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 14

МОСКВА 2010

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 14

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, 2010.—76 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.

Настоящие «Методические указания» предназначены санитарно-эпидемиологических станций Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Минсельхоза СССР к лабораторий других министерств и ведомств занижающихся анализом остаточных количеств пестицидов и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

«Методические указания» подготовлены Главным санитарно-эпидемиологическим управлением Министерства здравоохранения СССР, Государственной комиссией по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками при Министерстве сельского хозяйства СССР, Всесоюзным научно-исследовательским институтом гигиены и токсикологии пестицидов (лаборатория аналитической химии пестицидов и лаборатория кибернетических исследований пестицидов в окружающей среде), Всесоюзным научно-исследовательским институтом химических средств защиты растений (сектор анализа пестицидов).

ББК 51.23

Технический редактор Г. И. Климова

Подписано в печать 18.02.10

Формат 60x88/16 Печ. л. 4,75

Тираж 200 экз. Заказ 14

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18, стр. 5, 7

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

© Роспотребнадзор, 2010
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2010

Содержание

Методические указании по определению сульфидоюса в мясе, молоке и кормах методом тонкослойной хроматографии....4

Нормативы и методы микробиологического контроля продуктов детского питания, изготовленных на молочных кухнях системы здравоохранения....16

Методические указания по выделению, идентификации и количественному определению насыщенных, моно-, би-, три- и ряда полициклических ароматических углеводородов в пищевых продуктах: № 4721—88....23

Методические указания по обнаружению, идентификации и определению содержания деэоксиниваленола (вомитоксина) и зеараленона в зерне и зернопродуктах....31

Временые методические указания по определеню митака в растительном материале, почве, воде, органах, тканях и молоке животных методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии....45

Методические указания по обнаружению и определению содержания общей ртути в пищевых продуктах методом беспламенной атомной абсорбции....52

Атомно-абсорбционные методы определения токсичных элементов в пищевых продуктах и пищевом сырье....60

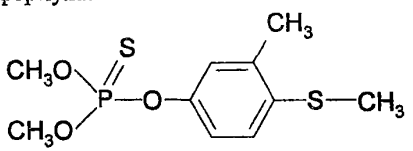
Утверждаю
Заместитель Главного
государственного санитарного
врача СССР
А. И. Заиченко
«___» _____ 1985 г.
№ 3198–85

Методические указании по определению сульфидоюса в мясе, молоке и кормах методом тонкослойной хроматографии

1. Краткая характеристика препарата

Сульфидофос – 0,0-диметил-0 (3-метил-4-метилтиофенил)тиофосфат, действующее вещество – фентион.

Структурная формула:



М.м. 278,3

$C_{10}H_{15}O_3PS_2$

Химически чистое вещество – бесцветная маслянистая жидкость с температурой кипения 105—109 °С при 0,01 мм рт. ст., давление пара при 20 °С 3 · 10 мм рт. ст., летучесть 0,46 мг/м^3. Растворимость в воде при 20 °С около 54 мг/л. Хорошо растворим в большинстве органических растворителей. Гидролизуется в кислой и щелочных срелах.

Выпускается в виде 50 %-ного эмульгирующего концентрата.

Действующее вещество препарата умеренно токсично для теплокровных животных. $ЛД_{50}$ для крыс при оральном применении 250 мг/кг. Нанесение на кожу крыс 1000 мг/кг не вызывает симптомов отравления.

Сульфидофос является инсектицидом контактного и кишечного действия. Наряду с высокой токсичностью в отношении некоторых насекомых обладает длительным защитным действием.

Сульфидофос опасен для пчел и его нельзя применять во время цветения растений.

Синонимы сульфидофоса – байтекс, лебайцид, тигувон.

2. Определение сульфидофоса в мясе, молоке и кормах методом тонкослойной хроматографии

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на извлечении сульфидофоса из проб исследуемых объектов органическими растворителями, очистке и концентрирования экстрактов с последующим хроматографическим разделением на тонком слое сорбента и проявлением. Идентификацию препарата проводят по величине *Rf,* соответствующих стандартов, а количественное определение – путем измерения площадей пятен пробы и стандартов, учитывая визуально интенсивность их окраски.

2.1.2. Избирательность метода

Определение сульфидофоса не мешают пестициды применяемые в настоящее время в сельском хозяйстве.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода

Сульфидофос определительных концентраций 0,05—1 мг/кг. Предел обнаружения 0,5 мкг в анализируемой пробе, что соответствует 0,05 мг/кг. Среднее значение определения стандартных количеств составляет в органах и тканях 90 %, в кормах 80 %; число параллельных определений $n = 5$.

2.2. Реактивы и растворы

Ацетон х.ч.,	ГОСТ 2603—79
хлороформ х.ч.	ТУ 6-09-4263—76
н-гексан х.ч.	ТУ 6-09-3375—78
спирт ректификат 96 %,	ТУ 6-09-1710—77
сернокислый натрий б/в чда	ГОСТ 4166—76
бромфеноловый синий чда	ТУ-09-3719—83
азотнокислое серебрю, х.ч,	ГОСТ 1277—75
лимонная кислота х.ч,	ГОСТ 3652—74

2.3. Приборы и посуда

Хроматографическая пластинка «Силуфол» (ЧССР), хроматографическая камера, пипетки и микропипетки разные, колбы мерные, склянки с притертой пробкой, стеклянные палочки, стеклянные воронки, делительные воронки, фарфоровые чашки, фильтровальная бумага, обезжиренная вата, ступка.

