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 ДДТ, ДДЭ, ДДД, линдана и ТХМ-3 в молоке и молочных продуктах газожидкостной хроматографией

Принцип метода. Метод* основан на извлечении остатков пестицидов из исследуемой пробы органическими растворителями (хлороформ, ацетон), одноступенчатой очистке экстракта на хроматографической колонке с силикагелем АСК и последующем определении на хроматографе с детектором по захвату электронов.

Реактивы и растворы

Ацетон хч

Хлороформ, хч

Смесь бензола с гексаном (3 : 8).

Насыщенный раствор поваренной соли.

Стекловата.

5 %-ный раствор оксалата калия.

н-Гексан хч

Силикагель АСК.

Стандартный раствор пестицидов в гексане (0,2 мкг/мл линдана, 0,5 мкг/мл ТХМ-3, 0,4 мкг/мл ДДЭ, 0,5 мкг/мл ДДД и 0,5 мкг/мл ДДТ для никелевого источника). Концентрация пестицидов в стандартном растворе для работы с тритиевым источником должна быть на 1—2 порядка ниже.

Все органические растворители должны быть свежеперегнаны.

Жидкая фаза – QF-1, SE-30 или ПФМС-4. Газ-носитель – азот особой очистки (кислорода не более 0,003 %). Используют колонку с 2,5 % SE-30 или QF-1 или с 5 % ПФМС-4 на хромосорбе W или G или на хроматоне. Готовую колонку необходимо прогреть и термостате в токе газа-носителя для удаления летучих соединений. Для этого колонку помещают в колоночный термостат, присоединяют один конец к блоку ввода пробы. Другой конец не присоединяют к детектору, чтобы не засорить его. Устанавливают температуру термостата на 25—30 °С выше рабочей температуры и продувают колонку газом-носителем 24—48 ч при скорости 50—60 мл/мин.

---

* В. В. Молочников, В. А. Мочалов, А. П. Моргунова (ВНИМИ).

Приборы и посуда

Хроматограф с детектором по захвату электронов.

Микрошприц на 10 мкл.

Хроматографическая колонка длиной 390 мм (внутренний диаметр 18 мм).

Колбы мерные вместимостью 100 мл.

Делительные воронки на 150, 250—300 мл.

Цилиндры мерные на 100 мл.

Круглодонные колбы на 250—500 мл со шлифом.

Баня водяная.

Ротационный испаритель ИР-1.

Ход анализа. *Молоко (кефир, простокваша, кумыс и другие цельномолочные продукты).* 25 мл продукта помещают в делительную воронку на 300 мл, приливают по 5 мл оксалата калия и насыщенного раствора поваренной соли, перемешивают, приливают 100 мл ацетона, встряхивают 2 мин. Приливают 100 мл хлороформа и встряхивают 2 мин. Воронку оставляют до полного разделения фаз. Верхнюю фазу отбрасывают, а нижнюю выливают в круглодонную колбу со шлифом и испаряют растворитель досуха. Остаток смывают 30 мл *н*-гексана.

Сгущенное молоко, 10—20 %-ные сливки. К 10 г продукта прибавляют 10 мл насыщенного раствора NaCl и смесь выливают в делительную воронку вместимостью 150 мл. К смеси приливают 40 мл ацетона, встряхивают 2 мин, приливают 60 мл хлороформа, встряхивают 2—3 мин и оставляют до полного разделения фаз. Далее, как описано для молока.

Сгущенные молочные продукты. 10 г продукта помещают в стаканчик, заливают 10 мл воды с температурой 45—50 °С, перемешивают и переносят в делительную воронку вместимостью 150 мл, добавляют 5 мл раствора оксалата калия. Содержимое воронки перемешивают, приливают 80 мл ацетона и энергично встряхивают 2—3 мин, добавляют 100 мл хлороформа и встряхивают 5—7 мин. После разделения фаз (обычно не более 5 мин) нижнюю фазу сливают в круглодонную колбу, растворители отгоняют, а остаток растворяют в 30 мл петролейного эфира.

