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

Ускоренное определение ДДТ в пищевых продуктах*

Извлечение пестицида. *Овощи, фрукты.* 25 г продукта измельчают**, помещают в колбу с притертой пробкой и экстрагируют*** 25—50 мл (объем измерить точно) петролейного эфира ($t_{кип}$ 40—60)**** при энергичном взбалтывании 30—40 мин. Экстракт сливают, измеряют его объем и при необходимости фильтруют. Остатки экстракта с фильтра тщательно смывают растворителем, смывы присоединяют к основному раствору.

Молоко. 50 мл молока упаривают в фарфоровой чашке при периодическом помешивании палочкой на кипящей водяной бане до получения творогообразной массы, прибавляют 40—50 г безводного свежепрокаленного Na_2SO_4. Экстрагируют ДДТ трижды по 5 мин петролейным эфиром порциями по 40 мл, тщательно перемешивая и растирая пробу стеклянной палочкой с расплюснутым концом (в виде пестика). Остаток промывают петролейным эфиром (30—40 мл), экстракты объединяют.

Кефир, сметана, творог. Пробу продукта массой 25 г помещают в химический стаканчик вместимостью 100—200 мл, прибавляют 1—3 чайных ложки безводного сернокислого натрия (для полного высушивания пробы). Экстрагируют ДДТ трижды по 5 мин петролейным эфиром порциями по 30 мл, тщательно перемешивая пробу стеклянной палочкой. Остаток промывают 30—50 мл петролейного эфира, экстракты объединяют.

Масло, жир. Пробу продукта массой 20—25 г помещают в коническую колбу, растапливают на водяной бане и растворяют *в* 150 мл петролейного эфира.

Мясо и рыба. Тщательно измельченную на мясорубке пробу продукта массой 25 г помещают в химический стакан вместимостью 100—200 мл. Экстрагируют ДДТ трижды по 5 мин петролейным эфиром порциями по 30 мл, тщательно перемешивая пробу стеклянной палочкой.

---

* Л. А. Стемпковская, В. И. Волкова (Киевский НИИ гигиены питания).

** Зерно не измельчают. При анализе яблок следует использовать только кожуру толщиной 3—4 мм.

*** К картофелю перед экстрагированием добавить 15—20 г свежепрокаленного безводного Na_2SO_4.

**** При анализе корне- и клубнеплодов в качестве растворителя, кроме петролейного эфира, может быть использован *н*-гексан.

Остаток промывают 30—50 мл петролейного эфира, экстракты объединяют.

Очистка экстрактов. *Морковь, свекла, картофель*. Из объединенного экстракта отгоняют петролейный эфир.

Капуста, огурцы, зерно пшеницы. Экстракт хроматографируют через слой окиси алюминия высотой 5—6 см, предварительно промытый 20—25 мл петролейного эфира. После хроматографирования адсорбент снова промывают 20—25 мл растворителя, фильтраты объединяют и отгоняют петролейный эфир досуха.

Яблоки. Из экстракта удаляют растворитель. ДДТ из сухого остатка извлекают 25 мл ацетона, внося последний в колбочку дробно, по 5—6 мл. Объединенный ацетоновый экстракт хроматографируют через слой активированного угля высотой 3—5 см, предварительно промытый 20—25 мл ацетона. После хроматографирования адсорбент промывают 40—50 мл ацетона, фильтраты объединяют и отгоняют растворитель на водяной бане досуха.

Молоко, кефир, сметана, творог, мясо и рыба. К полученному экстракту добавляют 20 мл серной кислоты плотностью 1,82—1,84 г/см^3, осторожно перемешивают жидкость легкими круговыми движениями в течение 2—3 мин. После разделения фаз эфирный слой сливают в чистую колбу через ватный фильтр. Остаток трижды промывают петролейным эфиром порциями по 40 мл, смывы присоединяют к основному раствору, отгоняют растворитель в приборе до объема 40—50 мл. Полученный раствор количественно переносят в коническую колбу вместимостью 200 мл с 20 г смеси адсорбентов (10 г SiO_2 влажностью 10 % и 10 г Al_2O_3 влажностью 15 %). Адсорбенты предварительно промывают 3—4 раза петролейным эфиром. Содержимое колбы взбалтывают 3—5 мин. После оседания адсорбентов раствор сливают, дважды промывают адсорбенты петролейным эфиром (по 25—20 мл), смывы присоединяют к основному раствору и отгоняют растворитель досуха.

