимостью от условий производства, различных на разных предприятиях (рисунок 10).

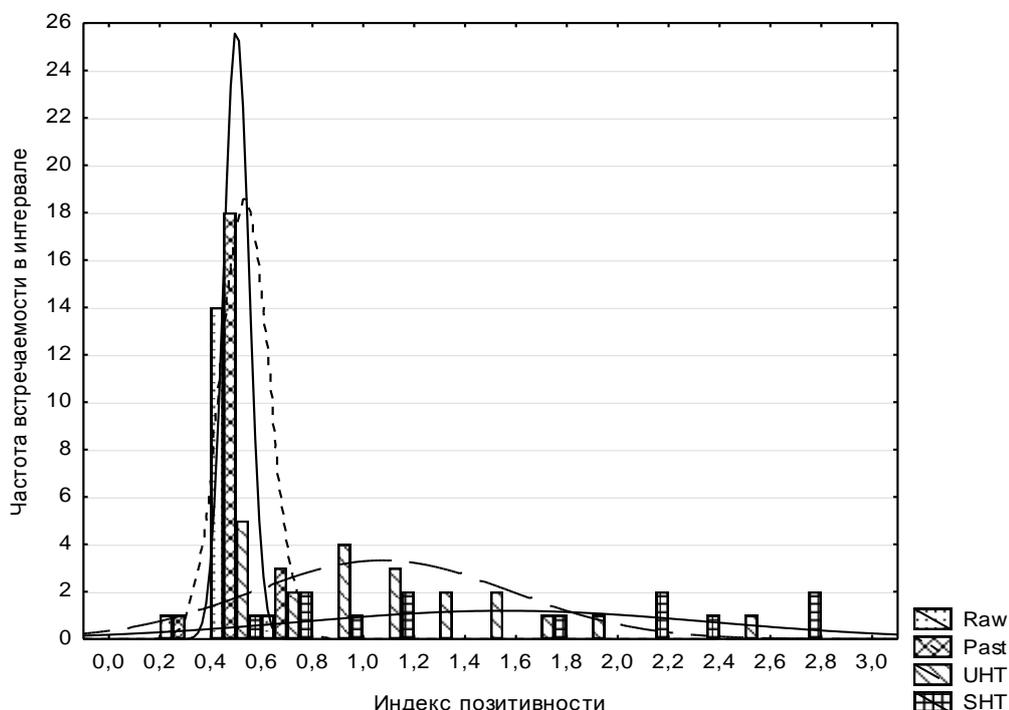


Рисунок 9 - Диаграмма частот с наложенными кривыми нормального распределения для образцов сырого молока (Raw), пастеризованного молока (Past), ультрапастеризованного молока (UHT) и стерилизованного молока (SHT).

