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

Определение хлорофоса в воде, фруктах, овощах, молоке, мясе и кормах хроматографией в тонком слое

Принцип метода. Метод* основан на извлечении препарата из пробы водой, последующем извлечении из воды органическим растворителем, хроматографировании в тонком слое силикагеля и дополнительной очистке на пластинках. Подвижным растворителем служит смесь гексана с ацетоном (1 :). Препарат обнаруживают после опрыскивания пластинок раствором резорцина с карбонатом натрия и выдерживания при 100 °С или после опрыскивания пластинок раствором азотнокислого серебра и аммиака в ацетоне и последующего ультрафиолетового облучения. Количественное определение проводят путем визуального сравнения интенсивности окраски и размеров пятен проб и стандартных растворов. Чувствительность метода 0,1—0,2 мг/кг. Минимально детектируемое количество 1 мкг.

Реактивы и растворы

Хлороформ, хч перегнанный

Ацетон, хч

м-Гексан, хч

Диэтиловый эфир (для наркоза)

Бензол, хч.

Силикагель КСК пли ШСК очищенный. Очистку проводят следующим образом. Заливают силикагель на 18—20 ч разбавленной соляной кислотой (1 : 1), кислоту сливают, силикагель промывают водой и кипятят с разбавленной (1 : 1) азотной кислотой 2—3 ч в колбе с обратным холодильником. Промывают силикагель дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод, сушат 6 ч в сушильном шкафу при 130 °С, периодически перемешивая. Дробят и просеивают через сито 100 меш (1 600 отверстий на 1 $см^2$). Хранят в склянке с притертой пробкой.

Крахмал растворимый.

Натрий серно-кислый безводный хч.

Серебро азотно-кислое хч.

Резорцин хч.

---

* М А. Клисенко, М. В. Письменная, З Ф. Юркова (ВНИИГИНТОКС).

Карбонат натрия хч.

Соляная кислота, уксусная и ортофосфорная кислоты.

Проявляющий реактив № 1. 2 %-ный раствор резорцина и 10 %-ный водный раствор Na_2CO_3. Перед опрыскиванием растворы смешивают (2 : 3).

Проявляющий реактив № 2. 0,5 г азотнокислого серебра растворяют в 5 мл дистиллированной воды, прибавляют 10 мл аммиака плотностью 0,9 г/см^3 и доводят объем до 100 мл ацетоном.

Стандартный раствор хлорофоса (10 мг хлорофоса в 100 мл диэтилового эфира).

Приборы и посуда

Пластинки для хроматографии 9 × 12 или 13 × 18 см.

Делительные воронки на 500 и 250 мл.

Мерные колбы на 100 мл.

Конические колбы на 250 и 500 мл с притертыми пробками.

Прибор для отгонки растворителя под вакуумом.

Водоструйный насос или воздуходувка.

Пульверизатор стеклянный для опрыскивания пластинок.

Камера для хроматографирования. Стеклянный сосуд с притертой крышкой. Можно использовать эксикатор.

Микропипетки для нанесения стандартных растворов.

Капиллярные пипетки для нанесения проб.

Бани водяные.

Ртутно-кварцевая лампа ПРК-2 или ПРК-4.

Сушильный шкаф.

Приготовление пластинок. Сорбционную массу готовят из силикагеля КСК или ШСК (40 г), крахмала (1 г) и дистиллированной воды (125 мл). Крахмал заваривают в 15 мл воды, доливают остальную воду, засыпают силикагель и хорошо перемешивают. 10 г сорбционной массы наливают на пластинку и, покачивая ее, равномерно распределяют массу. Пластинки сушат при комнатной температуре, хранят в эксикаторе.

Ход анализа. Для анализа из средней пробы отбирают: овощей, фруктов, зерна 500 г, травы 200, мяса 250 г, молока 500 мл. Мясо измельчают на мясорубке, зерно растирают в ступке, овощи и фрукты измельчают ножом. Отобранное количество материала тщательно перемешивают.

Вода. 200 мл воды в делительной воронке трижды экстрагируют насыщенным водой хлороформом порциями 70, 70 и 50 мл. Каждая экс-

тракция продолжается 5 мин. В объединенный экстракт насыпают около 10 г безводного серно-кислого натрия. Оставляют экстракт на 10—15 мин для удаления влаги.

Овощи, фрукты, зерно. Из 25 г измельченной пробы (зерно измельчают до частиц в 1 мм) препарат трижды экстрагируют водой порциями по 70, 50 и 50 мл на аппарате для встряхивания; каждый раз экстракция продолжается 15 мин. Водные экстракты объединяют. Чтобы не образовалась эмульсия при дальнейшей экстракции, прибавляют 1—1,5 г хлористого натрия. Приливают 50 мл насыщенного водой хлороформа и осторожно встряхивают в делительной воронке. Экстракцию хлороформом повторяют трижды. Хлороформные экстракты объединяют, сливая их через слой безводного серно-кислого натрия. Если экстракт мутный, то в колбу прибавляют безводный серно-кислый натрий и сушат 10—15 мин.

