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

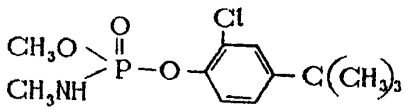
© Роспотребнадзор, 2009
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009

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 амидофоса в молоке и мясе тонкослойной хроматографией

Амидофос – 0-метил-0(2-хлор-4-трет-бутилфенил)-метиламидо-фосфат. Синонимы: руэлен, монтрел, Дауко 152, Дау М-I261.



Амидофос

Химически чистый амидофос – белое кристаллическое вещество с температурой плавления 62 °С. Относительная молекулярная масса 291,5. Технический продукт – маслянистая, нерастворимая в воде жидкость, хорошо растворяющаяся в большинстве полярных растворителей. Температура кипения амидофоса 117—118 °С при 0,01 мм рт. ст.

Принцип метода. Метод* основан на экстракции амидофоса из проб, хроматографическом разделении в тонком слое окиси алюминия или силикагеля, гидролизе препарата щелочью и проявлении диазотированным паранитроанилином. При проявлении хроматограммы амидофос обнаруживается в виде розовых пятен с R_f равным 0,56—0,60. Для количественного определения амидофоса сравнивают интенсивность окраски и размеры пятен со стандартной шкалой. Чувствительность метода 5 мкг в пробе.

Реактивы и растворы

Ацетон хч
Петролейный эфир ($t_{кип}$ 40—70 °С) хч
Хлороформ хч
Бутанол хч
Соляная кислота хч
Едкий натр хч
Паранитроанилин, перекристаллизованный из горячен воды.
Амидофос хч
Окись алюминия для хроматографии II степени активности.

---

* А. А. Непоклонов, В. К. Метелица (ВНИИВС).

Силикагель КСК.

Гипс чистый медицинский.

I реактив. 1,5 н. раствор едкого натра или едкого кали в смеси метилового и *н*-бутилового спиртов, взятых в соотношении 1 : 1.

II реактив, а) 0,1 %-ный раствор паранитроанилина в 0,1 н. растворе соляной кислоты; б) 4 %-ный раствор нитрита натрия. Растворы «а» и «б» перед использованием смешивают в соотношении 10 : 1. I реактив, а также растворы «а» и «б» готовят заранее и хранят в холодильнике при +4 °С.

Приборы и посуда

Хроматографическая камера (герметично закрывающийся стеклянный сосуд).

Микроизмельчитель тканей РТ-2.

Центрифуга (8 тыс. об/мин).

Стеклянный или металлический валик с ограничительными кольцами для нанесения слоя окиси алюминия с гипсом толщиной 0,2 мм. Станок для нанесения сорбента на пластинки.

Фарфоровая ступка и пестик.

Сита 100 и 150 меш.

Стеклянные пластинки 13 × 18 см или другого размера.

Бюксы на 100 мл.

Колбы на 150 и 500 мл.

Делительные воронки на 100—200 мл.

Микропипетки.

Воронки конические.

Пульверизаторы.

Приготовление пластинок

Для приготовления пластинок 90 г окиси алюминия II степени активности тщательно смешивают с 10 г гипса и просеивают через сито 150 меш. На матовую поверхность пластинки насыпают сорбент и разравнивают валиком, чтобы получился слой толщиной 0,2 мм. Для закрепления нанесенного слоя пластинки выдерживают 1 мин над водяным паром. Затем пластинки опрыскивают из пульверизатора дистиллированной водой до полного насыщения сорбента, что отчетливо видно по образованию глянца. Пластинки сушат 20 ч в горизонтальном положении при комнатной температуре (20—22 °С).

Для приготовления хроматографических пластинок со слоем силикагеля и гипса 60 г просеянного через сито 100 меш силикагеля смешивают с 3,5 г гипса. В смесь наливают 180 мл дистиллированной воды и тщательно перемешивают. Две чайных ложки гомогенной массы распределяют по поверхности пластинки ровным слоем. Пластинки сушат в горизонтальном положении при комнатной температуре 24 ч.

Ход анализа. *Мясо.* Пробу массой 20 г заливают 10 мл дистиллированной воды и гомогенизируют в микроизмельчителе 1—2 мин при 1000 об/мин. Гомогенат заливают 20 мл ацетона, оставляют на час при комнатной температуре и центрифугируют 20 мин при 8 тыс. об/мин. Водно-ацетоновый слой отфильтровывают через смоченный хлороформом бумажный фильтр в делительную воронку, добавляют 3 мл насыщенного раствора хлористого натрия, перемешивают, приливают 50 мл хлороформа и снова перемешивают легким покачиванием воронки. После расслоения нижний ацетоно-хлороформный слой сливают и фильтруют через бумажный фильтр в круглодонную колбу или химический стакан вместимостью 150 мл. Затем в делительную воронку вносят еще 50 мл хлороформа и снова сливают и фильтруют нижний ацетоно-хлороформный слой. Слитые нижние слои объединяют. В экстракт вносят 10 г безводного сульфата натрия, перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр в химический стакан. Экстракт выпаривают досуха на водяной бане или в ротационном испарителе.

Молоко. К пробе (20 мл) добавляют 20 мл ацетона. Дальнейший ход экстракции такой же, как и для мяса. После выпаривания экстракта в сосуд наливают 0,5 мл ацетона, ополаскивают сосуд и наносят ацетон на хроматографическую пластинку на расстоянии 2 см от нижнего края. Эту процедуру повторяют 3—4 раза, причем каждый раз ацетон с растворенным в нем остатком препарата наносят в одну точку на хроматографической пластинке.

Пластинки помещают для разгонки в хроматографическую камеру с системой ацетон — петролейный эфир или ацетон — *н*-гексан (1 : 1), предварительно выдержанную в закрытом состоянии с растворителями 60 мин.

После подъема фронта растворителей на высоту 10 см от линии старта пластинку вынимают из камеры и подсушивают 10—15 мин на воздухе.

Для проявления хроматограммы пластинку опрыскивают из пульверизатора I реактивом до слабого насыщения, подсушивают 10—15 мин на воздухе, подогревают над плиткой или газовой горелкой и

через 10—15 мин опрыскивают II реактивом. При наличии амидофоса в пробах на хроматограмме проявляются пятна розового цвета с R_f от 0,56 до 0,60.

Количественное определение амидофоса в исследуемом материале проводят путем сравнения интенсивности окраски и размеров пятен со шкалой стандартов. Для приготовления стандартной шкалы растворы амидофоса в ацетоне 1 : 20 000, 1 : 10 000 и 1 : 5000, соответствующие 5, 10 и 20 мкг препарата в 0,1 мл раствора, наносят на хроматографическую пластинку, разгоняют и проявляют. Размеры пятен измеряют или сравнивают визуально.

Расчет. При вычислении количества амидофоса учитывают, что из молока и мяса экстрагируется 50 % препарата. Расчет проводят по формуле:

$$X = \frac{2A \cdot 1000}{P}, \text{ где}$$

X – количество препарата в 1 кг исследуемого продукта, мг/кг;

2 – коэффициент экстракции;

A – количество препарата, выделенное из пробы, мкг;

P – масса пробы, г.

gost.e-ecolog.ru