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

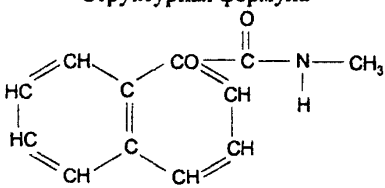
Определение амидофоса в молоке и мясе тонкослойной хроматографией 4
Определение ДДТ, ДДЭ, ДДД, линдана и ТХМ-3 в молоке и молочных продуктах газожидкостной хроматографией 8
Определение ДДВФ в молоке и воде газохроматографическим и колориметрическим методами 12
Определение диазинона и дурсбана в молоке 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 остаточных количеств севина в молоке и молочных продуктах методом газожидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов

Характеристика препарата

Севин – (N-метил-I-нафтилкарбамат) является инсектоакарицидом широкого спектра действия. Он применяется в растениеводстве для борьбы с вредителями и болезнями корнеплодов, бобовых, бахчевых культур, кормовых трав, фруктовых плодов, хлопчатника. В ветеринарии он используется против эктопаразитов крупного рогатого скота и птиц.

Структурная формула



Мол. вес.201,23

Синонимы: карбамат, карбарил, препарат 7744, кариолин, арилат, пан-Трил, севколь, денапон, севинокс.

В чистом виде севин представляет собой белое кристаллическое вещество, почти без запаха, с температурой плавления 142 °С, хорошо растворим в полярных и плохо растворим в обычных растворителях. В воде растворяется менее 0,1 %. При комнатной температуре севин устойчив к действию света и кислорода воздуха. В щелочной среде быстро гидрализуется. В сельском хозяйстве севин используется в виде смешивающихся порошков с содержанием 50 и 95 % действующего начала и в виде 7,5 % дустов.

Принцип метода*

Метод основан на определении севина в молоке и молочных продуктах путем гидролиза очищенного от примесей экстракта с последующим бромированием 1-нафтола, образовавшегося при наличии севина в пробе и газохроматографического определения с детектором по захвату электронов этого бромпроизводного. Чувствительность метода составляет 0,02 мг/кг. Процент определения 75—95 %.

Реактивы и растворы

Н-гексан, хч, перегнанный
Ацетон, хч, перегнанный
Хлороформ, хч, перегнанный
Бензол, хч, перегнанный
Диметилформамид – вода (3 : 1)
Натрий серно-кислый, хчда, безводный
Натрий хлористый, хч, насыщенный раствор
Калия оксалат, хч, 5 % водный раствор
Кислота уксусная, хч, ледяная
Кислота серная, хч, концентрированная
Йод кристаллический
Бром жидкий, 5 % раствор в уксусной кислоте, насыщенной кристаллами йода.

Стандартные растворы с содержанием севина по 25 мкл/мл и 5 мкг/мл в ацетоне.

Приборы и посуда

Микрошприц на 5 мкл
Стекловата
Колбы мерные на 100 мл
Колбы круглодонные со шлифом емкостью 100 и 250—300 мл
Цилиндры мерные на 100 и 50 мл
Воронки делительные на 350—400 мл
Воронки химические
Пробирки термостойкие со шлифами на 10—15 мл

---

* Разработано Всесоюзным научно-исследовательским институтом молочной промышленности и Всесоюзным ордена Ленина институтом экспериментальной ветеринарии (Ж. И. Маневич, В. В. Молочников, Н. И. Жаворонков).

Утверждено 23 января 1975 г., № 1219–75.

Держатель для пробирок
Пипетки на – 1 мл, 2 и 5 мл
Баня масляная с контактным термометром на 140 °С
Ротационный испаритель
Хроматографическая колонка длиной 1,5 м, диаметром 3 мм
Газожидкостной хроматограф с детектором по захвату электронов.

Описание определения

Экстракция. Молоко и цельномолочные продукты, сыворотка, пахта

25 мл продукта помещают в делительную воронку на 250—300 мл, приливают 5 мл оксалата калия и 5 мл насыщенного раствора натрия хлористого, перемешивают, приливают 100 мл ацетона, энергично встряхивают в течение 1—2 минут, затем добавляют 100 мл хлороформа и вновь встряхивают 2—3 минуты. Оставляют воронку в покое до полного разделения фаз (5 минут), нижний слой сливают в круглодонную колбу на 250 мл и выпаривают досуха на ротационном испарителе при температуре водяной бани 45—50 °С. К сухому остатку приливают 5 мл раствора диметилформамида в воде (3 : 1) и охлаждают под струёй холодной воды.

