

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 7

МОСКВА 2009

**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 7**

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.—80 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 13.04.09

Формат 60x88/16

Печ. л. 5,0

Тираж 200 экз.

Заказ 26

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

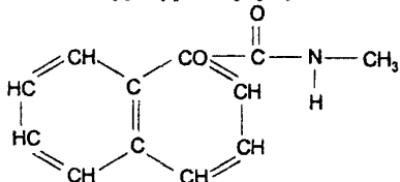
|   |    |
|---|----|
| Определение амидофоса в молоке и мясе тонкослойной хроматографией .....   | 4  |
| Определение ДДТ, ДДЭ, ДДД, линдана и ТХМ-3 в молоке и молочных продуктах газожидкостной хроматографией .....  | 8  |
| Определение ДДВФ в молоке и воде газохроматографическим и колориметрическим методами .....  | 12 |
| Определение диазинона и дурсбана в молоке и тканях животных газожидкостной хроматографией .....   | 18 |
| Определение метил- и этилмеркурхлорида в продуктах животного происхождения, кормах и почве газожидкостной хроматографией .....                      | 21 |
| Определение альфа- и гамма-изомеров гексахлорциклогексана в кормах и продуктах животноводства газожидкостной хроматографией .....                   | 26 |
| Определение гамма- изомера гексахлорциклогексана и фенотиазина в продуктах животного происхождения тонкослойной хроматографией .....                | 29 |
| Ускоренное определение ДДГ в пищевых продуктах .....  | 34 |
| Определение полихлоркамфена в кормах, продуктах животноводства и птицеводства газожидкостной хроматографией.....                                    | 38 |
| Определение байтекса в молоке и мясе тонкослойной хроматографией .....  | 41 |
| Колориметрическое определение хлорофоса в продуктах растительного происхождения (капуста, картофель, зерно, огурцы, яблоки) и молоке .....          | 45 |
| Определение хлорофоса в воде, фруктах, овощах, молоке, мясе и кормах хроматографией в тонком слое .....   | 51 |
| Определение остаточных количеств севина в молоке и молочных продуктах методом газожидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов ..... | 56 |
| Методика определения варбекса в молоке и тканях животных с помощью газо-жидкостной хроматографии .....  | 61 |
| Методические указания по определению ДДВФ в молоке и воде методом газо-жидкостной хроматографии.....  | 64 |
| Методические указания по определению метил- и этилмеркурхлорида в пищевых продуктах, кормах и почве методом газовой хроматографии.....              | 67 |
| Методические указания по определению хлорорганических пестицидов в сырье для производства детских сухих молочных смесей .....                       | 72 |
| Методические указания по определению диквата в воде, молоке фотометрическим методом .....   | 76 |

# **Определение остаточных количеств севина в молоке и молочных продуктах методом газожидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов**

## **Характеристика препарата**

Севин – (N-метил-I-нафтилкарбамат) является инсектоакарицидом широкого спектра действия. Он применяется в растениеводстве для борьбы с вредителями и болезнями корнеплодов, бобовых, бахчевых культур, кормовых трав, фруктовых плодов, хлопчатника. В ветеринарии он используется против эктопаразитов крупного рогатого скота и птиц.

Структурная формула



Мол. вес. 201,23

Синонимы: карбамат, карбарил, препарат 7744, кариолин, арилат, пан-Трил, севколь, денапон, севинокс.

В чистом виде севин представляет собой белое кристаллическое вещество, почти без запаха, с температурой плавления 142 °C, хорошо растворим в полярных и плохо растворим в обычных растворителях. В воде растворяется менее 0,1 %. При комнатной температуре севин устойчив к действию света и кислорода воздуха. В щелочной среде быстро гидролизуется. В сельском хозяйстве севин используется в виде смешивающихся порошков с содержанием 50 и 95 % действующего начала и в виде 7,5 % дустов.

### **Принцип метода\***

Метод основан на определении севина в молоке и молочных продуктах путем гидролиза очищенного от примесей экстракта с последующим бромированием I-нафтоля, образовавшегося при наличии севина в пробе и газохроматографического определения с детектором по захвату электронов этого бромпроизводного. Чувствительность метода составляет 0,02 мг/кг. Процент определения 75—95 %.

### **Реактивы и растворы**

Н-гексан, хч, перегнанный

Ацетон, хч, перегнанный

Хлороформ, хч, перегнанный

Бензол, хч, перегнанный

Диметилформамид – вода (3 : 1)

Натрий серно-кислый, хчда, безводный

Натрий хлористый, хч, насыщенный раствор

Калия оксалат, хч, 5 % водный раствор

Кислота уксусная, хч, ледяная

Кислота серная, хч, концентрированная

Йод кристаллический

Бром жидкий, 5 % раствор в уксусной кислоте, насыщенной кристаллами йода.

Стандартные растворы с содержанием севина по 25 мкл/мл и 5 мкг/мл в ацетоне.

### **Приборы и посуда**

Микрошприц на 5 мкл

Стекловата

Колбы мерные на 100 мл

Колбы круглодонные со шлифом ёмкостью 100 и 250—300 мл

Цилиндры мерные на 100 и 50 мл

Воронки делительные на 350—400 мл

Воронки химические

Пробирки термостойкие со шлифами на 10—15 мл

\* Разработано Всесоюзным научно-исследовательским институтом молочной промышленности и Всесоюзным орденом Ленина институтом экспериментальной ветеринарии (Ж. И. Маневич, В. В. Молочников, Н. И. Жаворонков).

Утверждено 23 января 1975 г., № 1219-75.