Приготовление стандартного раствори сульфидофоса. На торсионных весах взвешивают10 мг препарата и растворяют в мерной колбе 100 мл ацетона. В одном мл содержится 1 мкг препарата.

Приготовление проявляющего реактива. Смесь растворов бромфенол-синего и азотнокислого серебра.

1) 0,5 %-ный водноацетоновый раствор азотнокислого серебра (1 : 3);

2) 0,05 г бромфенолсинего растворяют в 10 мл ацетона. Последний разбавляют раствором азотнокислого серебра до объема 100 мл. Раствор хранят в холодильнике. Срок хранения 10 дней.

Лимонная кислота 2 %-ный раствор. Необходима для осветления фона пластинки после опрыскивания проявляющей смесью.

2.4. Описание определения

2.4.1. Экстракция и очистка

Ткани животных. Исследуемые пробы мышц, печени, почек, сердца, легких и др. весом 10 г тщательно измельчают, переносят в склянки с притертой пробкой, добавляют 10—15 г сернокислого безводного натрия, перемешивают стеклянной палочкой и экстрагируют 30 мл хлороформом при комнатной температуре в течение одного часа.

Затем экстракт фильтруют через смоченный бумажный фильтр в фарфоровую чашку и упаривают досуха. Сухие остатки растворяют в 5 мл 20 %-ном спиртоводном растворе. Экстракт переносят в делительную воронку, сюда же добавляют 25 мл дистиллированной воды и 30 мл хлороформа. Осторожно смесь взбалтывают в течение 2-х минут. Отделяют хлороформ и упаривают досуха. Сухие остатки растворяют в 0,5 мл ацетона и хроматографируют.

Молоко. Пробы молока (10 мл) переносят в склянки, добавляют 30 мл ацетона и взбалтывают в течение 2-х минут. Затем экстракт фильтруют через вату в фарфоровую чашку, добавляют 70 мл дистиллированной воды и ставят в морозильную камеру холодильника на 1 час. После чего экстракт через обезжиренный слой ваты фильтруют в делительную воронку и экстрагируют с 30 мл хлороформом в течение 2-х минут. Отделяют хлороформ и упаривают досуха. Сухие остатки растворяют в 5 мл 20 %-ном спиртоводном растворе. Дальнейший ход анализа такой же как и при определении препарата в тканях животных.

Зеленые растения (клевер, трава и т. д.). Пробы весом 5 г измельчают, переносят в склянки с притертой пробкой, добавляют 10 г безводного сернокислого натрия, перемешивают стеклянной палочкой и экстрагируют 30 мл хлороформа при комнатной температуре в течение одного часа. Затем экстракт фильтруют через смоченный хлороформом бумажный фильтр в фарфоровую чашку и упаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 5 мл 20 %-ном спиртоводном растворе, перемешивая

стеклянной палочкой. Экстракт фильтруют через смоченный спиртоводным раствором ваты в делительную воронку. Дальнейший ход анализа такой же, как и при определении препарата в тканях животных.

2.4.2. *Хроматографирование.* Анализируемый экстракт наносят при помощи микропипетки в одну точку на расстоянии 1,5—2 см от края пластинки так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Справа и слева от пробы на расстоянии 2 см наносят стандартный раствор содержащий 0,5; 1 и 5 мкг препарата. Пластинки с нанесенными растворами помещают в камеру для хроматографирования, в которую налита смесь н-гексана и ацетона в соотношении 20 : 80. Край пластинки с нанесенными растворами должен быть погружен в растворитель не более чем на 0,5 см. Пластинку выдерживают в камере до тех пор, пока фронт растворителя не поднимется на высоту 10 см. После чего ее вынимают отмечают фронт растворителя, подсушивают на воздухе и опрыскивают сначала смесью растворов бромфенолового синего и азотнокислого серебра. Затем пластинки опрыскивают 2 %-ным раствором лимонной кислоты. В присутствии сульфидофоса сразу же после опрыскивания на желтом фоне сорбента появляются ярко синие пятна в зависимости от концентрации препарата. Чувствительность метода составляет 0,05 мг/кг Rf – сульфидофоса равна 0,5. Точность метода в зависимости от объекта составляет 80—90 ± 10 %.

2.5. Обработка результатов

Расчет производят по формуле:

$$X = \frac{x \cdot C}{c \cdot в}, \text{ где}$$

X – содержание препарата, мг/кг, мг/л;
x – площадь пятна исследуемой пробы, мм^2;
c – площадь пятна стандарта, мм^2;
C – количество препарата в стандарте, мкг;
$в$ – навеска пробы, г.

3. Требования безопасности

Соблюдаются требования безопасности обычно рекомендуемые для работы с химическими реактивами и фосфорорганическими соединениями.

Настоящие методические указания разработаны Т. Г. Аббасовым и Г. У. Узаковой (ВНИИ ветеринарной санитарии).

gost.e-ecolog.ru