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 севина в молоке и молочных продуктах газожидкостной хроматографией

Принцип метода. Метод* основан на гидролизе очищенного от примесей экстракта, бромировании 1-нафтола, образовавшегося при наличии севина в пробе, и газохроматографическом определении бромпроизводного. Чувствительность метода 0,02 мк/кг, полнота определения 75—95 %.

Реактивы и растворы

н-Гексан х. ч. перегнанный.
Ацетон х. ч. перегнанный.
Хлороформ х. ч. перегнанный.
Бензол х. ч. перегнанный.
Раствор диметилформамида в воде (3 : 1).
Натрий серно-кислый безводный ч. д. а.
Насыщенный раствор хлористого натрия х. ч.
5 %-ый водный раствор оксалата калия х. ч.
Кислота уксусная ледяная х. ч.
Кислота серная концентрированная х. ч.
Йод кристаллический.
5 %-ый раствор жидкого брома в уксусной кислоте, насыщенный кристаллами йода.
Стандартные растворы севина в ацетоне (25 и 5 мкг/мл).

Приборы и посуда

Микрошприц на 5 мкл.
Стекловата.
Колбы мерные на 100 мл.
Колбы круглодонные вместимостью 100 и 250—300 мл со шлифом.
Цилиндры мерные на 100 и 50 мл.
Воронки делительные на 350 и 400 мл.
Воронки химические.
Пробирки термостойкие.
Держатель для пробирок.
Пипетки на 1, 2 и 5 мл.
Баня масляная с контактным термометром на 140 °С.
Ротационный испаритель.
Хроматографическая колонка длиной 1 500 мм и диаметром 3 мм.

---

* Ж. И. Маневич, В. В. Молочников, Н. И. Жаворонков (ВНИМИ и ВИЭВ).

Газожидкостный хроматограф с детектором по захвату электронов.

Ход анализа. *Молоко и цельномолочные продукты, сыворотка, пахта.* 25 мл молока помещают в делительную воронку на 250—300 мл, приливают 5 мл оксалата калия и 5 мл насыщенного раствора натрия. Содержимое воронки перемешивают, приливают 100 мл ацетона, энергично встряхивают 1—2 мин, добавляют 100 мл хлороформа и встряхивают 2—3 мин. Оставляют воронку до полного разделения фаз (5 мин). Нижний слой сливают в круглодонную колбу на 250 мл и выпаривают досуха на ротационном испарителе при температуре водяной бани 45—50 °С. К сухому остатку приливают 5 мл раствора диметилформамида в воде (3 : 1). Охлаждают колбу под струей холодной воды.

30—50 %-ные сливки. 5 г сливок помещают в стаканчик и приливают 10 мл насыщенного раствора хлористого натрия. Содержимое стаканчика переносят в делительную воронку вместимостью 250—300 мл, приливают 40 мл ацетона, предварительно обмывая им стаканчик. Встряхивают делительную воронку 1—2 мин, добавляют 70 мл хлороформа и встряхивают 2—3 мин. Оставляют воронку до полного разделения фаз. Нижний слой сливают в круглодонную колбу вместимостью 250 мл и выпаривают досуха на ротационном испарителе. Сухой остаток смывают 5 мл раствора диметилформамида в воде, охлаждают и очищают от молочного жира.

Творог. 10 г творога в фарфоровой чашке растирают с 10 мл насыщенного раствора хлористого натрия. Массу переносят в делительную воронку вместимостью 250—300 мл, приливают 80 мл ацетона, встряхивают 1—2 мин, добавляют 100 мл хлороформа и встряхивают 2—3 мин. Оставляют воронку до полного разделения фаз. Нижний слой сливают в круглодонную колбу и выпаривают досуха на ротационном испарителе. Сухой остаток смывают 5 мл раствора диметилформамида в воде и охлаждают.

Масло. 2 г масла растапливают в стаканчике при температуре 40—45 °С, приливают 5 мл раствора диметилформамида в воде, охлаждают и очищают от молочного жира.

Очистка экстрактов от молочного жира. Охлажденные экстракты фильтруют через безводный сульфат натрия (5—7 г) в делительную воронку на 250—300 мл. Промывают колбу и сульфат натрия 15 мл раствора диметилформамида порциями по 5 мл, приливают 60 мл дистиллированной воды, 5 мл насыщенного раствора хлористого натрия и 80 мл бензола. Встряхивают 1—2 мин. Нижний слой отбрасывают, а верхний, бензольный, слой дважды промывают дистиллированной водой по 50 мл. Бензольную фракцию высушивают, фильтруя через без-

водный сульфат натрия в круглодонную колбу, вместимостью 100 мл со шлифом. Делительную воронку и сульфат натрия промывают 20 мл бензола порциями по 10 мл. Бензол выпаривают на ротационном испарителе досуха, остаток бромируют.

Бромирование экстрактов пестицида. К сухому остатку в колбе приливают 2 мл ледяной уксусной кислоты и 10 капель концентрированной серной кислоты. Через 5 мин приливают 0,2 мл уксусной кислоты, насыщенной кристаллами йода и содержащей 5 % жидкого брома (по объему). К колбе присоединяют обратный холодильник. В течение 10 мин содержимое колбы выдерживают при температуре 120—130 °С. Холодильник промывают 5 мл дистиллированной воды. Колбу с содержимым охлаждают и вносят в нее 2 мл гексана. После встряхивания в течение 1 мин содержимое колбы сливают в пробирку. 1 мл верхнего слоя переносят в пробирку с притертой пробкой. Выпаривают гексан до тех пор, пока весь йод не будет удален (1—2 выпариваний достаточно). Остаток растворяют в 2 мл гексана. 2,5—5,0 мкл раствора вводят в хроматограф.

Условия хроматографирования

Условия хроматографирования. Хроматограф ЛХМ-8 и МД«П» с детектором по захвату электронов. Источник радиоактивности ^{63}Ni, скорость протяжки ленты 0,6 см/мин. Напряжение, подаваемое на детекторную систему, 5 В. Рабочая шкала электрометра 1 ($3{,}5 \cdot 20^{-11}$ А). Колонка заполнена промытым кислотой, силанизированным и содержащим 5 % ПМФС-4 хромосорбом W (100—120 меш). Перед работой колонку продувают при 230 °С в течение 5—7 ч азотом (40 мл/мин). Температура колонки 210°, испарителя 250, детектора 240 °С. Скорость газа-носителя 80 мл/мин. Время удерживания производного севина 6,5 мин.

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартами по высоте пиков. Содержание севина вычисляют по формуле:

$$C_c = \frac{H_м \cdot C_{ст}}{H_{ст} \cdot A}, \text{ где}$$

C_c – содержание севина, мг/кг;

$H_м$ – высота пика анализируемой пробы, мм;

$H_{ст}$ – высота пика стандарта, мм;

A – масса анализируемого вещества в 1 л молока;

$C_{ст}$ – концентрация стандарта, нг.

Объем гексанового раствора, из которого отбирают аликвоту для ввода в хроматограф, составляет 2 мл. Объем аликвоты 5 мкл.

Линейность детектирования соблюдается в пределах от 0,6 до 5 нг. Нижний предел определения 0,6 нг севина в 5 мкл молока.

gost.e-ecolog.ru