Держатель для пробирок  
Пипетки на – 1 мл, 2 и 5 мл  
Баня масляная с контактным термометром на 140 °С  
Ротационный испаритель  
Хроматографическая колонка длиной 1,5 м, диаметром 3 мм  
Газожидкостной хроматограф с детектором по захвату электронов.

### Описание определения

#### Экстракция. Молоко и цельномолочные продукты, сыворотка, пахта

25 мл продукта помещают в делительную воронку на 250—300 мл, приливают 5 мл оксалата калия и 5 мл насыщенного раствора натрия хлористого, перемешивают, приливают 100 мл ацетона, энергично встряхивают в течение 1—2 минут, затем добавляют 100 мл хлороформа и вновь встряхивают 2—3 минуты. Оставляют воронку в покое до полного разделения фаз (5 минут), 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) и охлаждают под струей холодной воды.

#### 30—50 % сливки

5 г продукта отвешивают в стаканчик, приливают 10 мл насыщенного раствора хлористого натрия, переносят содержимое стаканчика в делительную воронку емкостью 250—300 мл, приливают 40 мл ацетона, обмывая им стаканчик и встряхивают делительную воронку 1—2 минуты. Затем добавляют 70 мл хлороформа и вновь встряхивают 2—3 минуты. Оставляют воронку до полного разделения фаз. Нижний слой сливают в круглодонную колбу емкостью 250 мл и выпаривают досуха на ротационном испарителе. Сухой остаток смывают 5 мл раствора диметилформамида в воде (3 : 1), охлаждают и очищают от жира.

#### Творог

10 г творога отвешивают в фарфоровую чашку, растирают с 10 мл насыщенного раствора хлористого натрия, переносят в делительную воронку емкостью 250—300 мл, приливают 80 мл ацетона, встряхивают 1—2 минуты, добавляют 100 мл хлороформа и встряхивают 1—2 минуты. Оставляют воронку в покое до полного разделения фаз. Нижний слой сливают в круглодонную колбу и выпаривают досуха на рота-

ционном испарителе. Сухой остаток смывают 5 мл раствора диметилформамида в воде (3 : 1) и охлаждают.

### **Масло**

2 г масла растапливают в стаканчике при 40—45 °C, приливают 5 мл раствора диметилформамида в воде (3 : 1), охлаждают и очищают от молочного жира.

### **Очистка экстрактов от молочного жира**

Охлажденные экстракты пестицидов из молока и молочных продуктов фильтруют через 5—7 г безводного сульфата натрия в делительную воронку на 250—300 мл. Промывают колбу и сульфат натрия 15 мл того же раствора диметилформамида порциями по 5 мл, приливают 60 мл дистиллированной воды, 5 мл насыщенного раствора хлористого натрия и 80 мл бензола. Встряхивают 1—2 минуты. Нижний слой отбрасывают, а верхний бензольный слой дважды промывают дистиллированной водой по 50 мл. Затем бензольную фракцию высушивают, фильтруя через бензольный сульфат натрия в круглодонную колбу со шлифом емкостью 100 мл. Делительную воронку и сульфат натрия промывают 20 мл бензола порциями по 10 мл. Бензол выпаривают на ротационном испарителе досуха и бромируют.

### **Бромирование экстрактов пестицида**

К сухому остатку приливают 2 мл ледяной уксусной кислоты, 10 капель концентрированной серной кислоты и оставляют стоять 5 минут. Затем приливают 0,2 мл уксусной кислоты, насыщенной кристаллами йода и содержащей 5 % жидкого брома (по объему). К колбе с содержимым присоединяют обратный холодильник и нагревают 10 минут при 120—130 °C, промывают холодильник 5 мл дистиллированной воды, охлаждают содержимое колбы и вносят 2 мл гексана. Встряхивают 1 минуту, сливают содержимое в пробирку и 1 мл верхнего слоя переносят в пробирку с притертой пробкой. Выпаривают гексан до тех пор, пока весь йод не будет устранен (1—2 впариваний бывает достаточно). Остаток растворяют в 2 мл гексана и 2,5—5,0 мкл этого раствора вводят в хроматограф.

### **Условия хроматографирования**

Хроматограф ЛХМ-8МД "П", снабженный детектором по захвату электронов. Источник радиоактивности  $\text{Ni}^{63}$ , скорость протяжки ленты 0,6 см/мин.

Напряжение питания ДЭЗ — 5в

### Рабочая шкала электрометра № I ( $3 \cdot 5 \cdot 10^{-11}$ )

Длина стеклянной колонки 1,5 м, внутренний диаметр 3 мм, колонка заполнена хромосорбом W (100—120 меш), промытым кислотой, силианизированным и содержащим 5 % ПМФС-4. Перед работой колонка продувается при 230 °C в течении 5—7 часов при скорости газа — азота 40 мл/мин.

|                                       |             |
|---------------------------------------|-------------|
| Температура колонки                   | – 210 °C    |
| Температура испарителя                | – 250 °C    |
| Температура детектора                 | – 240 °C    |
| Скорость газа-носителя                | – 80 мл/мин |
| Время удерживания производного севина | – 6,5 мин   |

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартами по высоте пиков и вычисляют по формуле:

$$C_{\text{севина}} = \frac{H_m \cdot C_{\text{ст}}}{H_{\text{ст}} \cdot A} \text{ мг/кг, где}$$

$H_m$  — высота пиков анализируемых проб, в мм;

$H_{\text{ст}}$  — высота пика стандарта, в мм;

Объем гексанового раствора, из которого отбирали аликовту для ввода в хроматограф, (2мл);

Объем аликовты в мкл, (5 мкл);

$A$  — навеска анализируемого вещества в 1 л продукта

$C_{\text{ст}}$  — концентрация стандарта, в нг.

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