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

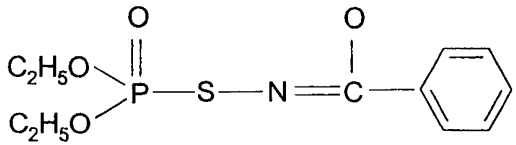
Методические указания по определению содержания общей ртути в мясе, мясопродуктах, яйцах, рыбе, молочных продуктах, шоколаде, почве колориметрическим способом или при помощи тонкослойной хроматографии 62

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

Валексон – фосфорорганический инсектицид, применяется против грызущих насекомых.

Действующее начало препарата – О,О-Диэтил-тиофосфорил – α – оксимино-фенилнитрил уксусная кислота.

Имеет следующую структурную формулу:



В чистом виде – прозрачная жидкость соломенно-желтого цвета. Молекулярный вес 298,31, температура кипения 102° при 0,01 мм рт. ст., плотность $Д^{20} = 1,176$. В воде практически нерастворим, хорошо растворим в этиловом спирте, ацетоне, ароматических углеводородах и петролейном эфире.

$ЛД_{50}$ о валексона при внутреннем введении, для белых крыс – 1880—2060 мг/кг, для белых мышей – 1840—2200 мг/кг, для кроликов – 250—375 мг/кг.

Допустимые остаточные количества в молоке, органах и тканях животных, рыбе и предельно допустимая концентрация в воде рыбохозяйственных водоемов не установлены.

Принцип метода

Метод основан на извлечении валексона из исследуемого материала ацетоном, переэкстракции из водно-ацетонового слоя гексаном, упаривании и переведении остатка в ацетон с последующим определением на хроматографе с термоионным детектором.

Реактивы и растворы

1. Ацетон хч.
2. Н-гексан хч.
3. Сульфат натрия безводный.
4. Стандартный раствор валексона в ацетоне (1 нг/мкл).

---

* Метод разработан во Всесоюзном научно-исследовательском институте ветеринарной санитарии. Авторы: кандидат ветеринарных наук В. В. Лещёв и аспирант Б. А. Королёв. Утверждено 22 сентября 1975 г., № 1350-75.

Приборы и посуда

1. Газовый хроматограф марки «Цвет-5» или аналогичный прибор, снабженный термоионным детектором.

2. Хроматографическая стеклянная колонка, длиной 350 мм, диаметром 3 мм, заполненная хроматоном N – AW отмытым серной кислотой (120—150 меш), пропитанным 3 % SE – 30.

3. Микрошприц на 10 мкл.

4. Склянки с притертой пробкой, на 100 мл,

5. Цилиндры на 50 и 100 мл.

6. Пипетки на 10 мл.

7. Делительные воронки на 250 мл,

8. Пробирки с притертой пробкой, градуированные.

9. Фарфоровые чашки.

10. Марля.

11. Фильтры обеззоленные.

Экстракция валексона из молока, органов и тканей и очистка экстрактов

10 мл молока или 10 г измельченной ткани животного помещают в склянку с притертой пробкой, заливают 30 мл ацетона, размешивают стеклянной палочкой и помещают в холодильник на 1 час, через каждые 15 минут склянку встряхивают. Затем сливают через тройной слой марли в делительную воронку. Склянку ополаскивают 10 мл ацетона, смыв сливают в эту же делительную воронку. После чего в делительную воронку с экстрактом наливают 40 мл дистиллированной воды, воронку встряхивают, добавляют в нее 40 мл н-гексана, еще раз встряхивают в течение 2 минут, затем ставят в штатив. После разделения верхний гексановый слой декантируют в фарфоровую чашку, добавляют 0,5 г сульфата натрия безводного и упаривают в токе воздуха досуха. Чашку ополаскивают 5 мл ацетона, который сливают в градуированную пробирку с притертой пробкой, доводят объем до 5 мл, добавляют 0,5 г сульфата натрия и исследуют на газовом хроматографе «Цвет-5» или другом приборе с термоионным детектором.

Условия хроматографирования

Хроматограф «Цвет-5», детектор термоионный. Рабочая шкала электрометра $2{,}5 \times 10^{-10}$А. Скорость протяжки ленты самописца 10 мм/мин. Длина колонки стеклянной 350 мм, внутренний диаметр 3 мм. Колонка заполнена SE – 30(3 %) на хроматоне N-AW, отмытым

серной кислотой (120—150 меш). Температура колонки 160°, температура испарителя 160—165°. Скорость газа-носителя азота 22 мл/мин, водорода – 14 мл/мин, воздуха – 400 мл/мин. Объем пробы, вводимой в испаритель 5 мкл. Линейность детектирования соблюдается в пределах от 0,1 нг до 2 нг. Минимальное детектируемое количество 0,1 нг. Время удерживания 2,1 мин.

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом по высоте пиков. Процент обнаружения валексона в молоке 82 ± 5 %, органах и тканях животных 80 ± 6 %. Чувствительность метода 0,01 мг/кг веса.

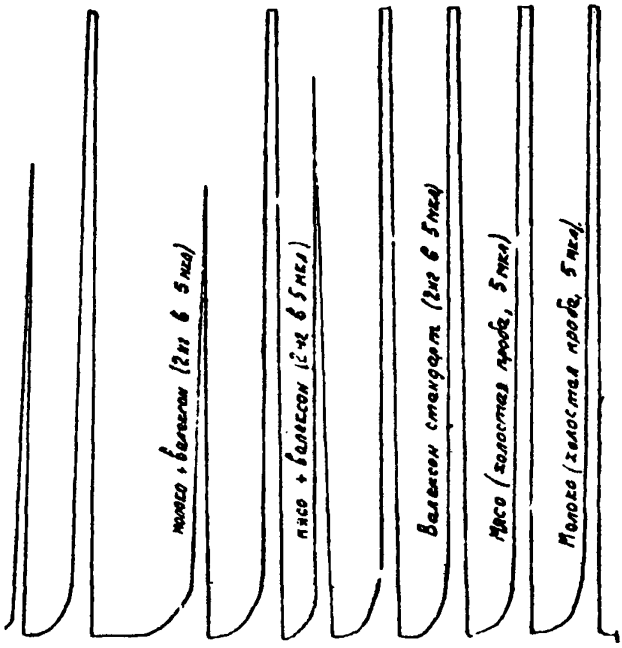


Рис. Хроматограмма экстрактов мяса, молока из образцов с добавками 2 нг валексона

gost.e-ecolog.ru