Сухие молочные продукты. 3 г продукта (2 г сухих сливок) отвешивают в стаканчик, приливают 15 мл дистиллированной воды с температурой 40—45 °С, размешивают и переносят в делительную воронку вместимостью 250—300 мл, приливают по 5 мл 5 %-ного раствора оксалата калия и насыщенного раствора поваренной соли. Содержимое воронки

перемешивают, добавляют 80 мл ацетона и встряхивают 3—5 мин, приливают 100 мл хлороформа и встряхивают 5 мин. Оставляют до полного разделения фаз (3—5 мин). Нижнюю фазу сливают в колбу, растворители отгоняют, остаток смывают 30 мл *н*-гексана.

Масло, молочный жир. 2 г продукта отвешивают в стаканчик, подогревают до 40 °С и растворяют в 30 мл *н*-гексана.

30—40 %-ные сливки, сметана. 5 г продукта энергично встряхивают с 10 мл насыщенного раствора поваренной соли и 40 мл ацетона. Приливают 70 мл хлороформа. Смесь встряхивают и оставляют до разделения фаз. Далее, как описано для молока.

Творог, сыр. 10 г творога или измельченного на терке сыра растирают с 10 мл насыщенного раствора поваренной соли и переносят в делительную воронку на 250 мл. Прибавляют 80 мл ацетона, встряхивают 2 мин, добавляют 100 мл хлороформа и вновь встряхивают. Смесь оставляют до разделения фаз, нижнюю фазу используют для анализа.

Очистка экстрактов от молочного жира. В нижнюю часть хроматографической колонки помещают стекловату, затем насыпают в нее 70 мл силикагеля АСК и уплотняют его постукиванием. Колонку промывают 50 мл гексана (прошедший сквозь колонку растворитель отбрасывают). На колонку наносят 30 мл полученного из молока или молочных продуктов экстракта. После впитывания экстракта в сорбент пестициды элюируют 110 мл смеси бензола с гексаном (3 : 8) порциями по 25—30 мл. Элюат собирают в круглодонную колбу вместимостью 250—300 мл со шлифом. Через 10 мин после впитывания последней порции растворителя необходимо отжать сорбент с помощью резиновой груши.

После очистки растворитель отгоняют на ротационном испарителе ИР-1 или с капилляром под вакуумом.

Определение. После отгонки растворителей остаток смывают 5—10 мл гексана и аликвоту вводят в хроматограф. Для анализов желательно использовать стеклянные колонки, потому что в колонках из другого материала возможно разрушение ДДТ. Рабочие параметры: температура колонки 170—200 °С, температура блока ввода пробы 180—210 °С, температура детектора 165—195 °С, Скорость газа – носителя 50—100 мл/мин.

Выход компонентов смеси осуществляется в следующем порядке: линдан, ТХМ-3, ДДЭ, ДДД, ДДТ. Следует так подобрать рабочие параметры, чтобы продолжительность анализа на хроматографе не превышала 30 мин. Качественный анализ проводится путем сравнения време-

ни удерживания полученных пиков со временем удерживания пиков стандартной смеси.

Для проведения количественного анализа необходимо построить калибровочный график по каждому пестициду. Для этого в хроматограф вводят 1 мкл, 2 мкл, 3 мкл и т. д. стандартной смеси. Затем строят график зависимости высот или площадей пиков от количества введенного в хроматограф пестицида. Точность калибровки проверяют не реже 2—3 раз в день, вводя стандартную смесь.

Измерив площадь или высоту пика определяемого вещества, находят по графику количество пестицида. Далее определяют количество пестицида в 1 кг исследуемого продукта по формуле:

$$X = \frac{A \cdot 5}{V_1 \cdot V_2}, \text{ где}$$

X – количество препарата, мг/кг;

V_1 – объем пробы, введенной в хроматограф, мл;

V_2 – объем анализируемой пробы продукта, мл;

A – количество пестицида в пробе, мкг.

Если смыв проведен 10 мл гексана, дробь умножают на 10 (таблица).

Таблица

Полнота определения пестицидов в различных молочных продуктах, %

Пестицид	Молоко			Сливки	Творог	Масло
	натуральное	сухое	сгущенное			
Линдан	89	88	88	99	92	90
ТХМ-3	80	80	95	96	90	84
ДДЭ	97	94	93	97	92	99
ДДД	95	84	82	96	92	95
ДДТ	99	98	94	100	95	92

gost.e-ecolog.ru