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 9

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 9

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.—72 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 14.05.09

Формат 60x88/16 Печ. л. 4,5

Тираж 200 экз. Заказ 36

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

Энзиматическое агар-диффузное определение фосфорорганических инсектицидов в продуктах животного происхождения 4

Определение полихлорпинена и полихлоркамфена в воздухе, воде, почве, картофеле и свекле, мясе, молоке, тканях внутренних органов животных, крови, моче тонкослойной хроматографией 8

Определение севина в молоке и молочных продуктах газожидкостной хроматографией 17

Определение фосфамида в молоке и тканях животных газожидкостной хроматографией 20

Определение фталофоса в молоке и мясе тонкослойной хроматографией 22

Методические указания по определению метилнитрофоса в мясе, яйцах, молоке методом газожидкостной хроматографии 25

Методические указания по определению абата (дифоса) в мясе и молоке методом хроматографии в тонком слое 27

Методические указания по определению кельтана в молоке газохроматографическим методом 30

Методические указания по определению фоксима (валексона) в молоке и тканях животных методом газожидкостной хроматографии 32

Газоадсорбционный метод определения хлорофоса в молоке, органах и тканях животных и яйцах кур 34

Определение фозалона в молоке и тканях животных, траве, свекле, картофеле и комбикорме с помощью тонкослойной хроматографии 37

Определение пропоксура и фенеткарба в молоке и мясе методом тонкослойной хроматографии 41

Газохроматографический метод определения валексона в молоке, органах и тканях животных 45

Хроматографические методы определения остаточных количеств 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты (2,4-Д) в воде, почве, фураже, продуктах питания растительного и животного происхождения 48

Методические указания по определению оксамата в молоке и тканях животных методом газожидкостной хроматографии 59

Методические указания по определению содержания общей ртути в мясе, мясопродуктах, яйцах, рыбе, молочных продуктах, шоколаде, почве колориметрическим способом или при помощи тонкослойной хроматографии 62

Утверждаю
Заместитель Главного
государственного санитарного
врача СССР
А. И. Заиченко
12.10.1977 № 1759—77

Методические указания по определению оксамата в молоке и тканях животных методом газожидкостной хроматографии*

Краткая характеристика препарата. Репеллент оксамат (N,N-диэтил-C_6C_8-алкилосамат) представляет собой смесь алифатических эфиров N,N-диэтилоксаминовой кислоты. Эмпирическая формула препарата $C_6H_{10}O_3NR$, где R – алкил C_6H_8. Молекулярная масса (считая на гептиловый эфир) 243,3. Технический оксамат – маслянистая жидкость от светло-желтого до желтого цвета со слабым специфическим запахом, плотностью 0,95—0,96 г/см^3. Т. кип. 310—360 °С при 760 мм рт. ст., показатель преломления 1,4495—1,4530, pH 4,8. Оксамат хорошо растворяется в спирте, ацетоне, хлороформе, ксилоле, бензоле и других органических растворителях, в воде практически нерастворим (0,4 % при 20 °С). Препарат устойчив в кислой и нейтральной средах. При нагревании в кислых растворах он гидролизуется на 25 %, при нагревании в растворах щелочей происходит гидролиз до щавелевой кислоты, соответствующих жирных спиртов и диэтиламина. Выпускается в виде 60 %-ного эмульгирующегося концентрата и применяется для защиты животных от гнуса.

Методика определения оксамата в молоке и тканях животных методом газо-жидкостной хроматографии. Основные положения. *Принцип метода.* Метод основан на газохроматографическом определении оксамата хроматографом с термоионным детектором после экстракции смесью гексана и ацетона.

Метрологическая характеристика метода. Степень определения в молоке — 80 %, в мясе – 66—70 %. Нижний предел определения 0,25 мг/кг.

---

* Методические указания разработаны А. А. Непоклоновым и Г. Г. Брюшниной (ВНИИВС).