Жир, масло. К полученному раствору масла (жира) в петролейном эфире прибавляют 20 мл серной кислоты плотностью 1,82—1,84. Осторожно плавными круговыми движениями перемешивают содержимое колбы 2—3 мин и после резкого разделения фаз (примерно через 10 мин) эфирный слой сливают в чистую колбу через ватный фильтр. Остаток в колбе промывают трижды петролейным эфиром по 30—40 мл, смывы присоединяют к основному раствору, добавляют снова 20 мл серной кислоты и повторяют вышеуказанную процедуру. Эфир из экстракта отгоняют в приборе до объема 40—50 мл.

Полученный раствор количественно переносят в коническую колбу с 20 г смеси адсорбентов (10 г SiO_2 влажностью 10 % и 10 г Al_2O_3 влажностью 15 %), предварительно промытых 3—4 раза петролейным эфиром. Колбу взбалтывают 3—5 мин и после оседания адсорбентов раствор сливают. Адсорбенты дважды промывают петролейным эфиром (по 15—20 мл), смывы присоединяют к основному раствору, растворитель отгоняют досуха.

Нитрование и колориметрирование. К охлажденному сухому остатку приливают 2 мл охлажденной в холодильнике нитрующей смеси. Содержимое колбы перемешивают, затем колбу погружают на 10—15 мин в кипящую водяную баню (периодически колбу встряхивают). После нитрования в остывший нитропродукт вносят 5 мл ледяной воды и хорошо взбалтывают. Содержимое колбы переносят в делительную воронку вместимостью 25—30 мл. Колбу трижды ополаскивают ледяной водой примерно по 2 мл и сливают смывы в делительную воронку. Из воды нитропродукт экстрагируют 4 мл бензола и течение 1—2 мин. После разделения слоев воду сливают через кран. Стенки делительной воронки омывают оставшимся в ней бензолом*, тщательно удаляют остатки воды и через горлышко воронки бензол переносят в круглодонную колбу вместимостью 25—30 мл.

Делительную воронку ополаскивают 1 мл бензола, который присоединяют к основному раствору, добавляют 2 мл этанольного раствора едкого кали, перемешивают и через 5—8 мин измеряют оптическую плотность окрашенного раствора на фотоэлектроколориметре ФЭК-М при зеленом светофильтре (λ = 582 мм) в кювете с толщиной слоя 10 мм. Для сравнения используют бензол.

Оценку полученных результатов проводят по калибровочной кривой, для построения которой берут от 0,1 до 1 мл стандартного раствора ДДТ в этаноле (100 мкг/мл), удаляют растворитель, к сухому остатку добавляют 2 мл нитрующей смеси и далее проводят анализ, как описано выше.

Содержание ДДТ в пробе может быть определено с достаточной для практических целей точностью также путем сравнения полученного окрашенного раствора со стандартной (имитационной) шкалой, построенной на основе водных растворов хлорной меди и кристаллвиолета.

---

* Если бензольный раствор имеет желтоватый цвет, его быстро промывают 2—3 раза 5 %-ным раствором NaOH порциями 1,5—2 мл. После промывки тщательно удаляют остатки щелочного раствора.

Для 100 мкг ДДТ характерна окраска, которая имитируется раствором, состоящим из 3 мл 3 %-ного $CuCl_2$. H_2O, 0,6 мл 0,0025 %-ного кристалл-виолета и 6,4 мл дистиллированной воды. Путем разбавления данного раствора получают растворы, отвечающие меньшим количествам ДДТ (10, 20, 30... мкг).

Расчет. Содержание ДДТ в продукте *(X,* мг/кг) вычисляют по формулам: (первая для продуктов растительного происхождения, вторая для продуктов животного происхождения):

$$X = \frac{A \cdot B}{P \cdot B^1} \text{ и } X = \frac{A}{P}, \text{ где}$$

A – количество ДДТ, найденное по калибровочному графику или стандартной шкале, мкг;

P – масса (объем) пробы, г/мл;

B – объем экстрагента, мл;

B_1 – объем взятого в анализ экстракта, мл.

gost.e-ecolog.ru