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 кельтана в молоке газохроматографическим методом*

Краткая характеристика препарата. Кельтан - контактный акарицид для борьбы с тетранихидными клещами. Его эмпирическая формула $C_{14}H_9OCl_5$, молекулярная масса 370,5.

Кельтан (ВФ-293, хлорэтанол) - это *n,n'*-дихлордифенилтрихлорметилкарбинол. Пестицид представляет собой коричневатую маслообразную жидкость. Т. пл. его 78,5—79,5 °С, т. кип. 180 °С (при давлении меньше 0,1 мм рт. ст.). Препарат относительно устойчив к окислению. С концентрированной серной кислотой кельтан не взаимодействует. В щелочной среде он подвергается типичной для трехгалоидных производных метана реакции и разлагается на *n,n'*-дихлорбензофенон и хлороформ.

Методика определения кельтана в молоке газо-жидкостной хроматографией. **Основные положения.** *Принцип метода.* Метод основан на извлечении остатков препарата из молока органическими растворителями, очистке экстрактов на хроматографической колонке с силикагелем АСК и последующем определении его методом газовой хроматографии с детектором по захвату электронов.

Метрологическая характеристика метода. Минимальное определяемое количество кельтана 0,25 мкг в пробе. Нижний предел определения 0,01 мг/кг. Степень определения 102,6 ± 4,5 %.

Реактивы и растворы. Ацетон х. ч., перегнанный. Хлороформ х. ч., перегнанный. Смесь бензола и гексана в соотношении 1 : 1. Насыщенный раствор хлористого натрия. Водный раствор оксалата калия 5 %-ый. Гексан х. ч., перегнанный. Стандартный раствор кельтана в гексане с содержанием от 1 до 10 мкг/мл. Силикагель АСК.

Приборы и посуда. Хроматограф с детектором по захвату электронов. Микрошприц на 5—10 мкл. Ротационный вакуумный испаритель. Стекловата. Хроматографическая колонка для очистки экстрактов с внутренним диаметром 18 мм. Колбы мерные на 100 мл. Круглодонные колбы со шлифом на 150 и 250—300 мл. Цилиндры мерные на

---

* Методические указания разработаны В. В. Молочниковым, В. И. Мачаловым (ВНИИ молочной промышленности).

100 мл. Делительные воронки на 150 и 250—300 мл. Баня водяная. Пипетки на 1, 5 и 10 мл.

Подготовка к определению связана с подготовкой хроматографической колонки. В нижнюю часть хроматографической колонки помещают стекловату, насыпают 80 мл силикагеля АСК и уплотняют его постукиванием. Затем колонку промывают 50 мл гексана, прошедший сквозь нее растворитель отбрасывают.

Ход анализа. *Экстракция и очистка экстракта.* Пробу 25 мл молока помещают в делительную воронку на 250—300 мл, приливают 5 мл оксалата калия и 5 мл насыщенного раствора хлористого натрия, перемешивают, приливают 100 мл ацетона и энергично встряхивают 1—2 мин. Приливают 100 мл хлороформа и вновь встряхивают 2—3 мин. Затем воронку оставляют до полного разделения фаз (обычно не более 5 мин). Нижнюю фазу выливают в круглодонную колбу со шлифом емкостью 500 мл и, поместив ее в ротационный испаритель, отгоняют до полного удаления растворителей, а верхнюю отбрасывают, остаток смывают 30 мл гексана.

Полученный экстракт вносят в хроматографическую колонку. После того как экстракт впитается в сорбент, пестициды элюируют 100 мл смеси бензола и гексана в соотношении 1 : 1 порциями по 30—40 мл. После впитывания последней порции элюата выжидают 5 мин и «отжимают» растворитель резиновой грушей. Затем растворители отгоняют, остатки смывают 5—10 мл гексана и 2—8 мкл вводят в хроматограф.

Условия хроматографирования. Используют хроматограф марки «Цвет-5», снабженный детектором по захвату электронов (ДЭЗ). Источник радиоактивности ^{239}Pu. Скорость протяжки ленты самописца 360 мм/ч. Рабочая шкала электрометра $0{,}25 \cdot 10^{-10}$ А. Длина V-образной стеклянной колонки 1 м, внутренний диаметр ее 3,5 мм, она заполнена 5 % ПМФС-4 на хромосорбе W (80—100 меш), силанизированном (DMCS), промытом кислотой. Температура испарителя 230 °С, колонки 210 °С, детектора 250 °С. Скорость газа-носителя 30 мл/мин. В испаритель вводят 2—8 мкл анализируемого раствора в гексане.

Обработка результатов анализа. Количество кельтана (X, мг/л) определяют методом соотношения со стандартом по высоте пиков и высчитывают по формуле:

$$X = \frac{H_{пр}\, C_{ст}\, V}{H_{ст}\, V_a\, P}, \text{ где}$$

$H_{пр}$ - высота пика анализируемой пробы, мм; $H_{ст}$ - высота пика стандарта, мм; $C_{ст}$ - содержимое кельтана в стандарте, мг; V_a - объем аликвоты, мкл; P - навеска молока, мл; V - общий объем раствора, мл.

gost.e-ecolog.ru