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 абата (дифоса) в мясе и молоке методом хроматографии в тонком слое*

Краткая характеристика препарата. Эмпирическая формула абата $C_{16}H_{20}O_6P_2S_3$, молекулярная масса 466,47.

Методика определения абата (дифоса) в мясе и молоке. Основные положения. *Принцип метода.* Метод основан на экстракции препарата из исследуемой пробы ацетоном, перераспределении в хлороформ с последующим хроматографированием в тонком слое силикагеля. Для хроматографирования используются две системы растворителей: смесь гексана и ацетона (5 : 1) и гексана и этилацетата (3 : 1). Для проявления хроматограмм применяют раствор бромфенолового синего и азотнокислого серебра в ацетоне с последующей обработкой пластинок раствором уксусной кислоты.

Метрологическая характеристика метода. Нижний предел определения 0,1 мг/кг молока и мяса. Степень определения абата составляет 85—90 %.

Реактивы и растворы. Ацетон х. ч. Хлороформ х. ч. Гексан х. ч. Этиловый эфир уксусной кислоты х. ч. Уксусная кислота х. ч. Силикагель КСК. Гипс медицинский. Натрий серно-кислый, безводный. Бромфеноловый синий. Азотно-кислое серебро х. ч. Проявляющий реагент: 0,05 г бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона и доводят объем раствора до 100 мл 1 %-ным раствором азотно-кислого серебра в 75 %-ном водном растворе ацетона. Стандартный раствор абата в ацетоне 100 мкг/мл.

Приборы и посуда. Пластинки для хроматографирования со слоем силикагеля (13 × 18 мм) или пластинки «Силуфол UV_{254}».Делительные воронки на 250 мл. Воронки конические. Бюксы на 100—200 мл. Цилиндры мерные. Микропипетки. Пульверизаторы. Фильтры бумажные,

---

* Методические указания разработаны Н. П. Бирюковой, Ю. Ф. Моряковым, А. А. Непоклоновым (ВНИИВС).

обеззоленные. Прибор для отгонки растворителей ИР-1. Камеры хроматографические.

Подготовка к определению. При отсутствии пластинок «Силуфол UV_{254}» готовят хроматографические пластинки в лаборатории. Для этого стеклянные пластинки (13 × 18 см) тщательно моют раствором соды, хромовой смесью, водой. Ополаскивают дистиллированной водой и сушат в вертикальном положении. Перед нанесением сорбента пластинки протирают спиртово-эфирной смесью. Для приготовления сорбента берут 30 г силикагеля КСК, 2 г гипса и 95 мл воды. Смесь тщательно перемешивают, наносят по 2 чайные ложки на пластинку и легким покачиванием равномерно распределяют по всей ее поверхности. Пластинки сушат 12 ч при комнатной температуре и 1 ч в сушильном шкафу при 130 °С. Хранят пластинки в эксикаторе.

Ход анализа. *Экстракция и очистка экстракта из мяса.* Тщательно измельчают 10 г мяса, добавляют 20 мл ацетона и оставляют на 1 ч. Затем приливают 8 мл воды, экстрагируют еще 30 мин и помещают пробу в морозильную камеру холодильника на 30—40 мин. Экстракты отфильтровывают в чистый бюкс, ацетон выпаривают, а водный остаток 4 раза экстрагируют хлороформом в делительной воронке, приливая каждый раз по 15 мл хлороформа. Экстракты сушат безводным сульфатом натрия (15 г), фильтруют и выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 0,5 мл ацетона.

Экстракция и очистка экстракта из молока. К 10 мл молока добавляют 20 мл ацетона и оставляют пробу на 1 ч. Фильтруют экстракт в чистый бюкс и далее проводят определение так, как описано для проб мяса.

Хроматографирование. Ацетоновый раствор выпаривают до объема 0,1 мл, который наносят на хроматографическую пластинку. Бюкс смывают еще дважды ацетоном по 0,1 мл и также наносят на пластинку. Нанесение пробы производят на расстоянии 1,5 см от нижнего горизонтального края и 3,5 см от вертикального края. Размер нанесенного пятна не должен превышать 0,5 см.

Для разделения препарата используют двухмерную хроматографию. Сначала пластинку помещают горизонтально в камеру для хроматографирования, в которую налита смесь ацетона и гексана (1 : 5). Когда фронт растворителя поднимется на всю высоту пластинки, ее вынимают из камеры и сушат на воздухе. После испарения растворителя слева от пятна пробы на расстоянии 0,5 см наносят стандартные растворы препарата. Пластинку помещают в круглую хроматографическую камеру со

смесью растворителей гексана и этилацетата (3 : 1). После того как фронт растворителя поднимется на высоту 13 см, пластинку вынимают и сушат. Когда растворитель испарится, пластинку опрыскивают проявляющим реактивом и помещают на 5 мин в сушильный шкаф при температуре 30 °С. Затем пластинку опрыскивают 5 %-ным раствором уксусной кислоты. Абат проявляется в виде синих пятен на светло-желтом фоне. Величина *Rf* при использовании стеклянных пластинок с силикагелем КСК - 0,54, а при использовании пластинок «Силуфол UV_{254}» - 0,31.

Обработка результатов анализа. Расчет количества абата в пробе (*X*, мг/кг) проводят по формуле:

$$X = \frac{A}{P}, \text{ где}$$

A - количество пестицида, найденное путем сравнения со стандартами, мг;

P - масса или объем анализируемой пробы, кг или л.

gost.e-ecolog.ru