Трава. 20 г мелко нарезанной ножницами травы помещают в колбу и дважды экстрагируют по 20 мин 100 и 70 мл дистиллированной воды, периодически встряхивая. Экстракты объединяют и прибавляют 1—1,5 г хлористого натрия. Экстрагируют хлорофос трижды в делительной воронке насыщенным водой хлороформом порциями по 50 мл. Хлороформные экстракты объединяют, сливая через слой безводного серно-кислого натрия. Если экстракт мутный, его дополнительно сушат безводным серно-кислым натрием.

*Молоко** – К 25 мл молока в конической колбе добавляют по каплям 0,5 мл концентрированной соляной, уксусной или ортофосфорной кислоты, 50 мл серного эфира и небольшими порциями 20 г свежепрокаленного безводного сульфата натрия. Полученную смесь энергично встряхивают 10 мин. Эфирный экстракт сливают по частям в коническую колбу на 50 мл, удаляют эфир на водяной бане при 40—45 °С до объема 1 мл, а затем остаток испаряют при комнатной температуре.

К оставшемуся в колбе жиру добавляют 3 мл дистиллированной воды. Содержимое колбы взбалтывают 1—2 мин при подогревании на водяной бане или под струей теплой воды. Смесь охлаждают холодной водой до затвердевания жира. Водный экстракт хлорофоса через смоченный водой бумажный фильтр в маленькой конической воронке фильтруют в делительную воронку вместимостью 50 мл. Операцию повторяют дважды, внося в колбу с жировым остатком по 2 мл воды.

---

* Л. А. Стемпковская (Киевский НИИ гигиены питания), А. М. Ботвиньева (БелНИСГИ).

Водный экстракт хлорофоса в делительной воронке промывают *н*-гексаном 3 раза порциями по 10 мл. Гексановые экстракты отбрасывают. Очищенный водный экстракт трижды экстрагируют насыщенным водой хлороформом порциями по 15 мл, встряхивая в делительной воронке каждый раз 5 мин.

Объединенные хлороформные экстракты сушат 10—15 мин безводным серно-кислым натрием (7—10 г) и переносят в прибор для отгонки растворителей.

Мясо. 25 г измельченного на мясорубке мяса дважды экстрагируют по 30 мни дистиллированной водой порциями по 70 мл, периодически перемешивая. Водные экстракты объединяют прибавляют 1—1,5 г хлористого натрия, хлорофос, экстрагируют насыщенным водой хлороформом порциями по 50, 40 и 40 мл. При встряхивании в делительной воронке в нижнем хлороформном слое образуется стойкая эмульсия. Экстракты объединяют и для разрушения эмульсии постепенно прибавляют безводный серно-кислый натрий; помешивание не прекращают до исчезновения эмульсии. Колбу с содержимым оставляют на 10—15 мин, затем хлороформ сливают через слой безводного серно-кислого натрия в сухую колбу. Колбу с оставшимся серно-кислым натрием промывают хлороформом 4 раза по 15 мл и приливают его к экстракту.

Отгонка растворителя. Обезвоженный хлороформный экстракт отгоняют на водяной бане при температуре не выше 40 °С до объема около 0,3 мл при разрежении от водоструйного насоса. Остаток хлороформа упаривают при комнатной температуре досуха, пробу растворяют в диэтиловом эфире, наносят на пластинку и хроматографируют.

Хроматографирование. Пластинку с пробами и стандартными растворами помещают в камеру для хроматографирования, в которую предварительно наливают бензол (для дополнительной очистки пробы на пластинке). Край пластинки с нанесенными растворами должен быть погружен в растворитель не более чем на 0,5 см. После того как фронт растворителя поднимется на 10 см, пластинку вынимают из камеры и оставляют на несколько минут для испарения растворителя. Пластинку вновь помещают в камеру для хроматографирования с подвижным растворителем (смесь гексана с ацетоном 1 : 1) и хроматографируют, как указано выше. Высушенную пластинку опрыскивают проявляющим реактивом.

Для проб фруктов, зерна, молока и мяса применяют реактив № 1. После опрыскивания проявителем пластинку выдерживают 7—10 мин при 100 °С. Хлорофос проявляется в виде оранжевого пятна с $R_f = 0{,}31$.

Для проб овощей, травы применяют реактив № 2. После опрыскивания реактивом пластинку подвергают ультрафиолетовому облучению в течение 40 мин. Пластинка должна находиться на расстоянии 20 см от источника света. Хлорофос проявляется в виде серо-черного пятна.

Продукт метаболизма хлорофоса (ДДВФ) определению хлорофоса не мешает, потому что его R_f в этих условиях равно 0,56.

Количественное определение проводят путем сравнения размеров пятен пробы и стандартного раствора. Необходимо отметить, то количественное определение с достаточной точностью можно проводить лишь при содержании пестицида не более 30 мкг в пробе. При большем содержании препарата зоны локализации получаются размытыми, что затрудняет сравнение со стандартом. В этом случае нужно брать пропорциональную часть исследуемого экстракта.

Расчет. Содержание препарата в пробе (мг/кг) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A}{P}, \text{ где}$$

A – количество препарата, найденное путем сравнения со стандартом, мкг;

P – масса исследуемой пробы, г.

gost.e-ecolog.ru