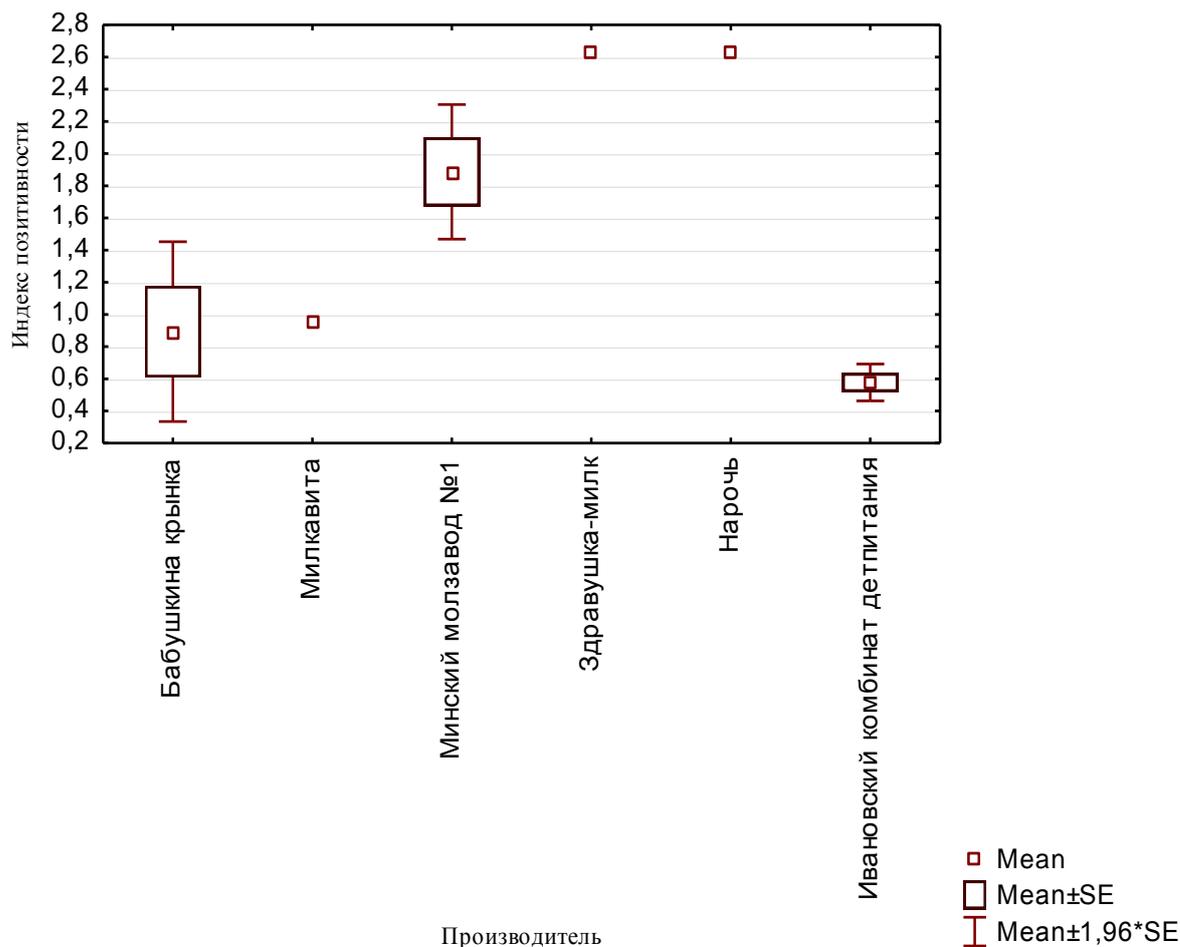


Рисунок 10 - Варьирование ИП стерилизованного молока разных производителей

По классической технологии, в отличие от ультрапастеризованного молока, стерилизованное молоко должно нагреваться до более низкой температуры (115-120 °С), но в течение более продолжительного времени (20-30 мин.) непосредственно в потребительской упаковке (стеклянные бутылки). Этим условиям из исследованных образцов соответствует только образец стерилизованного молока производства ЗАО «Завод стерилизованного молока «Можайский», имеющий высокий ИП = 4,43.

Значение этого показателя существенно превышает контрольное значение ИП, установленное для восстановленного сухого молока (ИП=2,30), что исключает возможность применения данного метода для оценки стерилизованного молока, изготовленного по указанной технологии. Исходя из этого, молоко питьевое стерилизованное, подвергаемое стерилизации в

потребительской таре, следует исключить из перечня продуктов, проверяемых на наличие примеси сухого молока методом ИФА «ХЕМА – сухое молоко».

Остальные исследованные образцы стерилизованного молока были изготовлены с использованием режима термообработки от 138 до 142 °С с выдержкой 4-6 с и последующей асептической упаковкой продукта в потребительскую тару. Фактически этот режим идентичен режиму, применяемому при производстве ультрапастеризованного молока, поэтому ИП стерилизованного молока (0,52-2,62) практически совпадают с ИП ультрапастеризованного молока (0,48-2,42).

Более 83 % исследованных образцов стерилизованного молока имеют значение $ИП \leq 2,37$. С учетом погрешности метода можно считать $ИП = 2,37 \approx 2,30$. Т.е., значение ИП стерилизованного молока у 83 % производителей лежит ниже границы допуска ИП для восстановленного сухого молока ($ИП=2,30$).

С учетом того, что образцы в выборках ультрапастеризованного и стерилизованного молока, производимого с асептическим розливом в упаковку, равнозначны по степени температурного воздействия на белок, сделана попытка объединить данные выборки (за исключением явных выбросов, связанных с аварийными остановками, и значений показателей образцов с неизвестной историей).

Анализ данных объединенной выборки (таблица 10) позволил установить верхнюю границу доверительного интервала ($P = +95 \%$) на уровне значения $ИП=2,39$. Это несколько превышает установленное контрольное значение ИП для сухого молока ($ИП=2,3$), но позволяет с некоторым допущением предложить следующие контрольные диапазоны для питьевого ультрапастеризованного и стерилизованного молока:

$ИП < 2,30$ – отрицательный результат (сухого молока нет);

$2,30 \leq ИП \leq 2,40$ – сомнительный результат;

$ИП > 2,40$ – положительный результат (сухое молоко есть).

