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 фталофоса в молоке и мясе тонкослойной хроматографией

Фталофос (имидан) – 0,0-диметил-(N-фтальимидометил) дитиофосфат. Химически чистый препарат – белое кристаллическое вещество с температурой плавления 72—72,7 °С. В 1 л воды при 25 °С растворяется около 25 мг препарата. Он хорошо растворим в ацетоне, метилэтилкетоне, циклогексаноне и других органических растворителях. Исключение составляют алифатические углеводороды, в которых препарат труднорастворим. Фталофос выпускается в виде 20 %-ного эмульгирующегося концентрата, 50 %-ного смачивающегося порошка и 10 %-ного гранулированного препарата.

Принцип метода. Метод* основан на извлечении препарата из пробы ацетоном и последующем хроматографировании в тонком слое окиси алюминия. Подвижным растворителем служит смесь гексана с метанолом (19 : 7). Проявляют фталофос раствором азотно-кислого серебра, которое при взаимодействии с продуктами гидролиза препарата щелочью дает темно-серые пятна на белом фоне.

Количественное определение фталофоса проводят путем сравнения интенсивности окраски и размеров пятен проб со стандартной шкалой. Чувствительность метода 1 мкг в пробе, что составляет 0,1 мг/кг мяса и 0,1 мг/л молока.

Реактивы и растворы

Ацетон х. ч
Хлороформ х. ч
Уксусная кислота ледяная
20 %-ный водный раствор едкого натра
Метиловый спирт
1 %-ный водный раствор азотно-кислого серебра
Окись алюминия для хроматографии
Гипс медицинский
Фталофос х. ч.

---

* К. Ф. Заболотный, В. К. Метелица, А. А. Непоклонов (ВНИИВС).

Приборы и посуда

Хроматографическая камера (стеклянный цилиндрический сосуд с притертой крышкой)
Гомогенизатор для измельчения тканей
Центрифуга (8 тыс. об/мин)
Делительные воронки на 150 мл
Бюксы стеклянные на 50—100 мл
Пульверизаторы
Пипетки разные
Фильтры бумажные обеззоленные
Пластинки фотографические 13 × 18 см
Стеклянный или металлический валик с ограничительными кольцами для нанесения слоя окиси алюминия с гипсом.

Приготовление пластинок

В качестве сорбента используют смесь, состоящую из 98 массовых частей окиси алюминия и 7 массовых частей медицинского гипса. На матовую поверхность стеклянной пластинки насыпают сорбент и разравнивают его валиком с ограничительными кольцами по всей поверхности ровным слоем толщиной 0,2 мм. Для закрепления слоя пластинку выдерживают 30—40 с над водяным паром, затем орошают из пульверизатора 5 %-ным водным раствором уксусной кислоты до полного насыщения сорбента, что отчетливо видно по образованию глянца. Пластинки сушат в горизонтальном положении при комнатной температуре 18 ч, после чего они готовы к употреблению.

Ход анализа. Пробу мяса массой 10 г заливают 2—3 мл ацетона, гомогенизируют 1—2 мин при 1 000 об/мин. Гомогенат заливают 20 мл ацетона, оставляют на 1 ч при комнатной температуре, после чего экстракт центрифугируют 15 мин при 8 000 об/мин. Водно-ацетоновый слой фильтруют через бумажный фильтр в делительную воронку, добавляют 20 мл хлороформа и перемешивают вращением и легким покачиванием воронки. После расслоения нижний ацетоно-хлороформный слой отделяют и фильтруют через бумажный фильтр в круглодонную колбу вместимостью 30 мл. Экстракт выпаривают досуха на водяной бане или ротационном испарителе.

При определении препарата в молоке к 10 мл пробы добавляют 20 мл ацетона. Дальнейший ход анализа молока такой же, как для мяса. После выпаривания хлороформа сухой остаток растворяют в 0,5 мл ацетона и наносят на пластинку. Пластинку помещают в хроматографичес-

кую камеру с системой гексан–метанол (19 : 1). Растворители наливают в камеру за 2 ч до хроматографирования.

После того как фронт растворителя поднимается на высоту 10 см, пластинку вынимают из камеры и подсушивают 10—15 мин на воздухе, чтобы испарились растворители. Затем пластинку опрыскивают 20 %-ным раствором едкого натра до насыщения, а через 10 мин – 1 %-ным раствором азотнокислого серебра. Фталофос проявляется в виде темно-серых пятен на белом фоне с $R_f = 0{,}62$.

Количественное определение фталофоса проводят путем сравнения интенсивности окраски и размеров пятен проб и стандартных растворов, которые хроматографируют одновременно.

Стандартную шкалу готовят следующим образом. Растворы фталофоса в ацетоне (1, 2, 5, 10 и 20 мкг препарата в 0,1 мл) наносят на хроматографическую пластинку, разгоняют и проявляют. Размеры пятен измеряют и сравнивают визуально. При расчете количества фталофоса учитывают, что из молока и мяса экстрагируется в среднем 50 % препарата.

Расчет. Содержание препарата вычисляют по формуле:

$$X = \frac{2 \cdot C}{P}, \text{ где}$$

X – количество препарата в продукте, мг/кг;

C – количество препарата, найденное в пробе, мкг;

P – масса пробы, г;

2 – коэффициент экстракции.

gost.e-ecolog.ru