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

Определение фосфамида в молоке и тканях животных газожидкостной хроматографией

Принцип метода. Метод* основан на определении фосфамида в экстрактах из проб с помощью хроматографа с термоионным детектором. Чувствительность метода 0,1 нг фосфамида в пробе, вводимой в хроматограф. Полнота определения в молоке 82 ± 2,5 %, в органах и тканях 72,5 ± 2,5 %.

Реактивы и растворы

Ацетон х. ч.
Хлороформ х. ч.
1 %-ный раствор уксусной кислоты.
Сульфат натрия безводный.
Стандартный раствор фосфамида в ацетоне.
Носитель – силанизированный хромосорб *W* или хроматон *N* (80—100 меш).

Приборы и посуда

Хроматограф «Цвет-5» или другой марки.
Колонка стеклянная 1 000 × 3 мм, заполненная ХЕ-60 (3 %) и эпикотом 1001 (0,3 %) на силанизированном хромосорбе W (80—100 меш).
Микрошприц.
Прибор для отгонки растворителей.
Пробирки на 10 мл, градуированные с притертой пробкой.

Ход анализа. *Молоко, органы и ткани животных.* 10 мл молока помещают в коническую колбу с притертой пробкой, добавляют 50 мл ацетона и 0,1 мл 1 %-ного раствора уксусной кислоты. Содержимое колбы встряхивают 5 мин, затем фильтруют через вату в колбу прибора для отгонки растворителей. Ацетон отгоняют до объема 10 мл. После охлаждения содержимое колбы сливают в делительную воронку, где дважды проводят экстракцию хлороформом по 15 мл. Нижний хлороформный слой сливают в фарфоровую чашку, упаривают под тягой, остаток подсушивают 0,5 г безводного сульфата натрия и растворяют в 5 мл ацетона. Экстракт исследуют на хроматографе «Цвет-5» или другом приборе с термоионным детектором.

Ткани внутренних органов. 10 г измельченной ткани заливают 30 мл ацетона, размешивают стеклянной палочкой и помещают в холо-

---

* В. В. Лещев, Г. Г. Аббасов (ВНИИВС).

дильник на 1 ч. Экстракт фильтруют через ватный фильтр в колбу прибора для отгонки растворителей. Склянки ополаскивают 10 мл ацетона, смывы сливают в ту же колбу, добавляют 5 мл дистиллированной воды и 0,1 мл 1 %-ного раствора уксусной кислоты. Определение проводят, как описано для молока.

Условия хроматографирования

Хроматограф «Цвет-5» с термоионным детектором. Рабочая шкала электрометра $2{,}5 \cdot 10^{-12}$ А. Скорость движения ленты самописца 1 см/мин. Температура колонки 190, испарителя 220 °С. Скорость газа-носителя (азот) 23 мл/мин, водорода 14, воздуха – 400 мл/мин. Объем пробы, вводимой в испаритель, 5 мкл. Линейность детектирования соблюдается в пределах от 0,1 до 1 нг. Минимально детектируемое количество фосфамида 0,1 нг. Время удерживания фосфамида – 2,3 мин.

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом по высоте пиков. (Формулы расчета на с. 20, 334)

$$X = \frac{C \cdot S_2 \cdot V_2}{S_1 \cdot V_1 \cdot P} \text{ или } X = \frac{C \cdot H_2 \cdot V_2}{H_1 \cdot V_1 \cdot P}, \text{ где}$$

X – количество препарата, мг/л или мг/кг;

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_2 – общий объем экстракта после упаривания, мл;

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

$$X = \frac{C \cdot V}{V_a \cdot P}, \text{ где}$$

X – содержание пестицида в пробе, мг/кг или мг/л;

C – количество пестицида, найденное по калибровочному графику, нг;

V – конечный объем раствора, из которого отбирают аликвоту для хроматографирования, мл;

V_a – объем аликвоты, вводимый в хроматограф, мкл;

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

gost.e-ecolog.ru