Реактивы и растворы. Ацетон чда, хч. Гексан для хроматографии хч, чда. Натрий серно-кислый безводный, чда. Стандартные растворы оксамата в гексанс следующих концентраций: 5, 10, 15, 20, 25, 50, 75 и 100 мкг/мл. Носитель – хроматон-N-AW, силанизированный DMCS. Жидкая фаза – 15 % Апьезон L. Стекловата.

Приборы, аппаратура, посуда. Газовый хроматограф «Цвет-5» или аналогичный прибор с термоионным детектором. Колонки стеклянные длиной 1 м, внутренним диаметром 3 мм. Микрошприцы на 10 мкл. Делительные воронки на 250 мл. Цилиндры мерные на 50 мл. Бюксы на 100 мл. Склянки с притертыми пробками. Воронки диаметром 6—7 см. Конусообразные склянки для концентрирования экстрактов. Баня водяная. Гомогенизатор. Бумажные фильтры. Азот баллонный. Водород баллонный или из системы газоснабжения. Воздух баллонный или из компрессора.

Подготовка к определению связана с подготовкой прибора. Чистую сухую стеклянную колонку длиной 100 см и внутренним диаметром 0,3 см заполняют неподвижной фазой. Заполнение проводят небольшими порциями при легком постукивании вакуумным шлангом по колонке. Концы колонки закрывают стекловатой. Колонку устанавливают в термостат хроматографа, не подсоединяя конец к детектору, и продувают ее газом-носителем при температуре 280 °С в течение 5 ч. После этого присоединяют колонку к детектору.

Ход анализа. *Экстракция и очистка экстракта.* Пробу молока 20 мл или 20 г измельченной на гомогенизаторе ткани животного помещают в бюкс, заливают 40 мл ацетона, размешивают стеклянной палочкой и ставят в холодильник на 1 ч. Затем бюкс переносят в морозильную камеру холодильника на 30 мин. После охлаждения экстракт отфильтровывают через бумажный фильтр в делительную воронку. Далее туда добавляют 40 мл дистиллированной воды, воронку встряхивают и добавляют 10 мл гексана, встряхивают в течение 1—2 мин. После разделения жидкостей верхний гексановый слой пропускают через безводный серно-кислый натрий в склянки для концентрирования, где его упаривают на водяной бане до объема 1 мл, и аликвотную часть вводят в хроматограф (перед вводом в испаритель гексановый раствор необходимо встряхнуть).

Хроматографирование. В хроматограф вводят 1—2 мкл раствора. Условия хроматографирования следующие. Температура термостата колонки 240 °С, термостата испарителя 260 °С. Скорость протяжки диаграммной ленты 1 см/мин. Скорость потока газов, мл/мин: азота – 24,

водорода – 14, воздуха – 400. Чувствительность электрометра $1{,}0 \cdot 10^{-10}$ А. Время удерживания препарата: 1-й пик – 1 мин 38 с; 2-й пик – 2 мин; 3-й пик – 2 мин 50 с; 4-й (основной) пик — 4 мин.

Обработка результатов анализа. Количественное определение проводят методом сопоставления со стандартом по высоте пиков. Содержание оксамата в пробе (X, мг/л или мг/кг) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(H_1 + H_2 + H_3 + H_4)\, C_{ст} V}{(h_1 + h_2 + h_3 + h_4)\, V_1 P}, \text{ где}$$

$H_1 + H_2 + H_3 + H_4$ – сумма высот пиков анализируемой пробы, мм;

$h_1 + h_2 + h_3 + h_4$ – сумма высот пиков стандарта, мм;

$C_{ст}$ – содержание оксамата в стандарте, нг;

V – объем раствора, из которого отбирают аликвоту для ввода в хроматограф, мл;

V_1 – объем раствора, который вводят в хроматограф, мкл;

P – масса или объем анализируемой пробы, г или мл.

gost.e-ecolog.ru