ГОСУДАРСТВЕННОЕ
САНИТАРНО-ЭПИДЕМИОЛОГИЧЕСКОЕ НОРМИРОВАНИЕ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СБОРНИК

МЕТОДИЧЕСКИХ ДОКУМЕНТОВ, НЕОБХОДИМЫХ ДЛЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ПРИМЕНЕНИЯ ФЕДЕРАЛЬНОГО ЗАКОНА ОТ 12.06.08 №88-ФЗ

«Технический регламент на молоко и молочную продукцию»

Часть 7

МОСКВА 2009

gost.e-ecolog.ru

Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека

Сборник методических документов, необходимых для обеспечения применения Федерального закона от 12 июня 2008 г. № 88-ФЗ «Технический регламент на молоко и молочную продукцию»

Часть 7

ББК 51.23
С23

С23 **Сборник** методических документов, необходимых для обеспечения применения Федерального закона от 12 июня 2008 г. № 88-ФЗ «Технический регламент на молоко и молочную продукцию»:.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—80 с.

ISBN 5—7508—0771—1

В сборник включены методические документы, содержащие правила и методы исследований (испытаний) и измерений, а также правила отбора образцов для проведения исследований (испытаний) и измерений, в соответствии с постановлением Главного государственного санитарного врача Российской Федерации Г. Г. Онищенко от 08.12.2008 № 67.

ББК 51.23

Технический редактор Г. И. Климова

Подписано в печать 13.04.09

Формат 60x88/16 Печ. л. 5,0

Тираж 200 экз. Заказ 26

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18/20

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

ISBN 5—7508—0771—1

© Роспотребнадзор, 2009
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009

Содержание

Определение амидофоса в молоке и мясе тонкослойной хроматографией 4
Определение ДДТ, ДДЭ, ДДД, линдана и ТХМ-3 в молоке и молочных продуктах газожидкостной хроматографией 8
Определение ДДВФ в молоке и воде газохроматографическим и колориметрическим методами 12
Определение диазинона и дурсбана в молоке и тканях животных газожидкостной хроматографией 18
Определение метил- и этилмеркурхлорида в продуктах животного происхождения, кормах и почве газожидкостной хроматографией 21
Определение альфа- и гамма-изомеров гексахлорциклогексана в кормах и продуктах животноводства газожидкостной хроматографией 26
Определение гамма- изомера гексахлорциклогексана и фенотиазина в продуктах животного происхождения тонкослойной хроматографией 29
Ускоренное определение ДДТ в пищевых продуктах 34
Определение полихлоркамфена в кормах, продуктах животноводства и птицеводства газожидкостной хроматографией 38
Определение байтекса в молоке и мясе тонкослойной хроматографией 41
Колориметрическое определение хлорофоса в продуктах растительного происхождения (капуста, картофель, зерно, огурцы, яблоки) и молоке 45
Определение хлорофоса в воде, фруктах, овощах, молоке, мясе и кормах хроматографией в тонком слое 51
Определение остаточных количеств севина в молоке и молочных продуктах методом газожидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов 56
Методика определения варбекса в молоке и тканях животных с помощью газо-жидкостной хроматографии 61
Методические указания по определению ДДВФ в молоке и воде методом газо-жидкостной хроматографии 64
Методические указания по определению метил- и этилмеркурхлорида в пищевых продуктах, кормах и почве методом газовой хроматографии 67
Методические указания по определению хлорорганических пестицидов в сырье для производства детских сухих молочных смесей 72
Методические указания по определению диквата в воде, молоке фотометрическим методом 76

Утверждаю
Заместитель Главного
государственного санитарного
врача СССР
А. И. Заиченко
"06" 08 1981 г. № 2418—81
Дополнение к 1112—73 от
31.07.73

Методические указания по определению диквата в воде, молоке фотометрическим методом

Настоящие методические указания являются дополнением к методическим указаниям «Спектрофотометрическое определение диквата в воде, пищевых продуктах и кормах», утвержденным за № 1112—73. (Сб. «Методы определения микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде». М., «Колос», 1977).

1. Краткая характеристика препарата

См. методические указания «Спектрофотометрическое определение диквата в воде, пищевых продуктах и кормах».

ПДК диквата в воде – 0,02 мг/л. ПДК диквата в молоке не установлена.