Таблица 10 - Показатели для молока питьевого ультрапастеризованного, стерилизованного и объединенной выборки по данным видам молока.

Показатель	Ультрапастеризованное молоко	Стерилизованное молоко	Объединенная выборка
Количество исследованных образцов	41	12	53
Минимальное значение	0,48	0,52	0,48
Максимальное значение	2,42	2,62	2,62
Среднее значение	1,13	1,55	1,23
Нижняя граница доверительного интервала (P = -95 %)	0,17	0	0,06
Верхняя граница доверительного интервала (P = +95 %)	2,10	3,11	2,39

Доверительные интервалы объединенной выборки, в сравнении с отдельными выборками представлены на графике (рисунок 11), из которого следует, что доверительные интервалы варьирования ИП в группах ультрапастеризованного и стерилизованного молока перекрываются. Это говорит об отсутствии статистически достоверных различий по величине ИП между данными группами продукции.

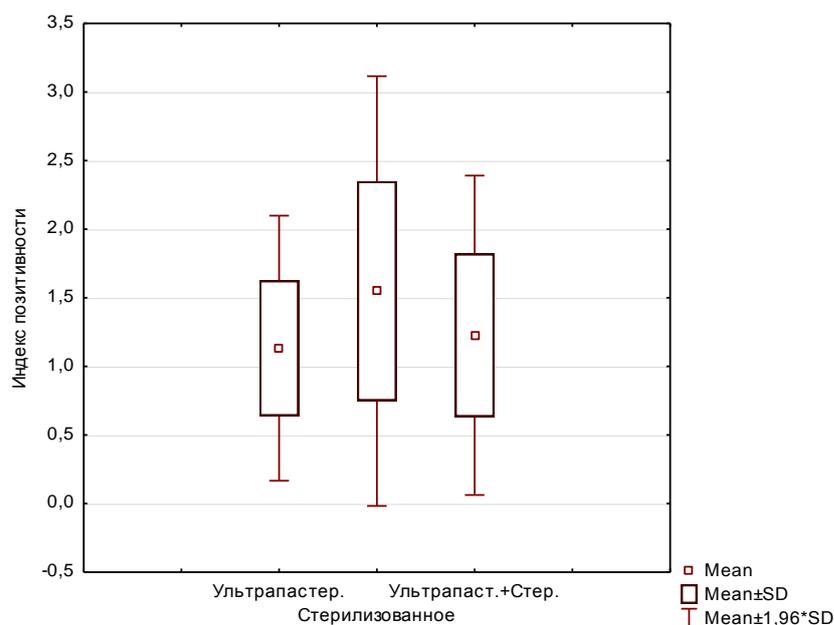


Рисунок 11 - Доверительные интервалы варьирования значений ИП в выборках по ультрапастеризованному и стерилизованному молоку и по объединенной выборке

Поскольку интервал сомнительных результатов ($2,30 \leq \text{ИП} \leq 2,40$) превышает контрольное значение ИП восстановленного сухого молока, то в случае получения данных значений ИП для ультрапастеризованного или стерилизованного молока, рекомендуется провести повторные измерения ИП на большем количестве образцов (как минимум в удвоенном количестве) при большем количестве повторностей измерений (как минимум в удвоенном количестве). Только при повторном получении результата $\text{ИП} \geq 2,30$ следует принять решение о наличии сухого молока в продукте.

Производителям ультрапастеризованного и стерилизованного молока, в продуктах которых отмечены высокие значения ИП ($\text{ИП} \geq 2,30$), рекомендуется скорректировать в сторону уменьшения временные параметры процесса термообработки для того чтобы снизить ИП. Однако это не должно быть в ущерб микробиологической чистоте продукта.

Согласно полученным данным 97 % образцов ультрапастеризованного молока и 75 % образцов стерилизованного молока имеют $\text{ИП} \leq 2,30$. Это говорит о реальной возможности для производителей ультрапастеризованного и стерилизованного молока, продукция которых имеет высокие значения ИП, снизить значения ИП продукции путем регулирования технологических параметров процесса производства.

Для исключения риска получения ложноположительных результатов для ультрапастеризованного и стерилизованного молока авторы работы считают необходимым получение дополнительных данных по ИП для данных видов продукции и установления для них более точного порогового значения ИП.

