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 полихлоркамфена в кормах, продуктах животноводства и птицеводства газожидкостной хроматографией

Принцип метода. Метод* основан на экстракции пестицида ацетоном, упаривании растворителя в токе воздуха, щелочном гидролизе остатка в водно-спиртовой среде и идентификации продуктов гидролиза на хроматографе с детектором по захвату электронов. Чувствительность метода 0,01—0,1 мг/кг. Полнота определения 65—70 %.

Реактивы и растворы

Ацетон чда.

Петролейный эфир чда или *н*-гексан.

Основной стандартный раствор полихлоркамфена в ацетоне (1 мг/мл).

Рабочий раствор пестицида в ацетоне (5 мкг/мл) готовят из основного.

Серная кислота концентрированная плотностью 1,84 г/см^3.

Щелочной реагент. 50 г едкого кали растворяют в 30 мл дистиллированной воды и к охлажденному раствору добавляют 170 мл этилового спирта-ректификата. Готовят перед анализом.

Приборы и посуда

Хроматограф «Цвет-5» или другой хроматограф с детектором по захвату электронов.

Колонки стеклянные 1 000 × 3 мм.

Неподвижная фаза – метилсилоксан SE-30 (5 %) или подобная кремний-органическая фаза. Твердый носитель – силанизированный целит 545 (80—100 меш), хромосорб W или хроматон N.

Микрошприц на 10 мкл и микропипетки на 0,1 и 0,2 мл.

Измельчитель тканей РТ-2 и механический встряхиватель.

Фарфоровые чашки вместимостью 100 и 150 мл.

Делительные воронки на 100 и 250 мл.

Мерные цилиндры на 50 мл.

Пробирки с притертой пробкой на 10 мл градуированные.

Ход анализа. Исследуемые объекты (яйца кур, кормовые травы, органы и ткани птиц или животных) гомогенизируют в измельчителе РТ-2 в течение 10 мин. 10 г растертого образца смешивают в конической колбе с 50 мл ацетона на встряхивателе 1 ч. Экстракт фильтруют через стекловату в фарфоровую чашку, промывая остаток на фильтре 10 мл

---

* В.В. Ермаков, В.В. Карнаухов (ВНИИВС).

ацетона. Растворитель удаляют в струе воздуха (тяга). Сухой остаток переносят в цилиндр вместимостью 50 мл, используя 2 мл ацетона. В цилиндр добавляют 10 мл воды и 20 мл щелочного реагента. Сосуд помещают в водяную баню и выдерживают точно при 80 °С 15 мин. После охлаждения смесь переносят в делительную воронку вместимостью 100 мл, добавляют 10 мл петролейного эфира или гексана и экстрагируют продукты гидролиза полихлоркамфена в течение 10 мин. Экстракт сливают в градуированную пробирку и исследуют на хроматографе, вводя 2—5 мкл экстракта в испаритель.

Образец молока нагревают до 40 °С и хорошо перемешивают. 10 мл молока вносят в цилиндр, куда предварительно наливают 20 мл щелочного реагента. Последующие стадии анализа аналогичны вышеизложенным.

Жировую ткань и масло очищают серной кислотой. Концентрированную серную кислоту добавляют до обугливания материала. После охлаждения вводят 50 мл петролейного эфира или гексана и экстрагируют полихлоркамфен 10 мин. После разделения фаз нижний слой сливают, а к верхнему добавляют серную кислоту. Смесь встряхивают в делительной воронке вместимостью 250 мл. Обработку кислотой проводят до осветления органической фазы. Растворитель промывают водой, обезвоживают сульфатом натрия, переносят в фарфоровую чашку и выпаривают. Остаток растворяют в ацетоне и обрабатывают щелочным реагентом. Стандартный раствор полихлоркамфена (5 мкг) вносят в спиртовый раствор щелочи (20 мл), проводят гидролиз и экстрагируют петролейным эфиром или гексаном (10 мл). При хранении экстракты следует промыть 0,1 н. соляной кислотой, затем обезводить сульфатом натрия.

Условия хроматографирования («Цвет-5»)

Скорость протяжки диаграммы 10 мм/мин, рабочая шкала электрометра $1 \cdot 10^{-10}$ А. Наполнение колонки: силанизированный целит-545 или хромосорб W (80—100 меш), покрытый метилсилоксаном SE-30 (5 %). Температурный режим испарителя 240, колонки 215, детектора 250 °С. Скорость азота в колонке 75 мл/мин, поддув 105 мл/мин. В испаритель вводят 2—5 мкл рабочего стандартного раствора полихлоркамфена (после гидролиза) или экстракта. Время удерживания основных пиков пестицида 1,8, 2 и 2,9 мин. Остальные компоненты полностью элюируются за 6 мин.

Количественное определение проводят путем сравнения высот или площадей пиков исследуемого вещества из экстракта и стандартного раствора (формулы расчета). Линейность детектирования соблюдается в пределах 2—5 нг вещества.

$$X = \frac{C \cdot S_2 \cdot V_2}{S_1 \cdot V_1 \cdot P} \text{ или } X = \frac{C \cdot H_2 \cdot V_2}{H_1 \cdot V_1 \cdot P}, \text{ где}$$

X – количество препарата, мг/л или мг/кг;

C – количество препарата в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мкг;

S_1 – площадь пика стандартного раствора препарата, введенного в хроматограф, мм^2;

H_1 – высота пика стандартного раствора, введенного в хроматограф, мм;

S_2 – площадь пика препарата в пробе, мм^2;

H_2 – высота пика препарата в пробе, мм;

V_1 – объем экстракта, введенного в хроматограф, мкл;

V_2 – общий объем экстракта после упаривания, мл;

P – масса или объем анализируемой пробы, мл или г.

$$X = \frac{C \cdot V}{V_a \cdot P}, \text{ где}$$

X – содержание пестицида в пробе, мг/кг или мг/л;

C – количество пестицида, найденное по калибровочному графику, нг;

V – конечный объем раствора, из которого отбирают аликвоту для хроматографирования, мл;

V_a – объем аликвоты, вводимый в хроматограф, мкл;

P – масса или объем анализируемой пробы, г или мл.

gost.e-ecolog.ru