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 метилнитрофоса в мясе, яйцах, молоке методом газожидкостной хроматографии*

Краткая характеристика препарата приведена ранее.

Методика определения метилнитрофоса в мясе, яйцах молоке газожидкостной хроматографией. **Основные положения.** *Принцип метода.* Метод основан на извлечении метилнитрофоса из исследуемой пробы органическим растворителем (ацетоном) с последующей очисткой путем перераспределения метилнитрофоса из водно-ацетоновой среды в гексан. Конечные определения проводят на газовом хроматографе ЛХМ-8МДП или другом газовом хроматографе с детектором по захвату электронов.

Метрологическая характеристика метода. Нижний предел определения 0,02 мг/кг, л. Степень определения: в молоке 85 ± 5 %, тканях животных 88 ± 5 %, яйце 78 ± 3 %.

Реактивы и растворы. Ацетон х. ч. Гексан х. ч. Натрий сернокислый безводный, ч. д. а. Азот газообразный, содержащий кислорода не более 0,003 %. Стандартный раствор метилнитрофоса в ацетоне 1 мкг/мл.

Приборы и посуда. Хроматограф ЛХМ-8МДП с детектором по захвату электронов. Колонки стеклянные диаметром 3 мм, длиной 1,5; 2 и 3 м. Шприц на 10 мкл. Сушильный шкаф. Делительные воронки на 150—200 мл. Конические колбы на 50—100 мл. Фарфоровые чашки. Холодильник. Стеклянные воронки. Фильтровальная бумага. Мерные пробирки с притертой пробкой.

Ход анализа. *Экстракция и очистка экстракта из мяса.* Навеску мяса 10 г измельчают, заливают 30 мл ацетона и помещают в холодильник на 1 ч. Экстракты фильтруют через бумажный фильтр в фарфоровую чашку и упаривают в токе воздуха до 5 мл. Остаток переносят в делительную воронку. Сюда же добавляют 50 мл дистиллированной воды. Из водно-ацетонового экстракта метилнитрофос экстрагируют дважды порциями гексана по 25 мл. Гексан отделяют, упаривают до 5 мл и хроматографируют.

---

* Методические указания разработаны Г. Г. Аббасовым (ВНИИВС).

Экстракция и очистка экстракта из молока. Пробу молока 10 г заливают в круглодонную колбу. Сюда же заливают 50 мл ацетона и перемешивают в течение 5 мин. Экстракт фильтруют через ватный фильтр и фарфоровую чашку, добавляют 50 мл дистиллированной воды и ставят в морозильную камеру холодильника на 1 ч. Экстракт фильтруют через ватный фильтр в делительную воронку, добавляют 50 мл дистиллированной воды и экстрагируют дважды гексаном по 25 мл, гексановый слой отделяют, упаривают в токе воздуха до 2—3 мл. Экстракт переносят в мерную пробирку на 5 мл, добавляют до метки гексаном, обезвоживают сульфатом натрия и хроматографируют.

Экстракция и очистка экстракта из яиц. Пробы белка и желтка по 5 г анализируют отдельно. Пробу заливают ацетоном (30 мл) и помещают в холодильник на 1 ч. Экстракт фильтруют через ватный фильтр в делительную воронку. Сюда же добавляют 100 мл дистиллированной воды. Из водно-ацетонового экстракта препарат экстрагируют дважды гексаном по 25 мл. Гексановый экстракт объединяют, упаривают до 5 мл и хроматографируют.

Хроматографирование. Вводят в хроматограф 5 мкл гексанового раствора. Условия хроматографирования на хроматографе ЛХМ-8МДП следующие. Газовый хроматограф ЛХМ-8МДП оборудован дополнительной приставкой с анодным питанием. Скорость протяжки картограммы самописца 1 см/мин. Колонка стеклянная длиной 1,5; 2 или 3 м, диаметром 3 мм. 5 % SE-30 на хроматоне-N-AW DMCS (0,16—0,20 мм). Газ-носитель азот, скорость его потока 50—70 мл/мин. Температура колонки 180°, 200°, 220 °С, в зависимости от длины, температура испарителя 250 °С. Напряжение, подаваемое на детектирующую систему, составляет 110 В. Время удерживания при длине колонки 1 500 мм, температуре 180 °С – 1,5 мин, при 3 000 мм и температуре 220 °С – 4,9 мин. Линейность детектирования наблюдается в пределах от 0,2 до 1 нг. Минимальное детектируемое количество 0,2 нг.

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

$$X = \frac{A\,S_2\,V_2}{S_1\,V_1\,V_3} \text{ или } X = \frac{A\,H_2\,V_2}{H_1\,V_1\,V_3}, \text{ где}$$

A – количество препарата в стандартном растворе, введенном в хроматограф, нг; S_1 – площадь (H_1 – высота) пика стандартного раствора препарата, введенного в хроматограф, мм^2 (мм); S_2 – площадь (H_2 – высота) пика препарата в пробе, мм^2 (мм); V_1 – объем экстракта, введенный в хроматограф, мкл; V_2 – общий объем экстракта после упаривания, мл; V_3 – количество анализируемой пробы, мл (г).

gost.e-ecolog.ru