30—50 % сливки

5 г продукта отвешивают в стаканчик, приливают 10 мл насыщенного раствора хлористого натрия, переносят содержимое стаканчика в делительную воронку емкостью 250—300 мл, приливают 40 мл ацетона, обмывая им стаканчик и встряхивают делительную воронку 1—2 минуты. Затем добавляют 70 мл хлороформа и вновь встряхивают 2—3 минуты. Оставляют воронку до полного разделения фаз. Нижний слой сливают в круглодонную колбу емкостью 250 мл и выпаривают досуха на ротационном испарителе. Сухой остаток смывают 5 мл раствора диметилформамида в воде (3 : 1), охлаждают и очищают от жира.

Творог

10 г творога отвешивают в фарфоровую чашку, растирают с 10 мл насыщенного раствора хлористого натрия, переносят в делительную воронку емкостью 250—300 мл, приливают 80 мл ацетона, встряхивают 1—2 минуты, добавляют 100 мл хлороформа и встряхивают 1—2 минуты. Оставляют воронку в покое до полного разделения фаз. Нижний слой сливают в круглодонную колбу и выпаривают досуха на рота-

ционном испарителе. Сухой остаток смывают 5 мл раствора диметилформамида в воде (3 : 1) и охлаждают.

Масло

2 г масла растапливают в стаканчике при 40—45 °С, приливают 5 мл раствора диметилформамида в воде (3 : 1), охлаждают и очищают от молочного жира.

Очистка экстрактов от молочного жира

Охлажденные экстракты пестицидов из молока и молочных продуктов фильтруют через 5—7 г безводного сульфата натрия в делительную воронку на 250—300 мл. Промывают колбу и сульфат натрия 15 мл того же раствора диметилформамида порциями по 5 мл, приливают 60 мл дистиллированной воды, 5 мл насыщенного раствора хлористого натрия и 80 мл бензола. Встряхивают 1—2 минуты. Нижний слой отбрасывают, а верхний бензольный слой дважды промывают дистиллированной водой по 50 мл. Затем бензольную фракцию высушивают, фильтруя через бензольный сульфат натрия в круглодонную колбу со шлифом емкостью 100 мл. Делительную воронку и сульфат натрия промывают 20 мл бензола порциями по 10 мл. Бензол выпаривают на ротационном испарителе досуха и бромируют.

Бромирование экстрактов пестицида

К сухому остатку приливают 2 мл ледяной уксусной кислоты, 10 капель концентрированной серной кислоты и оставляют стоять 5 минут. Затем приливают 0,2 мл уксусной кислоты, насыщенной кристаллами йода и содержащей 5 % жидкого брома (по объему). К колбе с содержимым присоединяют обратный холодильник и нагревают 10 минут при 120—130 °С, промывают холодильник 5 мл дистиллированной воды, охлаждают содержимое колбы и вносят 2 мл гексана. Встряхивают 1 минуту, сливают содержимое в пробирку и 1 мл верхнего слоя переносят в пробирку с притертой пробкой. Выпаривают гексан до тех пор, пока весь йод не будет устранен (1—2 впариваний бывает достаточно). Остаток растворяют в 2 мл гексана и 2,5—5,0 мкл этого раствора вводят в хроматограф.

Условия хроматографирования

Хроматограф ЛХМ-8МД "П", снабженный детектором по захвату электронов. Источник радиоактивности –Ni^{63}, скорость протяжки ленты 0,6 см/мин.

Напряжение питания ДЭЗ – 5в

Рабочая шкала электрометра № I($3 \cdot 5 \cdot 10^{-11}$)

Длина стеклянной колонки 1,5 м, внутренний диаметр 3 мм, колонка заполнена хромосорбом W (100—120 меш), промытым кислотой, силанизированным и содержащим 5 % ПМФС–4. Перед работой колонка продувается при 230 °С в течении 5—7 часов при скорости газа – азота 40 мл/мин.

Температура колонки	– 210 °С
Температура испарителя	– 250 °С
Температура детектора	– 240 °С
Скорость газа-носителя	– 80 мл/мин
Время удерживания производного севина	– 6,5 мин

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартами по высоте пиков и вычисляют по формуле:

$$C\ севина = \frac{Нм \cdot Сст}{Нст \cdot A}\ мг/кг\ ,\ где$$

$H_м$ – высота пиков анализируемых проб, в мм;

$H_{ст}$ – высота пика стандарта, в мм;

Объем гексанового раствора, из которого отбирали аликвоту для ввода в хроматограф, (2мл);

Объем аликвоты в мкл, (5 мкл);

A – навеска анализируемого вещества в 1 л продукта

$C_{ст}$ – концентрация стандарта, в нг.

Линейность детектирования соблюдается в пределах от 0,6 нг до 5 нг. Нижний предел определения для молока 0,6 нг севина в 5 мкл.

gost.e-ecolog.ru