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

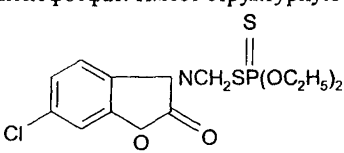
Определение фозалона в молоке и тканях животных, траве, свекле, картофеле и комбикорме с помощью тонкослойной хроматографии*

Характеристика препарата

Фозалон (бензофосфат) – фосфорорганический инсектицид, является одним из перспективных заменителей ДДТ. Рекомендован для применения на овощах, полевых, технических к других сельскохозяйственных культурах.

Предполагается широкое испытание этого препарата для борьбы с вредителями леса.

Действующее начало препарата – О,О-Диэтил-S-(6-хлорбензоксазолинил-3-метил)-дитиофосфат. Имеет структурную формулу:



В чистом виде белое кристаллическое вещество с чесночным запахом, т.пл. 45—47 °С. Он практически нерастворим в воде, хорошо растворим во многих органических растворителях.

$ЛД_{50}$ для крыс 135 мг/кг, для мышей 180 мг/кг.

Принцип метода

Метод основан на экстрагировании фозалона из исследуемых проб, очистке экстрактов и хроматографическом разделении в тонком слое на пластинках «Силуфол». Для проявления хроматограмм используют 10 %-ный раствор 2-феноксиэтанола с $AgNO_3$ в ацетоне.

Реактивы и растворы

Ацетон хч
Н-гексан хч
Бензол хч
Уксусная кислота ледяная

---

* Метод разработан во Всесоюзном научно-исследовательском институте ветеринарной санитарии. Авторы кандидаты ветеринарных наук В. В. Лещёв и Г. А. Таланов, утвержден 20 декабря, № 1552-76.

Стандартный раствор фозалона в гексане.

Проявляющий реактив 0,05 г $AgNO_3$ растворяют в 1 мл воды и доводят объем до 100 мл 10 % р-м 2-феноксиэтанола в ацетоне.

Приборы и посуда

Пластинки для хроматографии «Силуфол»
Склянки с притертой пробкой на 100 мл
Делительные воронки на 250 мл
Цилиндры на 50 мл
Фарфоровые чашки
Водяная баня
Аппарат ФЭН
Лампа ПРК-4
Фильтры бумажные
Пробирки с притертой пробкой, градуированные на 1 мл
Микропипетки на 0,1 мл
Пипетки на 5 мл
Пульверизатор стеклянный
Эксикатор для хроматографической разгонки. На дно эксикатора помещают чашку Петри с подвижным растворителем

Экстракция фозалона из биологических субстратов 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 и упаривают в токе воздуха, досуха.

10 г измельченной свеклы помещают в склянку с притертой пробкой, заливают 30 мл ацетона, размешивают стеклянной полочкой и экстрагируют в течение 1 часа при комнатной температуре, встряхивая через каждые 15 минут. Затем содержимое склянки сливают через двойной слой марли в делительную воронку. Склянку ополаскивают 10 мл аце-

тона. 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, встряхивают в течение 2 минут. После разделения верхний гексановый слой декантируют в фарфоровую чашку и упаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 1 мл н-гексана и сливают в градуированную пробирку с притертой пробкой и хроматографируют.

10 г измельченного картофеля помещают в склянку с притертой пробкой, заливают 40 мл ацетона, добавляют 0,5 мл ледяной уксусной кислоты, размешивают стеклянной палочкой и экстрагируют в течение 1 часа при комнатной температуре, встряхивая через каждые 15 минут. 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 100 мл дистиллированной воды, воронку встряхивают, добавляют в нее 50 мл н-гексана. Делительную воронку встряхивают в течение 2 минут. После разделения верхний гексановый слой декантируют в фарфоровую чашку и упаривают в токе воздуха досуха.

10 г измельченной травы помещают в склянку с притертой пробкой заливают 50 мл теплой воды (+ 40°), добавляют 0,5 мл ледяной уксусной кислоты, размешивают стеклянной палочкой и оставляют на 18 часов при комнатной температуре, после чего воду сливают. Траву в склянке заливают 5 мл ацетона, встряхивают, добавляют 50 мл н-гексана подогретого до t° 40°, экстрагируют в течение часа на водяной бане при t° 40°. Затем гексан сливают в делительную воронку, ополаскивают склянку 10 мл подогретого гексана, который сливают в эту же делительную воронку. Добавляют 60 мл дистиллированной воды, воронку встряхивают в течение 2 минут. После разделения жидкостей декантируют верхний гексановый слой в склянку с притертой пробкой, которую помещают на 1 час в морозильную камеру холодильника. После чего сливают через бумажный фильтр в фарфоровую чашку, упаривают в токе воздуха.

10 г комбикорма помешают в склянку с притертой пробкой, заливают 40 мл ацетона, добавляют 0,5 мл ледяной уксусной кислоты, размешивают стеклянной палочкой и помещают в холодильник на 1 час, через каждые 15 минут встряхивают. Затем сливают через тройной слой марли в другую склянку с притертой пробкой. Ополаскивают первую склянку доливают в нее 25 мл дистиллированной воды и помещают на 2 часа в морозильную камеру холодильника. После чего содержимое

склянки сливают через бумажный фильтр в делительную воронку. Склянку и фильтр ополаскивают 5 мл охлажденного ацетона, который сливают в эту же воронку. Доливают 75 мл н-гексана, встряхивают делительную воронку в течение 1 минуты. После разделения жидкостей сливают верхний гексановый слой в фарфоровую чашку, упаривают под током воздуха.

Хроматографирование

На хроматографическую пластинку «Силуфол» на расстоянии 15 мм от нижнего края при помощи микропипетки наносят 0,1 мл исследуемого экстракта, подсушивая точку нанесения при помощи ФЭНа. Слева и справа от пробы на расстоянии 20 мм, наносят 0,2, 0,5 и 1 мл стандартного раствора фозалона.

Пластинку с нанесенным раствором помещают в эксикатор, на дно которого установлена чашка Петри с подвижным растворителем бензолом. После того, как растворитель поднимется на пластинке на высоту 10 см, пластинку вынимают из камеры и сушат в течение 1 минуты под током воздуха в вытяжном шкафу.

Для проявления препарата пластинку опрыскивают 10 %-ным ацетоновым раствором 2-феноксиэтанола с азотно-кислым серебром, сушат под током воздуха 2 минуты и облучают ультрафиолетовыми и инфракрасными лучами (лампа ПРК-4).

Фозалон проявляется в виде пятна синего цвета.

Величина R_f препарата 0,34—0,36.

Процент обнаружения фозалона в молоке, органах и тканях животных, свекле, картофеле, траве и комбикорме около 75 %.

Чувствительность метода 0,2 мг/кг веса.

gost.e-ecolog.ru