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

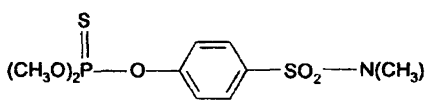
Определение амидофоса в молоке и мясе тонкослойной хроматографией 4
Определение ДДТ, ДДЭ, ДДД, линдана и ТХМ-3 в молоке и молочных продуктах газожидкостной хроматографией 8
Определение ДДВФ в молоке и воде газохроматографическим и колориметрическим методами 12
Определение диазинона и дурсбана в молоке 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

Методика определения варбекса в молоке и тканях животных с помощью газо-жидкостной хроматографии

Краткая характеристика препарата

Варбекс (фамофос, фамфур, цианамид-38023)-фосфорорганический инсектицид, применяемый для борьбы с подкожными оводами северных оленей, крупного рогатого скота и другими эктопаразитами сельскохозяйственных животных.

Химическое название варбекса-0,0-диметил-0-(4-диметил-сульфамоил)фенилтиофосфат. Препарат имеет следующую структурную формулу:



В чистом виде – это белое кристаллическое вещество с температурой плавления 55—56 °С, хорошо растворяющееся в органических растворителях и слабо растворимое в воде (10 мг в 100 мл при комнатной температуре).

Принцип метода*

Метод определения варбекса в молоке и тканях животных основ на извлечении пестицида из анализируемого образца смесью ацетона с хлороформом, очистке экстракта от жира вымораживанием и определении варбекса методом ГЖХ с использованием термоионного детектора. Чувствительность метода позволяет определить варбекс в количестве 0,005 мг/л в молоке и 0,005 мг/кг в тканях животных. Полнота извлечения препарата составляет. 60—70 %.

Реактивы

Ацетон, хч

Хлороформ, хч

---

* Н. А. Непоклонов, К. Ф. Заболотный (Всесоюзный научно-исследовательский институт ветеринарной санитарии, г. Москва)

Утверждено 23 января 1975 г., № 1221—75.

Натрий хлористый, хч
Сульфат натрия безводный
Стандартный ацетоновый раствор варбекса.

Приборы и посуда

Газовый хроматограф модели «Цвет-5» или аналогичный прибор о термоионным детектором.

Колонка стеклянная 1000 х 3 мм. Твердый носитель – хромосорб W, промытый кислотой и силанизированный ДМСS 0,14—0,18 мм.

Неподвижная фаза – метилсилоксан SE – 30(5 %).

Микрошприцы на 10 мкл.

Боксы на 100 мл.

Склянки с притертыми пробками, градуированные.

Мерные цилиндры емкость 50 и 100 мл.

Делительные воронки емкостью 150—200 мл.

Бумажные фильтры.

Воронки стеклянные диаметром 5 см.

Пробирки с притертой пробкой на 10 мл, градуированные.

Гомогенизатор.

Колбы конические емкостью 100—150 мл.

Пипетки емкостью 0,1; 1,5; 40 мл.

Ротационный вакуумный испаритель.

Экстракция варбекса из молока и тканей животных

10 мл молока или 10 г измельченной на гомогенизаторе ткани помещают в бюкс с притертой крышкой, добавляют 1 чайную ложку поваренной соли, 30 мл ацетона и перемешивают стеклянной палочкой. В течение 2-х часов экстрагируют варбекс при периодическом помешивании, затем ставят бюкс на 30—40 минут в морозильную камеру холодильника. После охлаждения экстракт отфильтровывают через бумажный фильтр в делительную воронку и добавляют в него 20 мл хлороформа. Нижний ацетоно-хлороформенный слой сливают в коническую колбу. Затем в делительную воронку добавляют еще 20 мл хлороформа и нижний слой сливают в ту же колбу. Экстракт сушат, добавляя в него 10 г. безводного сульфата натрия, затем фильтруют через бумажный фильтр и упаривают с помощью ротационного испарителя. К сухому остатку пипеткой добавляют 5 мл ацетон обмывая им стенки колбы и вводят в хроматограф 2—5 мкл полученного раствора.

Условия хроматографирования

Хроматограф «Цвет-5», детектор термоионный. Рабочая шкала электрометра 2,5 х 10^{-10}. Скорость протяжки ленты самописца 10 мм в минуту. Длина колонки 1 метр, внутренний диаметр – 3 мм. Колонка заполнена хромосорбом – W, промытым кислотой и силанизированным ДМСS 0,14—0,18 мм с 5 %-ный SE-30. Температура колонки 210°, испарителя – 250—260°. Скорость газа – носителя – азота 75 мл/мин, водорода – 22,5 мл/мин, воздуха – 375 мл/мин. Объем пробы вводимой в испаритель 1—5 мкл. Линейность детектирования соблюдается в пределах от 0,05 нг до 1 нг. Время удерживания – 2,1 мин. Количественное определение проводят методом сопоставления высоты пика со стандартами. Вычисления проводят по формуле:

$$C_{варбекса} = \frac{H_p \cdot C_{ст} \cdot V}{H_{ст} \cdot V_a \cdot A}\ мг/л \text{ или } мг/кг, \text{ где}$$

$H_р$ – высота пика анализируемой пробы в мм;

$H_{ст}$ – высота пика стандарта в мм;

$C_{ст}$ – содержание варбекса в стандарте в нг;

V – объем раствора, из которого отбирают аликвоту для ввода в хроматограф (5 мл).

$V_а$ – аликвотная часть, которую вводят в хроматограф в мкл;

A – навеска анализируемого образца в г или мл.

gost.e-ecolog.ru