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
22.09.1975 № 1350—75

Методические указания по определению ДДВФ в молоке и воде методом газо-жидкостной хроматографии*

Краткая характеристика препарата. ДДВФ (дихлорфос, нуван) широко применяется для борьбы с различными видами мух и кожным оводом крупного рогатого скота.

Эмпирическая формула препарата $C_4H_7Cl_2O_4P$,

молекулярная масса 221,0.

Действующее начало препарата – О,О-диметил-О-2,2-дихлорвинилфосфат. ДДВФ – бесцветная жидкость. Т. кип. 74 °С при 1 мм рт.ст. Инсектицид хорошо растворим в большинстве органических растворителей, растворимость в воде около 1 %. Предельно допустимая концентрация ДДВФ в воде 1 мг/л.

Методика определения ДДВФ в молоке и воде. Основные положения. Принцип метода. Метод основан на извлечении ДДВФ из молока смесью петролейного и серного эфиров после предварительного створаживания молока ацетоном, перераспределении инсектицида в воду и после вымораживания жира в этилацетат с последующим определением методом газо-жидкостной хроматографии с ТИД. Из воды ДДВФ извлекают этилацетатом.

Метрологическая характеристика метода. Нижний предел определения 0,01 мг/л. Степень определения при доверительной вероятности $\alpha = 0{,}95$ составляет для воды 86,1 ± 4,97 %, для молока 86,7 ± 4,1 %.

Реактивы и растворы. Ацетон хч, свежеперегнанный. Диэтиловый эфир для наркоза. Петролейный эфир, фракция с т. кип. 35—50 °С. Этилацетат, насыщенный водой. Натрий сернокислый безводный, хч. Натрий хлористый хч. Стандартные растворы ДДВФ в ацетоне с содержанием 0,01; 0,02; 0,03, ..., 1, 2 мкг/мл. Хромосорб W (100—120 меш),

* Методические указания разработаны К. Ф. Новиковой и Ф. Р. Мельцер (ВНИИХСЗР).

промытый кислотой и силанизированный диметилхлорсиланом с 20 % SE-30. 5 %-ный водный раствор оксалата калия.

Приборы и посуда. Газо-жидкостный хроматограф марки «Цвет-106» или аналогичный прибор, снабженный термоионным детектором. Стеклянная хроматографическая колонка длиной 2 м с внутренним диаметром 3,5 мм, заполненная хромосорбом, пропитанным 20 % SE-30. Ротационный вакуумный испаритель с термостатированным обогревом. Делительные воронки на 1 л, 100 и 200 мл. Мерные колбы на 100 и 50 мл. Конические колбы на 100 мл. Круглодонные колбы на 250 мл. Микрошприцы на 10 мкл. Пипетки.

Подготовка к определению. Хроматографическую колонку, заполненную носителем, перед работой продувают током азота со скоростью 100—120 мл/мин при температуре 280 °С в течение не менее 18 ч.

Ход анализа. Экстракция и очистка экстракта из воды. Пробу воды 100 мл помещают в делительную воронку емкостью 200 мл, добавляют 5—7 г хлористого натрия и 25 мл этилацетата, насыщенного водой. Делительную воронку закрывают пробкой и энергично встряхивают в течение 30—40 с. После разделения слоев нижний водный слой переносят в другую делительную воронку и экстрагируют ДДВФ еще дважды этилацетатом порциями по 10 мл. Объединенные экстракты сушат безводным сульфатом натрия в течение нескольких минут, затем фильтруют в мерную колбу на 50 мл. Доводят объем раствора до метки этилацетатом.

Экстракция и очистка экстракта из молока. Пробу молока 100 мл помещают в делительную воронку емкостью 1 л, добавляют 200 мл ацетона, 10 мл 5 %-ного раствора оксалата калия и энергично встряхивают воронку в течение нескольких секунд. К раствору добавляют 5—7 г хлористого натрия и 200 мл диэтилового эфира и воронку снова энергично встряхивают 30—40 с. После разделения слоев в делительную воронку добавляют 100 мл петролейного эфира и снова энергично встряхивают. Когда слои разделятся, нижний водный слой переносят в другую делительную воронку и экстрагируют ДДВФ диэтиловым эфиром (200 мл), а затем петролейным эфиром (100 мл), как было указано выше. Если слои разделились плохо, необходимо добавить 100 мл ацетона.

Объединенные эфирные экстракты небольшими порциями переносят в круглодонную колбу емкостью 50 мл, в которую предварительно вносят 10 мл дистиллированной воды и отгоняют растворитель с помощью ротационного испарителя при слабом вакууме и температуре водяной бани 35 °С. Колбу с водным остатком помещают в морозильную

камеру холодильника на 15—20 мин для затвердения жира, после чего водный остаток фильтруют через ватный тампон в делительную воронку на 100 мл, смывают колбу и фильтр небольшими порциями охлажденной воды, добавляют половину чайной ложки поваренной соли и экстрагируют ДДВФ этилацетатом, как указано выше для воды.

Хроматографирование. 2, 3 пли 5 мкл ацетонового раствора вводят в хроматограф. Условия хроматографирования следующие. Используют хроматограф «Цвет-106», снабженный термоионным детектором. Скорость протяжки ленты самописца 0,67 см/мин. Рабочая шкала электрометра $1 \cdot 10^{-10}$А. Длина стеклянной колонки 2 м, внутренний диаметр ее 3,5 мм. Колонка заполнена хромосорбом W (100—120 меш), промытым кислотой и силанизированным диметилхлорсиланом с 20 % SE-30. Температура колонки 200 °С, испарителя 230 °С. Скорость потока газов, мл/мин: азота – 10, водорода – 18—20, воздуха – 200. Линейность детектирования соблюдается в пределах от 0,05 до 2 нг. Время удерживания ДДВФ 3, 15 мин.

Обработка результатов анализа. Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом по высоте пиков. Содержание пестицида в пробе (*X*, мг/л) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{H_{\text{п}} C_{\text{ст}} V}{H_{\text{ст}} V_1 V_2}, \text{ где}$$

$H_{\text{п}}$ – высота пика пробы, мм;

$H_{\text{ст}}$ — высота пика стандарта, мм;

$C_{\text{ст}}$ – содержание ДДВФ в стандарте, нг;

V – объем раствора, из которого отбирают аликвоту для ввода в хроматограф, мл;

V_1 – объем пробы, вводимый в хроматограф, мкл;

V_2 – объем анализируемой пробы, мл.

gost.e-ecolog.ru