Молоко топленое и кисломолочные продукты на основе топленого молока

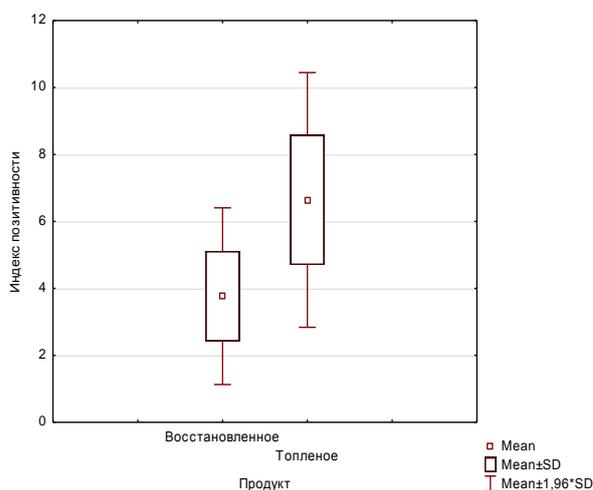
Данные по значению ИП образцов топленого молока и кисломолочных продуктов на основе топленого молока (ряженка и варенец) приведены в таблице 11.

Таблица 11 - Статистические показатели по значению ИП исследованных образцов топленого молока и кисломолочных продуктов на основе топленого молока

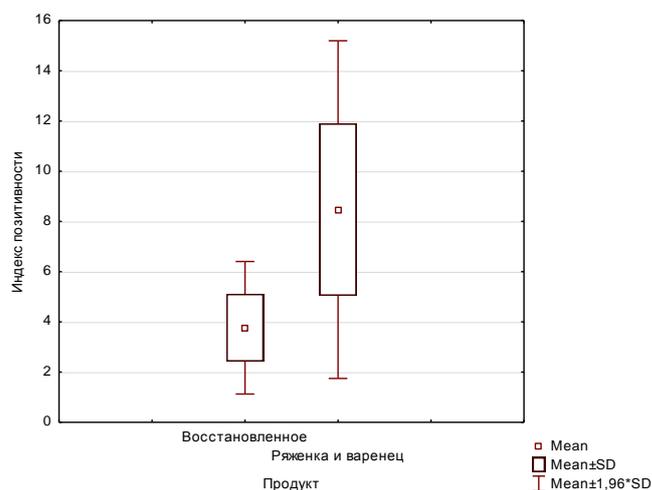
Показатель	Молоко топленое	Кисломолочные продукты на основе топленого молока
Количество исследованных образцов	9	9
Минимальное значение	3,89	4,02
Максимальное значение	10,66	15,93
Среднее значение	6,64	8,47
Нижняя граница доверительного интервала (P = -95 %)	2,84	1,75
Верхняя граница доверительного интервала (P = +95 %)	10,45	15,20

Исследованиями установлено, что нижняя граница доверительного интервала варьирования ИП как топленого молока, так и кисломолочных продуктов, изготовленных на основе топленого молока, с большим запасом надежности превышает нижний предел допуска ИП для восстановленного сухого молока – рисунок 12.

Следовательно, эти продукты всегда будут давать положительную реакцию на присутствие сухого молока при использовании метода иммуноферментного анализа и потому их следует исключить из области применения рассматриваемой методики.



Топленое молоко



Ряженка и варенец

Рисунок 12 - Средние значения (Mean) и доверительные интервалы варьирования с доверительной вероятностью 95 % ($\text{Mean} \pm 1.96 * \text{SD}$) для значений ИП топленого молока и кисломолочных продуктов на основе топленого молока в сравнении с ИП восстановленного сухого молока

Творог и сыр мягкий

Творог и сыры относятся к молочным продуктам, при производстве которых образуется побочный молочный продукт – сыворотка, в которую переходит большая часть сывороточных белков (в том числе бета-лактоглобулин), являющихся основными носителями фактора антигенности.

Данные по значению ИП образцов творога и мягкого сыра (Адыгейский сыр) из пастеризованного молока приведены в таблице 12.

Таблица 12. Статистические показатели по значению ИП исследованных образцов творога и мягкого сыра из натурального молока

Показатель	Значение
Количество исследованных образцов	12
Минимальное значение	0,40
Максимальное значение	0,80
Среднее значение	0,58
Нижняя граница доверительного интервала (P = -95 %)	0,30
Верхняя граница доверительного интервала (P = +95 %)	0,86

Анализ данных показывает, что ИП исследованных 12 образцов творога и мягкого сыра Адыгейский не отличаются по значениям от ИП пастеризованного молока и с уровнем доверительной вероятности 95 % находятся в диапазоне от 0,30 до 0,86. Все данные, входящие в выборку исследованных образцов, подчиняются закону нормального распределения, что позволило определить следующие контрольные значения ИП для творога и мягких сыров типа Адыгейского:

ИП < 0,90 – отрицательный результат (сухого молока нет);

$0,90 \leq \text{ИП} \leq 1,00$ – сомнительный результат;

ИП > 1,00 – положительный результат (сухое молоко в есть).