2. Методика определения диквата в воде, молоке фотометрическим методом

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на осаждении белков молока трихлоруксусной кислотой, извлечении диквата из фильтрата и воды с помощью катионита КУ-2, элюировании из катионита насыщенным водным раствором хлорида аммония и фотометрическом определении пестицида после восстановления гидросульфитом натрия.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Предел обнаружения: в воде – 0,02 мг/л, в молоке – 0,4 мг/л.
Размах варьирования: в воде – 11 %, в молоке – 10 %.
Среднее значение определения в воде – 96,5 %, в молоке – 95 %.
Стандартное отклонение: вода – 6,8 %, молоко – 5,5 %.

2.2. Реактивы и растворы

Стандартный раствор с концентрацией диквата 100 мкг/мл. Готовят из 99 %-ного диквата растворением навески в воде в мерной колбе на 100 мл. Хранить следует раствор в затемненном месте.

Соляная кислота, хч, ГОСТ 3118—77; 2 н водный раствор.

Натрий гидроокись, хч, ГОСТ 4328—77; 1 н, 2 н водные растворы.

Натрий хлористый, хч, ГОСТ 4233—77, насыщенный водный раствор.

Натрий гидросульфит, ГОСТ 246—76.

Аммоний хлористый, хч, ГОСТ 3773 – 72,2, 5 % водный раствор, насыщенный водный раствор.

Восстанавливающий реактив. Растворяет 0,2 г гидросульфита натрия и 0,2 г метабисульфита натрия в 100 мл 0,3 н-раствора едкого натра. Используют свежеприготовленный раствор – в течение 1 ч после приготовления.

Метабисульфит натрия, хч, ГОСТ 10575—76

Стекловата (стекловолокно)

Калий железистосинеродистый, хч, ГОСТ 4207—75

Трихлоруксусная кислота, ч, ТУ 6-09-1926—77, 25 %, 7 %, водный раствор.

Фенолфталеин,чда, ГОСТ 5850—72

Фильтры бумажные беззольные, красная лента, размер 11—15 см.

Катионит КУ –2—8, ГОСТ 20298—78, натриевая форма. Подготовку катионита выполняют следующим образом. Товарный образец катионита (величина зерен 0,2—0,5 мл) помещают в химический стакан, заливают пятикратным по объему количеством насыщенного раствора хлористого натрия и оставляют для набухания на 24 ч. После этого раствор декантируют, катионит переносят в делительную воронку, на дно которой предварительно помещают комок стеклянной ваты, и промывают 2 н раствором соляной кислоты до полного удаления ионов трехвалентного железа (проба с железистосинеродистым калием). После промывания кислотой уровень жидкости в воронке спускают до верхнего слоя катионита и отмывают катионит от избытка кислоты дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод.

Для перевода катионита в натриевую форму его обрабатывают в делительной воронке 2 н раствором едкого натра. Обычно скорость пропускания раствора щелочи через катионит составляет 1 мл/мин. Обработку катионита щелочью заканчивают, когда концентрация едкого натра в вытекающем из воронки растворе будет равна концентрации в ис-

ходном (контролируют титрованием 2 н соляной кислотой). После пропускания раствора щелочи жидкость в воронке спускают до верхнего слоя катионита и промывают катионит дистиллированной водой. Полноту отмывания катионита от щелочи проверяют по фенолфталеину. Отмытый от щелочи катионит переносят на воронку Бюхнера, отфильтровывают, подсушивают на фильтровальной бумаге до такого состояния, чтобы зерна свободно отделялись друг от друга. Подготовленный таким образом катионит может длительное время храниться в банке с притертой пробкой.

Универсальная индикаторная бумага, ТУ-6-09-1181—71.

2.3. Приборы и посуда

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56-ПМ
Центрифуга – ЦЛС-3
Весы аналитические
Весы технические
Воронки делительные,
вместимостью 1 000 мл ГОСТ 8613—64
Колбы мерные, вместимостью 50, 100 мл ГОСТ 1770—74
Цилиндры измерительные,
вместимостью 50, 250 мл ГОСТ 1770—74
Колбы конические с пришлифованными
пробками вместимостью 50, 250, 500 мл
Пипетки, вместимостью 1, 5, 10 мл
с делениями на 0,01, 0,1 мл ГОСТ 1770—74
Микропипетки, вместимостью 0,1, 0,02мл ГОСТ 1770—74
Воронки простые конусообразные,
диаметр 5—10 см ГОСТ 8613—64

Хроматографическая колонка – стеклянная бюретка со стеклянным краном на 25 мл (длина 50 см, внутренний 0,9—1,0 см).

