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

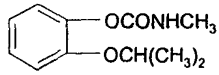
Методические указания по определению оксамата в молоке и тканях животных методом газожидкостной хроматографии 59

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

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

Характеристика препаратов

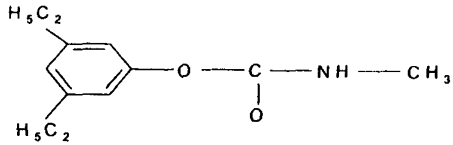
Пропоксур (байгон, больфо, блаттанекс, Байер 39007) – 2 –изопропоксилфенил-N- метил – карбамат.



Химически чистый пропоксур – белое кристаллическое вещество со слабым запахом, температурой плавления 91,5 °С, давлением пара 120 °С $1 \cdot 10^{-2}$ мм рт. ст., хорошо растворяющееся в органических растворителях и слабо в воде – около 1 %.

Пропоксур применяется для борьбы с насекомыми и клещами – эктопаразитами животных, с вредителями растений, запасов и бытовыми насекомыми. Выпускается в виде 96,1 % технического продукта, 20 %-ного эмульгирующегося концентрата, 50 %-ного смачивающегося порошка, 1 %-ного дуста и некоторых других форм.

Фенеткарб (БАС – 235001, БАС – 235041, БАС – 235051) – 3,5 – диэтил – фенил – N метил – карбамат.



Фенеткарб – белое кристаллическое вещество без запаха, с температурой плавления 97 °С, хорошо растворяющееся в ацетоне, хлороформе, бензоле, эфире и этаноле, и слабо (0,01 %) – в воде.

Фенеткарб применяется для борьбы с комарами, мухами, куриными и иксодовыми клещами. Выпускается в виде 20 %-ного эмульгирующегося концентрата, 60 %-ного смачивающегося порошка и 30 %-ного раствора для ультрамалообъемного опрыскивания.

---

* Разработан И. А. Антоновой. Московская ордена Трудового Красного Знамени ветеринарная академия им. К. И. Скрябина.
Утвержден – 20 декабря, № 1565—76.

Принцип метода

Метод основан на экстрагировании пропоксура и фенеткарба из исследуемых проб ацетоном и активированным углем, хроматографическом разделении и на пластинах Силуфол в системе бензол-метилэтилкетон, гидролизе препаратов щелочью и проявлении диазотированным паранитроанилином. При этом пропоксур проявляется в виде малинового пятна с Rf 0,46—0,50, а фенеткарб – в виде сиреневого пятна с Rf 0,56—0,60. Количественное определение пропоксура и фенеткарба проводят путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятен со шкалой стандартов. Процент экстракции пропоксура и фенеткарба из молока – 100 %, из органов и тканей животных – 90 %, чувствительность метода – 0,01 мг/кг.

Реактивы и растворы

Азотно-кислый натрий хч или чда.
Ацетон ОСЧ
Ацетон, 80 %-ный водный раствор
Активированный уголь МРТУ 6-09-1049-64
Бензол хч
Метилэтилкетон хч
Метиловый спирт 96 %, ректификат
Н – Бутиловый спирт хч
Едкий калий хч
Соляная кислота, 0,1 и раствор
Паранитроанилин перекристаллизованный из горячей воды
Пропоксур 96,1 %-ный
Фенеткарб 95 %-ный

Приборы и оборудование

Хроматографическая камера
Гомогенезатор для измельчения тканей
Центрифуга на 5—6 тыс. об/мин.
Ротационный испаритель
Бюксы на 50 мл
Микропипетки или микрошприцы на 0,1 мл
Пульверизаторы
Пластинки силуфола
Фен
Вентилятор настольный

Воронки стеклянные
Мерные колбы для приготовления стандартных растворов пропоксура и фенеткарба.

Приготовление реактивов

Реактив № 1 1,5 н КОН в смеси бутилового и метилового спиртов, взятых 1 : 1 (8,4 г КОН растворяют в 100 мл смеси 1 : 1 бутилового и метилового спиртов).

Реактив № 2 а) 0,1 %-ный раствор паранитроанилина в 0,1 н растворе соляной кислоты.

