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

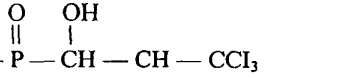
Методические указания по определению содержания общей ртути в мясе, мясопродуктах, яйцах, рыбе, молочных продуктах, шоколаде, почве колориметрическим способом или при помощи тонкослойной хроматографии 62

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

Характеристика препарата

Хлорофос (трихлорфон, диптерекс, дилокс) – фосфорорганический инсектицид, применяемый для борьбы с вредителями животных и растений.

Действующее начало препарата 0,0-Диметил-(I-окси-2,2,2-трихлорэтил)-фосфонат. Имеет структурную формулу:



В чистом виде – белый кристаллический порошок с т.пл. 73—74 °С, т.кип. 100 °С при 0,1 мм рт. ст., растворимость препарата (в г на 100 г): в воде – 12,3, бензоле – 15,2, хлороформе – 75. Трудно растворим в парафиновых углеводородах.

Хлорофос относится к соединениям со средней токсичностью ($ЛД_{50}$ для крыс 630 мг/кг).

Принцип метода*

Метод основан на определении хлорофоса в экстрактах из исследуемых проб с помощью газового хроматографа с термоионным детектором.

Чувствительность метода для хлорофоса 0,1 нг в пробе, вводимой в хроматограф, что соответствует 0,01 мг/кг веса в молоке, органах и тканях и 0,02 мг/кг в яйцах. Процент определения в молоке, органах и тканях 80 ± 5 %, яйцах 70± 5 %.

Реактивы и растворы

Ацетон х.ч.
Хлороформ х.ч.
1 %-ный раствор уксусной кислоты
Сульфат натрия безводный
Стандартный раствор хлорофоса в ацетоне

---

* Метод разработан во Всесоюзном научно-исследовательском институте ветеринарной санитарии. Авторы: кандидаты ветеринарных наук В.В. Лещёв, Г.А. Таланов и Т.Г. Аббасов и кандидат биологических наук В.Б. Ермаков, утвержден 20 декабря, № 1551-76.

Приборы и посуда

Газовый хроматограф «Цвет-5» или другой подобный аппарат с термоионным детектором.
Колонка стеклянная 350 × 3 мм, заполнена полисорбом-I (30—40 меш).
Микрошприц на 10 мкл.
Прибор для отгонки растворителей.
Цилиндры на 50 мл.
Пипетки на 10 мл.
Делительные воронки на 100 мл.
Пробирки с притертой пробкой градуированные.

Экстракция хлорофоса из молока, органов, тканей и яиц и очистка экстрактов

10 мл молока или 10 г измельченной ткани животного помещают в склянку с притертой пробкой, заливают 50 мл ацетона и 0,1 мл 1 %-ного раствора уксусной кислоты, размешивают стеклянной палочкой и помещают в холодильник на 1 час. В процессе экстракции содержимое встряхивают через каждые 15 минут. Затем фильтруют через ватный фильтр в колбу аппарата для перегонки растворителей. Склянку ополаскивают 10 мл ацетона, который сливают в эту же колбу. Добавляют в колбу 5 мл дистиллированной воды. Ацетон отгоняют до объема 10 мл. Содержимое колбы сливают в делительную воронку. Колбу ополаскивают 15 мл хлороформа, который сливают в эту же делительную воронку. Последнюю встряхивают. После разделения жидкостей, нижний хлороформный слой сливают в фарфоровую чашку, добавляют 4 г сульфата натрия безводного и упаривают досуха в токе воздуха. Чашку ополаскивают 5 мл ацетона, через 5 минут ацетон сливают в градуированную пробирку с притертой пробкой, объем доводят ацетоном до 5 мл. В пробирку засыпают 0,5 г сульфата натрия безводного и исследуют экстракт на газовом хроматографе «Цвет-5» или другом приборе с термоионным детектором.

5 г белка или желтка помещают в склянку с притертой пробкой, заливают 30 мл ацетона и помещают в холодильник на 1 час. Затем фильтруют через бумажный фильтр в фарфоровую чашку и упаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 15 мл воды дважды и переносят в делительную воронку. В эту же воронку добавляют 30 мл хлороформа, встряхивают, после расслоения жидкостей, сливают нижний хлороформный слой в фарфоровую чашку и упаривают досуха в токе воздуха.

Чашку ополаскивают 5 мл ацетона и исследуют на газовом хроматографе.

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 350 мм, внутренний диаметр 3 мм. Колонка заполнена полисорбом-1 (30—40 меш).

Температура колонки 165°, испарителя 165—170°.

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 до 1,5 нг.

Минимальное детектируемое количество 0,1 нг.

Время удерживания 1,7 мин.

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартами по высоте пиков.

Процент определения хлорофоса в молоке, органах и тканях 80 ± 5, яйцах 70 ± 5.

Чувствительность метода 0,01 мг/кг веса в молоке, органах и тканях и 0,02 мг/кг в яйцах.

gost.e-ecolog.ru