3,5 г воздушно-сухого очищенного катионита КУ-2 в натриевой форме заливают в стакане водой, оставляют на 4—5 ч и переносят в бюретку, на дно которой предварительно помещают комок обезжиренной стеклянной ваты. Воду в колонке спускают до верхнего уровня смолы. Затем через катионит пропускают последовательно 20 мл насыщенного водного раствора хлористого натрия и 50 мл дистиллированной воды со скоростью 5 мл/мин. Воду в колонке снова спускают до верхнего уровня смолы. Подготовленная таким образом колонка готова для использования. Для каждого определения следует готовить новую колонку.

2.4. Подготовка к определению

2.4.1. Построение калибровочного графика

Для построения графика в ряд конических колб с пришлифованной пробкой берут по 10 мл насыщенного раствора хлористого аммония, вносят туда по 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 мл стандартного раствора, что соответствует содержанию 10, 20, 30, 40, 50 мкг диквата, доводят объем в каждой колбе до 20 мл насыщенным раствором хлористого аммония, приливают по 4 мл восстанавливающего реактива, перемешивают и измеряют оптическую плотность окрашенного раствора (зеленовато-желтый цвет) на фотоэлектроколориметре ФЭК-56-ПМ со светофильтром № 3 в 5-сантиметровых кюветах против раствора, содержащего 40 мл насыщенного раствора хлористого аммония и 8 мл восстанавливающего реактива.

Окраска фотометрируемого раствора нестабильна, измерение оптической плотности проводят в течение 3—5 минут после добавления восстанавливающего реактива. Калибровочный график строят в координатах «оптическая плотность – количество диквата в 20 мл насыщенного раствора хлористого аммония».

2.4.2. Отбор проб

Отбор проб проводится в соответствии с унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов, утвержденными Заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР 21.03.1979г. за № 2051–79.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Извлечение диквата из воды

500—1 000 мл исследуемой воды пропускают через колонку с катионитом КУ-2 в натриевой форме со скоростью 5—7 мл/мин. После этого колонку промывают 150 мл 2,5 %-ного водного раствором хлористого аммония со скоростью 3—4 мл/мин и элюируют препарат насыщенным водным раствором хлористого аммония со скоростью 0,8—1,0 мл/мин. Собирают 50 мл элюата в мерную колбу на 50 мл, содержимое колбы перемешивают.

2.5.2. Извлечение диквата из молока

50 мл молока помещают в центрифужный стакан, прибавляют 12 мл 25 % раствора трихлоруксусной кислоты (ТХУК) перемешивают и центрифугируют в течение 15 мин со скоростью 2 000—3 000 об/мин. Надосадочную жидкость фильтруют через складчатый бумажный фильтр, предварительно увлажненный 7 % раствором ТХУК, осадок в стакане обрабатывают дважды (50 мл × 2) 7 % раствором ТХУК. Каждый раз пробу центрифугируют в течение 5 мин, надосадочную жидкость фильтруют. После фильтрования экстракта фильтр дважды промывают 7 % раствором ТХУК (10 мл × 2). Промывные воды объединяют с основным экстрактом и пропускают через колонку с КУ-2 так же, как описано выше для воды.

2.5.3. Колориметрирование

На одно определения берут 20 мл элюата, помещают в коническую колбу с притертой пробкой, приливают 4 мл восстанавливающего реактива, перемешивают и измеряют оптическую плотность окрашенного раствора так же, как в случае построения калибровочного графика.

2.6. Расчет результатов анализа

Содержание диквата в пробе в мг/л вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C \cdot 50}{P \cdot 20}, \text{ где}$$

X – количество диквата в пробе, мг/л;
C – количество диквата, найденное по графику, мкг;
P – объем анализируемого образца, мг;
20 – объем элюата, взятый, для фотометрирования, мл;
50 – общий объем элюата, мл.

3. Требования безопасности

При работе с дикватом требуется соблюдать меры предосторожности, предусмотренные инструкцией по технике безопасности при работе с ядохимикатами.

Необходимо соблюдать обычные правила безопасности при работе с электронагревательными и электроизмерительными приборами.

4. Методические указания разработаны А. М. Шмигидиной, Н. И. Ревой, (ВНИИГИНТОКС, г. Киев).

gost.e-ecolog.ru