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

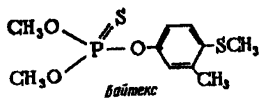
© Роспотребнадзор, 2009
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009

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 байтекса в молоке и мясе тонкослойной хроматографией

Байтекс – 0, 0-диметил-0-(3-метил-4-метилмеркаптофенил)-тиофосфат. Синонимы: Байер S 1752, Байер 29493, фентион, тигувон, энтекс, лебайцид.



Байтекс

Химически чистый препарат – бесцветное масло без запаха с температурой кипения 109 °С при 0,01 мм рт. ст. Относительная молекулярная масса 278.

Технический байтекс (95—98 %-ный) —желто-коричневая маслянистая жидкость со слабым характерным запахом; перегоняется при 105 °С и 0,01 мм рт. ст. Байтекс хорошо растворяется в метиловом и этиловом спиртах, эфире, ацетоне, многих углеводородах, а также в хлорированных углеводородах и маслах. В петролейном эфире препарат малорастворим. В воде при комнатной температуре растворимость составляет 54—56 мг/л.

Принцип метода. Метод* основан на экстракции препарата из проб и хроматографировании в тонком слое силикагеля с гипсом. В качестве подвижного растворителя используют смесь петролейного эфира с ацетоном (2 : 1). Препарат проявляют раствором азотно-кислого серебра, которое, взаимодействуя с фенолятами, образующимися в результате гидролиза байтекса спиртовой щелочью, дает темно-серые пятна на белом фоне.

Количественное определение байтекса проводят путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятен со стандартной шкалой. Чувствительность метода 3 мкг в пробе или 0,3 мг/кг.

Реактивы и растворы

Ацетон хч.

Петролейный эфир хч.

---

* А. П. Родэ и А. А. Непоклонов (ВНИИВС).

Хлороформ хч.
Уксусная кислота ледяная хч.
Едкое кали хч.
Этиловый спирт 96°-ный (ректификат).
Метиловый спирт 96°-ный (ректификат).
Бутиловый спирт хч.
Серебро азотнокислое хч.
Силикагель КСК (100 меш).
Гипс медицинский.
100 %-ный байтекс.
1,5 н. раствор КОН в смеси метилового и бутилового спирта (1 : 1).
1 %-ный водный раствор азотнокислого серебра.
Дистиллированная вода.

Приборы и посуда

Хроматографическая камера (стеклянный цилиндрический сосуд с притертой крышкой).
Гомогенизатор для измельчения тканей.
Центрифуга (6—8 тыс. об/мин).
Термостатическая водяная баня.
Конические колбы на 100 мл.
Роторный испаритель.
Делительные воронки на 150 мл.
Фарфоровые чашки для выпаривания.
Пульверизаторы.
Мензурки на 50 и 100 мл
Пипетки разные.
Микропипетки.
Фильтры бумажные обеззоленные.
Стеклянные пластинки для хроматографии 13 × 18 см.

Приготовление пластинок

На обезжиренную пластинку 13 × 18 см наносят слой сорбента. Для приготовления сорбента берут 50 г силикагеля и смешивают с 2,5 г гипса. Смесь заливают 150 мл 5,0 %-ной уксусной кислоты и тщательно перемешивают. Две чайных ложки полученной гомогенной массы распределяют по поверхности пластинки ровным слоем. Пластинку подсушивают в горизонтальном положении при комнатной температуре 24 ч, после чего она готова к употреблению.

Ход анализа. *Мясо.* Пробу нежирного мяса массой 10 г заливают 5 мл ацетона и гомогенизируют 2 мин при 1000 об/мин. Гомогенат помещают в коническую колбу. Четыре раза ополаскивают сосуд, в котором измельчали ткань, порциями ацетона по 5 мл; выливают ацетон в колбу с пробой. Смесь гомогената с ацетоном оставляют при комнатной температуре на 30 мин, затем ее центрифугируют 15 мин при 6—8 тыс. об/мин. Жидкую фазу через бумажный фильтр отфильтровывают в делительную воронку, куда затем наливают 10 мл насыщенного раствора поваренной соли и 20 мл хлороформа. Содержимое воронки хорошо перемешивают. После полного разделения слоев нижний слой (смесь ацетона с хлороформом) сливают и фильтруют через бумажный фильтр. В делительную воронку наливают еще 10 мл хлороформа и процедуру повторяют. Для обезвоживания экстракта на поверхность фильтра насыпают 5 г сульфата натрия. Экстракт выпаривают при комнатной температуре под тягой, на водяной бане или в роторном испарителе.

Молоко. К пробе (10 мл) добавляют 20 мл ацетона. Дальнейший ход экстракции байтекса такой же, как при экстракции из мяса. Сухой остаток растворяют в 0,5 мл ацетона, выпаривают растворитель до объема 0,1—0,2 мл и наносят микропипеткой на хроматографическую пластинку. Эту процедуру повторяют 3 раза, нанося ацетоновый смыв в одну и ту же точку. Пластинку помещают в хроматографическую камеру с системой петролейный эфир—ацетон (2 : 1) и выдерживают, пока растворитель не поднимется на 10 см. Пластинку вынимают из камеры и высушивают в течение часа на воздухе. Для проявления хроматограммы пластинку опрыскивают из пульверизатора 1,5 н. раствором едкого кали в смеси метилового и бутилового спиртов (1 : 1), а через 15—20 мин опрыскивают 1 %-ным водным раствором азотнокислого серебра. Проявление ускоряется, если после опрыскивания азотнокислым серебром пластинку 2 мин подержать над плиткой или другим источником тепла. Байтекс проявляется в виде темно-серых пятен на белом фоне.

При наличии в пробах байтекса R_f составляет 0,67—0,72 R_f для оксианалога байтекса составляет 0,24—0,26.

Количественное определение байтекса в исследуемом материале проводят путем сравнения интенсивности окраски и величины пятен со шкалой стандартов. Для приготовления стандартной шкалы готовят растворы байтекса в ацетоне 1 : 100 000, 1 : 50 000, 1 : 20 000, 1 : 10 000, 1 : 5 000. По 0,1 мл каждого разведения наносят на хроматографическую пластинку. После разгонки и проявления получают пятна, соответст-

вующие 1, 2, 5, 10 и 20 мкг байтекса. Пятна измеряют и сравнивают визуально.

Расчет. При вычислении количества байтекса учитывают, что из молока и мяса экстрагируется в среднем 80 % препарата. Расчет проводят по формуле:

$$X = \frac{1,25A \cdot 1000}{P}, \text{ где}$$

X – количество препарата в продукте, мг/кг;

A – количество препарата, выделенное из пробы, мкг;

P – масса пробы, г;

1,25 – коэффициент экстракции.

gost.e-ecolog.ru