Правомерность использования установленных контрольных значений ИП для определения присутствия сухого молока в твороге и мягких сырах типа Адыгейского подтверждается экспериментами, результаты которых представлены в таблицах 13 и 14.

Таблица 13 - Определение наличия сухого молока в твороге

Эксперимент №	Сырье, индекс позитивности (ИП)	Значение ИП творога	Вывод
1 (СОМ отечественного производства)	Обезжиренное молоко, ИП = 0,54	0,64	ИП < 0,90, сухого молока в твороге нет
	Смесь обезжиренного молока и восстановленного сухого обезжиренного молока в соотношении 50/50 %, ИП = 3,01	1,22	ИП > 1,00, сухое молоко в твороге есть
	Восстановленное сухое обезжиренное молоко, ИП = 3,13	1,32	ИП > 1,00, сухое молоко в твороге есть
2 (СОМ импортного производства)	Обезжиренное молоко, ИП = 0,54	0,64	ИП < 0,90, сухого молока в твороге нет
	Смесь обезжиренного молока и восстановленного сухого обезжиренного молока в соотношении 50/50 %, ИП = 4,11	1,52	ИП > 1,00, сухое молоко в твороге есть
	Восстановленное сухое обезжиренное молоко, ИП = 4,69	2,38	ИП > 1,00, сухое молоко в твороге есть

В таблице 14 также представлены значения ИП сыворотки, полученной при изготовлении сыра Адыгейский, которые существенно выше значений ИП сыра, что подтверждает, что фактором антигенности являются сывороточные белки, в частности бета-лактоглобулин, на которые реагирует исследуемый метод.

Таблица 14 - Определение наличия сухого молока в мягком сыре и сыворотке

Эксперимент №	Сырье, индекс позитивности (ИП)	Значение ИП сыра	Значение ИП сыворотки
1 (СОМ отечественного производства)	Обезжиренное молоко, ИП = 0,57	0,72 (ИП < 0,90, сухого молока в сыре нет)	0,67
	Смесь обезжиренного молока и восстановленного сухого обезжиренного молока в соотношении 50/50 %, ИП = 2,92	1,23 (ИП > 1,00, сухое молоко в сыре есть)	6,44
	Восстановленное сухое обезжиренное молоко, ИП = 3,32	2,25 (ИП > 1,00, сухое молоко в сыре есть)	11,18
2 (СОМ импортного производства)	Обезжиренное молоко, ИП = 0,57	0,72 (ИП < 0,90, сухого молока в сыре нет)	0,67
	Смесь обезжиренного молока и восстановленного сухого обезжиренного молока в соотношении 50/50 %, ИП = 3,92	2,41 (ИП > 1,00, сухое молоко в сыре есть)	6,56
	Восстановленное сухое обезжиренное молоко, ИП = 6,04	2,77 (ИП > 1,00, сухое молоко в сыре есть)	6,11

Полученные результаты доказывают легитимность метода, принцип

которого основан на связи между наличием в продукте сывороточных белков с измененной структурой вследствие теплового воздействия и наличием в продукте сухого молока.

Сливки пастеризованные и сметана из пастеризованных сливок

Так же, как и при производстве пастеризованного молока, на разных предприятиях применяют разные режимы пастеризации сливок. На предприятиях, принявших участие в проведении данного исследования, использовались следующие режимы пастеризации сливок:

- 88 °С с выдержкой 20 сек;
- 90 °С без выдержки;
- 95 °С без выдержки и с выдержкой от 20 сек, 3 мин до 10 мин;
- 110 °С без выдержки и с выдержкой 10 мин;
- 115 °С с выдержкой 4 сек.

Для пастеризации использовались трубчатые и пластинчатые пастеризаторы с выдерживателями различных конструкций.

Исследовано 18 образцов пастеризованных сливок и 4 образца сметаны, изготовленной из пастеризованных сливок различных производителей. Образцы осознанно включены в одну выборку, поскольку результатами исследований на примере жидких кисломолочных продуктов доказано несущественное влияние процесса сквашивания на ИП заквашиваемого сырья.

