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 альфа- и гамма-изомеров гексахлорциклогексана в кормах и продуктах животноводства газожидкостной хроматографией

Принцип метода. Метод* основан на окислении органических веществ растительного и животного происхождения серной кислотой и извлечении гексахлорана посредством перегонки с последующей экстракцией гексаном. Определение изомеров ГХЦГ проводится на хроматографе с детектором по захвату электронов. Полнота определения пестицида достигает 100 %, а чувствительность метода 0,004 мг/кг.

Реактивы и растворы

н-Гексан чда.

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

Стандартный раствор технического ГХЦГ и гамма-изомера ГХЦГ в гексане (1 и 0,1 мкг/мл).

Приборы и посуда

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

Микрошприц.

Прибор для перегонки, состоящий из делительной воронки вместимостью 250 мл, холодильника длиной 250—300 мм и колбы на 1 л. (см. рисунок).

Мерные колбы вместимостью 50 мл.

Фарфоровые чашки для выпаривания на 50—100 мл.

Измельчитель тканей или мясорубка.

Баня водяная электрическая.

Пипетки вместимостью 1, 2, 10 и 25 мл.

Пипетка клювик на 10—20 мл.

Боксы стеклянные вместимостью 8—10 мл.

---

* В. М. Белоносов, В. В. Ермаков (ВНИИВС).

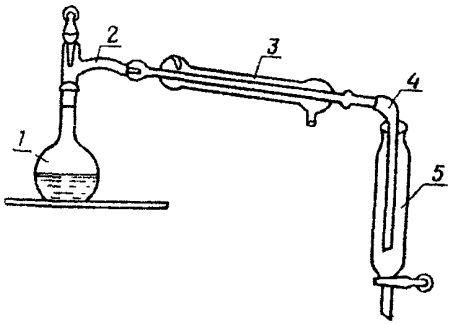


Рис. Установка для отгона и экстракции
1 – колба для отгона; 2 – переход от колбы к холодильнику с заглушенным верхним отводом; 3 – холодильник; 4 – аллонж с оттянутым концом; 5 – делительная воронка с отметкой 30 мл. Для нагревания колбы используют электроплитку с закрытой спиралью. Кроме того, на плитку кладут асбестовую сетку. Все шлифы в установке стандартные.

Ход анализа. 25 г мяса, сена, комбикорма или молока помещают в круглодонную колбу вместимостью 1 л. Пипеткой в колбу вносят 20 мл концентрированной серной кислоты. При этом колбу снаружи охлаждают холодной водой. Содержимое колбы перемешивают и оставляют на 10 мин, добавляют 20 мл гексана и 100 мл холодной воды. Колбу присоединяют к холодильнику посредством шлифа и нагревают до кипения. Дистиллят собирают в делительную воронку вместимостью 250 мл до тех пор, пока объем дистиллята не достигнет 70—75 мл. Водную фазу сливают в другую делительную воронку, а органическую (гексановую) фазу – в мерную колбу на 50 мл.

Соединительные трубки и холодильник промывают тремя порциями по 3 мл гексана, который выливают в первоначальный экстракт. Из водной фазы дистиллята ГХЦГ трижды экстрагируют гексаном (порциями по 5—7 мл), сливая его в ту же мерную колбу. Объем экстракта доводят до 50 мл гексаном, хорошо перемешивают и исследуют на хроматографе. Если ГХЦГ не обнаруживается, экстракт упаривают на водяной бане при температуре 35°. В конце упаривания чашку покачивают, чтобы ускорить удаление растворителя. Остаток растворяют в 0,5—1 мл гексана.

Условия хроматографирования

Скорость протяжки ленты 10 мм/мин. Рабочая шкала электрометра $1 \cdot 10^{-10}$ А. Стеклянная колонка 1000 × 3 мм. Наполнение колонки – хромосорб W (80—100 меш), покрытый метилсилоксаном SE-30 (5 %). Температурный режим испарителя 220, колонок 190, детектора 220 °С. Скорость газа-носителя (азота) 60 мл/мин. В испаритель вводят 2—5 мкм рабочего раствора пестицида в гексане или экстракта. Время удерживания альфа-изомера ГХЦГ 1 мни 10 с, гамма-изомера 1 мин 40 с.

Количественное определение проводят путем сравнения высот или площадей пиков исследуемого вещества из экстракта и стандартного раствора (формула расчета). Минимально детектируемое количество 0,05 мг. Линейность детектирования соблюдается в пределах 0,05—1 нг.

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

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.

gost.e-ecolog.ru