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 диазинона и дурсбана в молоке и тканях животных газожидкостной хроматографией

Диазинон [0,0-диэтил-0-(2-изопропил-4-метилпиримидил-6)-тиофосфат] и дурсбан (0,0-диэтил-0-3,5,6-трихлорпиридилтиофосфат) являются производными тиофосфорной кислоты. В чистом виде диазинон – бесцветное масло с температурой кипения 89 °С при 0,1 мм рт. ст. Растворимость диазинона в воде при 20 °С 40 мг/л. Дурсбан – белое кристаллическое вещество с температурой плавления 41,5—43,0 °С. Оба пестицида хорошо растворяются в большинстве органических растворителей.

Принцип метода. Метод* основан на определении диазинона и дурсбана в экстрактах исследуемых проб на хроматографе с термоионным детектором. Чувствительность метода 0,05 нг диазинона и 0,1 нг дурсбана в пробе, вводимой в хроматограф. Полнота определения препаратов 70—80 %.

Реактивы и растворы

Ацетон хч.

н-Гексан.

Спирт этиловый гидролизный.

Стандартные растворы диазинона и дурсбана и гексане (1 мкг/мл).

Приборы и посуда

Хроматограф «Цвет 5» или другой марки с термоионным детектором.

Колонки стеклянные 1 000 × 3 мм.

Неподвижная фаза метилсилоксан SE-30 (5 %). Твердый носитель – силанизированный хромосорб W (80—100 меш).

Микрошприц на 10 мкл.

Бюксы на 15—20 мл.

Цилиндры мерные на 50 мл.

Делительные воронки на 100 мл.

Воронки диаметром 5 см.

Пробирки на 10 мл градуированные с притертой пробкой.

Ход анализа. *Экстракция препаратов из пробы.* 5 мл молока или 5 г измельченной или гомогенизированной ткани животного помещают

---

* Г. А. Таланов, В. В. Л е щ е в (ВНИИВС).

в бюкс, заливают 10 мл ацетона или этилового спирта, размешивают стеклянной палочкой и ставят в холодильник на 1 ч. Затем пробу фильтруют через бумажный фильтр в делительную воронку. Бюкс промывают 10 мл ацетона или спирта, пропуская растворитель черев тот же фильтр в делительную воронку. Фильтр промывают 5 мл дистиллированной воды. Затем в делительную воронку с экстрактом наливают 25 мл дистиллированной воды, воронку встряхивают, добавляют в нее 10 мл гексана, еще раз встряхивают 1—2 мин.

После разделения жидкостей верхний гексановый слой сливают в градуированную пробирку с притертой пробкой, в которую предварительно насыпают 100—150 мг безводного сернокислого натрия. При плохом разделении водного и гексанового слоев по каплям добавляют спирт, осторожно вращая делительную воронку. Объем гексанового экстракта в пробирке доводят до 10 мл тем же растворителем. Аликвотную часть вводят в хроматограф.

Условия хроматографирования

Шкала электрометра $2{,}5 \cdot 10^{-10}$ А. Скорость протяжки бумаги 1 см/мин. Температура колонки 190, испарителя 220 °С. Вводимый объем 2—5 мкл. Расход газов: азота 22—24 мл/мин, водорода 12—17 мл/мин, воздуха 400 мл/мин. При указанных условиях чувствительность для диазинона 0,05 нг при высоте пика 12 мм, для дурсбана 0,1 нг при высоте пика 10 мм. Время удерживания диазинона 2,2 мин, дурсбана 4,4 мин.

Количественное определение проводят путем сравнения высот или площадей пиков исследуемого вещества экстракта и стандартного раствора. Формулы расчета приведены.

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

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