Из выборки для дальнейшего рассмотрения был исключен образец сливок, пастеризованных для производства масла «Вологодское», обладающий заметно отличающимся от прочих образцов высоким индексом позитивности (ИП = 1,03). Высокий индекс позитивности этих сливок связан с особым режимом пастеризации (110 °С, 10 мин), который существенно «жестче», чем режимы, применяемые при производстве других видов сливочного масла, а также при производстве питьевых пастеризованных

сливок. Такой вид термообработки с длительной выдержкой при высоких температурах применяется только при производстве данного вида масла или аналогичных марочных масел, в которых необходимо получить специфические органолептические показатели (выраженный привкус пастеризованных сливок, т.н. «ореховый»).

Сводные статистические данные по значению ИП для пастеризованных сливок и сметаны приведены в таблице 15.

Таблица 15 - Сливки пастеризованные и сметана

Показатель	Значение
Количество исследованных образцов	17
Минимальное значение	0,38
Максимальное значение	0,83
Среднее значение	0,60
Нижняя граница доверительного интервала (P = -95 %)	0,29
Верхняя граница доверительного интервала (P = +95 %)	0,90

На основе статистически обработанных данных было рекомендовано принять для питьевых пастеризованных сливок и сметаны следующие контрольные значения индекса позитивности:

ИП < 0,90 – отрицательный результат;

$0,90 \leq \text{ИП} \leq 1,00$ – сомнительный результат;

ИП > 1,00 – положительный результат.

Сливки ультрапастеризованные и стерилизованные

Установлено, что по значению ИП ультрапастеризованные сливки, полученные при температуре пастеризации 138 °С с выдержкой 4 сек, несущественно отличаются от пастеризованных сливок, для которых ранее отмечена широкая вариабельность применяемых при их производстве режимов пастеризации и используемого технологического оборудования.

В связи с этим для ультрапастеризованных сливок установлены такие же контрольные значений ИП, как и для пастеризованных сливок.

В отличие от них индекс позитивности стерилизованных сливок имеет высокие значения, отличающиеся на порядок.

Данные по уровню ИП стерилизованных сливок представлены в таблице 16.

Таблица 16 - Сливки стерилизованные

Показатель	Значение
Количество исследованных образцов	3
Минимальное значение	1,93
Максимальное значение	4,10
Среднее значение	3,03
Нижняя граница доверительного интервала (P = -95 %)	0,90
Верхняя граница доверительного интервала (P = +95 %)	5,15

Поскольку верхняя граница доверительного интервала ИП стерилизованных сливок (ИП=5,15) значительно превышает нижнюю границу ИП для восстановленного сухого молока (ИП = 2,30), было рекомендовано исключить стерилизованные сливки из перечня продуктов, проверяемых на наличие примеси сухого молока методом иммуноферментного анализа.

Масло сливочное из коровьего молока

На основании анализа значений ИП сливочного масла, полученного сбиванием и преобразованием высокожирных сливок, была установлена возможность использования метода для определения наличия сухого молока в сливочном масле

В виду отсутствия статистически значимых различий по ИП между выборкой масла, произведенного методом преобразования ВЖС, и масла, произведенного методом сбивания сливок (рисунок 20), все виды сливочного масла следует объединить в одну группу с установлением единого контрольного значения ИП.

