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

22.09.1975 № 1350—75

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

Краткая характеристика препарата приведена ранее.

Методика определения фоксима в молоке и тканях животных газожидкостной хроматографией. **Основные положения**. *Принцип метода.* Метод основан на извлечении фоксима из исследуемого материала ацетоном, переэкстракции из водно-ацетонового слоя гексаном с последующим определением на хроматографе с термоионным детектором.

Метрологическая характеристика метода. Нижний предел определения 0,01 мг/кг. Степень определения в молоке 82 ± 5 %, в тканях 80 ± 6 %.

Реактивы и растворы. Ацетон х. ч. Гексан х. ч. Натрий сернокислый безводный. Стандартный раствор фоксима в ацетоне 1 мкг/мл.

Приборы и посуда. Газовый хроматограф марки «Цвет-106» или аналогичный прибор, снабженный термоионным детектором.

Хроматографическая стеклянная колонка длиной 350 мм, диаметром 3 мм заполненная хроматоном-N-AW (0,16—0,20 мм) с 3 % SE-30. Микрошприц на 10 мкл. Склянки с притертой пробкой на 100 мл. Цилиндры на 50 и 100 мл. Пипетки на 10 мл. Делительные воронки на 250 мл. Пробирки с притертой пробкой, градуированные. Фарфоровые чашки. Фильтры обеззоленные.

Ход анализа. *Экстракция и очистка экстрактов.* Пробу молока 10 мл 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 ч. Через каждые 15 мин склянку встряхивают. Затем сливают растворитель через тройной слой марли в делительную воронку. Склянку ополаскивают 10 мл ацетона,

---

* Методические указания разработаны В. В. Лещевым и Б. В. Королевым (ВНИИВС).

смыв сливают в эту же делительную воронку. Далее в делительную воронку с экстрактом приливают 40 мл дистиллированной воды, воронку встряхивают, добавляют в нее 40 мл гексана, еще раз встряхивают в течение 2 мин. После разделения слоев отделяют верхний гексановый слой, добавляют 0,5 г сульфата натрия безводного и упаривают растворитель досуха. Сухой остаток растворяют в 5 мл ацетона.

Хроматографирование. 5 мкл ацетонового раствора вводят в хроматограф. Условия хроматографирования следующие. Рабочая шкала электрометра $20 \cdot 10^{-12}$ А. Скорость протяжки ленты самописца 10 мм/мин. Длина колонки стеклянной 35 см, внутренний диаметр ее 3 мм. Колонка заполнена 3 % SE-30 на хроматоне-N-AW, отмытом серной кислотой (0,16—0,30 мм). Температура колонки 160 °С, температура испарителя 160—165 °С. Скорость потока газов, мл/мин: азота – 22, водорода - 14, воздуха - 400. Линейность детектирования соблюдается в пределах от 0,1 до 2 нг. Минимальное детектируемое количество 0,1 нг. Время удерживания фоксима 2,1 мин.

Обработка результатов анализа. Количество препарата в пробе (X, мг/кг или мг/л) вычисляют по формулам:

$$X = \frac{C\,S_2\,V}{S_1\,V_1\,P} \text{ или } X = \frac{C\,H_2\,V}{H_1\,V_1\,P}, \text{ где}$$

C - количество препарата в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мкг;

S_1 - площадь пика стандартного раствора препарата, введенного в хроматограф, мм^2;

H_1 - высота пика стандартного раствора, введенного в хроматограф, мм;

S_2 - площадь пика препарата в пробе, мм^2;

H_2 - высота пика препарата в пробе, мм;

V_1 - объем экстракта, введенного в хроматограф, мкл;

V - общий объем экстракта, мл;

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

gost.e-ecolog.ru