б) 4 %-ный раствор нитрата натрия.

Растворы а) и б) перед употреблением смешивают в соотношении 10 : 1. Готовят реактив № 1, растворы а) и б) впрок и хранят в холодильнике при + 4 °С.

Подвижная фаза для разгонки – бензол – метилэтилкетон 3 : 1. Стандартные 0,001 %-ные ацетоновые растворы пропоксура и фенеткарба (1 мкг в 0,1 мл).

Ход анализа

Экстракция. 20 г исследуемой ткани гомогенизируют, заливают 15 мл 80 %-ного водного раствора ацетона, перемешивают и ставят на 1 час в морозильную камеру холодильника. Экстракт отфильтровывают через бумажный обеззоленный фильтр в стеклянный бюкс, добавляют в гомогенат еще 5 мл 80 %-ного водного раствора ацетона и фильтруют его в тот же бюкс. К фильтрату добавляют 20 мл дистиллированной воды и выпаривают ацетон в ротационном испарителе или в вытяжном шкафу под струей воздуха. Затем переносят экстракт в центрифужную пробирку, добавляют 0,5 г мелко измельченного активированного угля, перемешивают стеклянной палочкой, центрифугируют при 5 тыс. оборотах в течение 15 минут и сливают жидкую часть. К осадку приливают 10 мл ацетона, добавляют 0,1 г безводного серно-кислого натрия для удаления остатков воды и перемешивают. После оседания угля ацетон сливают в чистый бюкс и выпаривают в ротационном испарителе или вытяжном шкафу под током воздуха.

Для экстракции пропоксура и фенеткарба из молока, к 20 мл пробы добавляют 0,5 г мелко измельченного угля, перемешивают в течение 2—3 минут и центрифугируют 15 минут при 5—6 тыс. оборотах. После этого сливают молоко и удаляют ватой остаток жировой пленки со стенок пробирки, к осадку добавляют 0,1 г безводного серно-кислого на-

трия, 10 мл ацетона и перемешивают стеклянной палочкой. Затем дают углю осесть, сливают надосадочную жидкость в чистый бюкс и выпаривают в ротационном испарителе или в вытяжном шкафу под током воздуха. Сухой остаток растворяют 0,2 мл ацетона и наносят из микрошприца или микропипетки на хроматографическую пластинку по общепринятым правилам тонкослойной хроматографии. Смывание сухого остатка ацетоном проводят 2—3 раза и каждый раз наносят его в одну точку на хроматографическую пластинку. Диаметр нанесенных пятен не должен превышать 2 мм.

Затем пластинку с нанесенными пробами помещают в хроматографическую камеру системой бензол – метилэтилкетон 3 : 1, выдержанную в закрытом состоянии в течение 1—2 часов.

Как только фронт растворителей поднимется на высоту 10—12 см от линии старта, пластинку вынимают из камеры и подсушивают на воздухе в течение 10—12 минут.

Чтобы проявить хроматограмму, пластинку опрыскивают из пульверизатора реактивом № 1, через 10—20 минут пластинку подогревают над пламенем горелки или над электроплиткой, дают остыть и опрыскивают реактивом № 2.

Если в исследуемых пробах имелся пропоксур, на хроматограмме проявляются пятна малинового цвета с Rf 0,46—0,50. Фенеткарб проявляется в виде пятен сиреневого цвета Rf 0,56—0,60. Количественные определения пропоксура и фенеткарба проводят путем сравнения пятен со шкалой стандартов, полученной при нанесении на хроматографическую пластинку, разгонке и проявлении 0,5; 1,62; 5; 10; 20 мкг препарата.

Расчет количества препарата проводят по формуле:

$$X = \frac{A \cdot S_2}{B \cdot S_1}, \text{ где}$$

X – содержание препарата в пробе, мкг/кг;

A – содержание препарата в стандарте, мкг/кг;

B – навеска исследуемой пробы, г, мл;

S_2 – площадь пятна пробы, мм^2;

S_1 – площадь пятна стандартов, мм^2.

gost.e-ecolog.ru