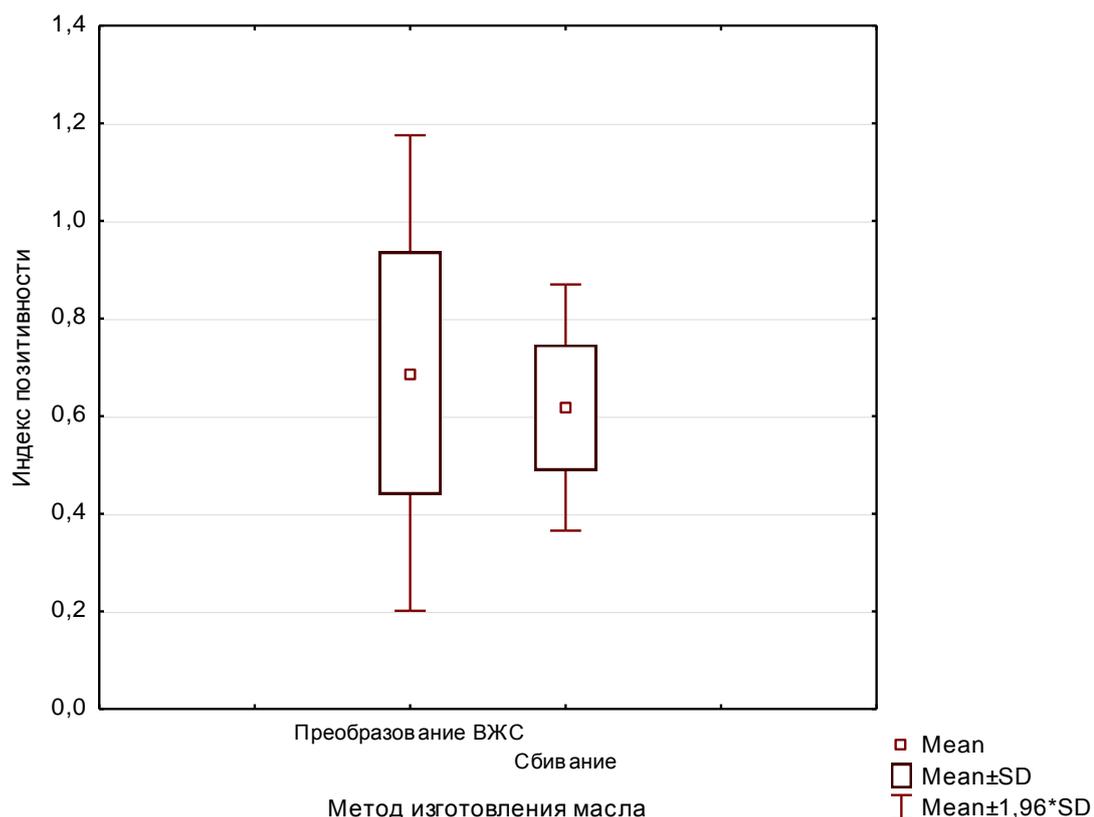


Рисунок 20 - Доверительные интервалы варьирования индекса позитивности для масла сливочного, изготовленного различными методами

Сводные статистические данные по значению ИП для масла сливочного приведены в таблице 17.

Таблица 17 - Масло сливочное

Показатель	Значение
Количество исследованных образцов	10
Минимальное значение	0,46
Максимальное значение	1,17
Среднее значение	0,66
Нижняя граница доверительного интервала (P = -95 %)	0,26
Верхняя граница доверительного интервала (P = +95 %)	1,10

Рекомендуется принять для масла сливочного из коровьего молока следующую границу интервала позитивности:

ИП < 1,10 – отрицательный результат (сухого молока нет);

$1,10 \leq \text{ИП} \leq 1,20$ – сомнительный результат;

ИП > 1,20 – положительный результат (сухое молоко есть).

Пахта, напитки из пахты и пастеризованное молоко, нормализованное пахтой

Побочным продуктом при производстве сливочного масла является пахта, которая широко используется в качестве сырья для производства других молочных продуктов, а также для нормализации молока по жиру.

Сводные статистические данные по значению ИП для типичных образцов напитков из пахты и пастеризованного молока, нормализованного пахтой, приведены в таблице 18.

Таблица 18 - Напитки из пахты и пастеризованного молока, нормализованного пахтой

Показатель	Значение
Количество исследованных образцов	7
Минимальное значение	0,52
Максимальное значение	0,76
Среднее значение	0,59
Нижняя граница доверительного интервала (P = -95 %)	0,42
Верхняя граница доверительного интервала (P = +95 %)	0,77

Для питьевой пахты, напитков из пахты и пастеризованного молока, нормализованного пахтой, были установлены следующие контрольные значения ИП:

$ИП < 1,20$ – отрицательный результат;

$1,20 \leq ИП \leq 1,40$ – сомнительный результат;

$ИП > 1,40$ – положительный результат.

Творог и сыр мягкий, изготавливаемые с использованием пахты для нормализации по жиру

Были исследованы 6 образцов творога и мягкого сыра «Адыгейский», изготовленных из пастеризованного молока, нормализованного пахтой.

Установлено, что ИП творога и мягкого сыра зависит от ИП пахты, используемой при их производстве.

Пахта, получаемая при производстве масла из сливок с длительной тепловой обработкой, имеет более высокие значения ИП. Продукты, изготовленные с такой пахтой, также имеют повышенное значение ИП.

Сводные статистические данные по значению ИП для образцов творога и мягкого сыра (сыр «Адыгейский»), изготовленных из пастеризованного молока, нормализованного пахтой, приведены в таблице 19.

Таблица 19 - Творог и мягкий сыр, изготовленные из пастеризованного молока, нормализованного пахтой

Показатель	Режим пастеризации сливок	
	краткосрочный	длительный
Количество исследованных образцов	4	2
Минимальное значение	0,54	1,40
Максимальное значение	0,95	1,47
Среднее значение	0,66	1,44
Нижняя граница доверительного интервала (P = -95 %)	0,27	1,34
Верхняя граница доверительного интервала (P = +95 %)	1,04	1,53

Статистическая обработка данных позволила установить для творога и мягкого сыра «Адыгейский», изготовленных из пастеризованного молока, нормализованного пахтой, следующие контрольные значения ИП:

ИП < 1,40 – отрицательный результат;

$1,40 \leq \text{ИП} \leq 1,60$ – сомнительный результат;

ИП > 1,60 – положительный результат.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Проведенными исследованиями подтверждена возможность использования метода иммуноферментного анализа для качественного определения сухого молока в составе молочных продуктов.

2. Определена область распространения метода на следующие продукты:

- молоко (сырое; питьевое пастеризованное, в том числе нормализованное пахтой, ультрапастеризованное и стерилизованное, полученное с применением технологии стерилизации в потоке);

- кисломолочные продукты, изготавливаемые из пастеризованного молока;

- творог и мягкие сыры из пастеризованного молока, в том числе нормализованного пахтой;

- сливки (пастеризованные и ультрапастеризованные);

- сметана из пастеризованных сливок;

- масло сливочное;

- напитки из пахты.

Метод не распространяется на молоко топленое; кисломолочные продукты на основе топленого молока; молоко сгущенное и концентрированное, сливки стерилизованные; стерилизованное молоко, полученное с применением технологии стерилизации в таре (в стеклянных бутылках, при температуре 115-120 °С с выдержкой 20-30 мин).

3. Для каждого продукта, входящего в область распространения метода, определены контрольные значения индекса позитивности, представленные в таблице 20.

В отличие от общего контрольного диапазона значений индекса позитивности, предложенного ООО «ХЕМА» для всех молочных продуктов, дифференцированные значения ИП, установленные индивидуально для отдельных молочных продуктов, позволят, по нашему мнению, избежать

недоразумений между контролирующими организациями и производителями молочной продукции по причине ложных обвинений в фальсификации сухим молоком.

Таблица 20 - Контрольные значения индекса позитивности молока и молочных продуктов

Продукт	Значения ИП		
	сухое молоко отсутствует	присутствие/отсутствие сухого молока сомнительно	сухое молоко присутствует
Молоко сырое	менее 0,70	от 0,70 до 0,80 включительно	более 0,80
Молоко пастеризованное	менее 0,90	от 0,90 до 1,00 включительно	более 1,00
Кисломолочные продукты на основе пастеризованного молока	менее 0,90	от 0,90 до 1,00 включительно	более 1,00
Творог и мягкие сыры из пастеризованного молока	менее 0,90	от 0,90 до 1,00 включительно	более 1,00
Сливки пастеризованные и ультрапастеризованные	менее 0,90	от 0,90 до 1,00 включительно	более 1,00
Сметана	менее 0,90	от 0,90 до 1,00 включительно	более 1,00
Масло сливочное из коровьего молока	менее 1,10	от 1,10 до 1,20 включительно	более 1,20
Напитки из пахты и пастеризованное молоко, нормализованное пахтой	менее 1,20	от 1,20 до 1,40 включительно	более 1,40
Творог и мягкие сыры из пахты и пастеризованного молока, нормализованного пахтой	менее 1,40	от 1,40 до 1,60 включительно	более 1,60
Молоко ультрапастеризованное и молоко стерилизованное, полученное с применением технологии стерилизации в потоке	менее 2,30	от 2,30 до 2,40 включительно	более 2,40

Предложенные диапазоны должны быть апробированы в аккредитованных лабораториях, проводящих испытания продукции данным методом.

4. Установлен риск получения ложноположительных результатов о наличии сухого молока в ультрапастеризованном и стерилизованном молоке, получаемом с применением технологии стерилизации в потоке, в случае излишне продолжительного теплового воздействия. Для устранения риска производители ультрапастеризованного и стерилизованного молока должны быть готовы к контролю и корректировке (в случае необходимости) продолжительности теплового воздействия на своем пастеризационном оборудовании в сторону уменьшения без ущерба для микробиологической безопасности.

5. Разработчикам метода (ООО «ХЕМА») рекомендуется скорректировать программы обработки результатов измерений с учетом дифференцированного подхода к исследуемым продуктам, входящим в область распространения методики, а также пересмотреть редакцию методики, изложив ее в соответствии с ГОСТ Р 5.1-2012, обратив особое внимание на четкость изложения процедуры подготовки проб и проведения испытания качественным методом.