

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

**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

Тираж 200 экз.

Печ. л. 4,5
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

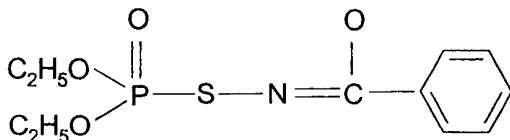
| | |
|--|----|
| Энзиматическое агар-диффузное определение фосфорорганических инсектицидов в продуктах животного происхождения | 4 |
| Определение полихлорпинена и полихлоркамфена в воздухе, воде, почве, картофеле и свекле, мясе, молоке, тканях внутренних органов животных, крови, моче тонкослойной хроматографией | 8 |
| Определение севина в молоке и молочных продуктах газожидкостной хроматографией | 17 |
| Определение фосфамида в молоке и тканях животных газожидкостной хроматографией | 20 |
| Определение фталатофоса 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 пропосура 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, мясoproдуктах, яйцах, рыбе, молочных продуктах, шоколаде, почве колориметрическим способом или при помощи тонкослойной хроматографии | 62 |

Газохроматографический метод определения валексона в молоке, органах и тканях животных*

Валексон – фосфорорганический инсектицид, применяется против грызущих насекомых.

Действующее начало препарата – O,O-Диэтил-тиофосфорил – α – оксимино-фенилнитрил уксусная кислота.

Имеет следующую структурную формулу:



В чистом виде – прозрачная жидкость соломенно-желтого цвета. Молекулярный вес 298,31, температура кипения 102° при 0,01 мм рт. ст., плотность $D^{20} = 1,176$. В воде практически нерастворим, хорошо растворим в этиловом спирте, ацетоне, ароматических углеводородах и петролейном эфире.

LD₅₀ о валексона при внутреннем введении, для белых крыс – 1880—2060 мг/кг, для белых мышей – 1840—2200 мг/кг, для кроликов – 250—375 мг/кг.

Допустимые остаточные количества в молоке, органах и тканях животных, рыбе и предельно допустимая концентрация в воде рыбохозяйственных водоемов не установлены.

Принцип метода

Метод основан на извлечении валексона из исследуемого материала ацетоном, перегонки из водно-ацетонового слоя гексаном, упаривании и переведении остатка в ацетон с последующим определением на хроматографе с термоионным детектором.

Реактивы и растворы

1. Ацетон хч.
2. Н-гексан хч.
3. Сульфат натрия безводный.
4. Стандартный раствор валексона в ацетоне (1 нг/мкл).

* Метод разработан во Всесоюзном научно-исследовательском институте ветеринарной санитарии. Авторы: кандидат ветеринарных наук В. В. Лещёв и аспирант Б. А. Королёв. Утверждено 22 сентября 1975 г., № 1350-75.

Приборы и посуда

1. Газовый хроматограф марки «Цвет-5» или аналогичный прибор, снабженный термоионным детектором.
2. Хроматографическая стеклянная колонка, длиной 350 мм, диаметром 3 мм, заполненная хроматоном N – AW отмытым серной кислотой (120—150 меш), пропитанным 3 % SE – 30.
3. Микрошприц на 10 мкл.
4. Слянки с притертой пробкой, на 100 мл,
5. Цилиндры на 50 и 100 мл.
6. Пипетки на 10 мл.
7. Делительные воронки на 250 мл,
8. Пробирки с притертой пробкой, градуированные.
9. Фарфоровые чашки.
10. Марля.
11. Фильтры обеззоленные.

Экстракция валексона из молока, органов и тканей и очистка экстрактов

10 мл молока или 10 г измельченной ткани животного помещают в склянку с притертой пробкой, заливают 30 мл ацетона, размешивают стеклянной палочкой и помещают в холодильник на 1 час, через каждые 15 минут склянку встряхивают. Затем сливают через тройной слой марли в делительную воронку. Склянку ополаскивают 10 мл ацетона, смыв сливают в эту же делительную воронку. После чего в делительную воронку с экстрактом наливают 40 мл дистиллированной воды, воронку встряхивают, добавляют в нее 40 мл н-гексана, еще раз встряхивают в течение 2 минут, затем ставят в штатив. После разделения верхний гексановый слой декантируют в фарфоровую чашку, добавляют 0,5 г сульфата натрия безводного и упаривают в токе воздуха досуха. Чашку ополаскивают 5 мл ацетона, который сливают в градуированную пробирку с притертой пробкой, доводят объем до 5 мл, добавляют 0,5 г сульфата натрия и исследуют на газовом хроматографе «Цвет-5» или другом приборе с термоионным детектором.

Условия хроматографирования

Хроматограф «Цвет-5», детектор термоионный. Рабочая шкала электрометра $2,5 \times 10^{-10}$ А. Скорость протяжки ленты самописца 10 мм/мин. Длина колонки стеклянной 350 мм, внутренний диаметр 3 мм. Колонка заполнена SE – 30(3 %) на хроматоне N-AW, отмытым

серной кислотой (120—150 меш). Температура колонки 160°, температура испарителя 160—165°. Скорость газа-носителя азота 22 мл/мин, водорода — 14 мл/мин, воздуха — 400 мл/мин. Объем пробы, вводимой в испаритель 5 мкл. Линейность детектирования соблюдается в пределах от 0,1 нг до 2 нг. Минимальное детектируемое количество 0,1 нг. Время удерживания 2,1 мин.

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом по высоте пиков. Процент обнаружения валексона в молоке $82 \pm 5\%$, органах и тканях животных $80 \pm 6\%$. Чувствительность метода 0,01 мг/кг веса.

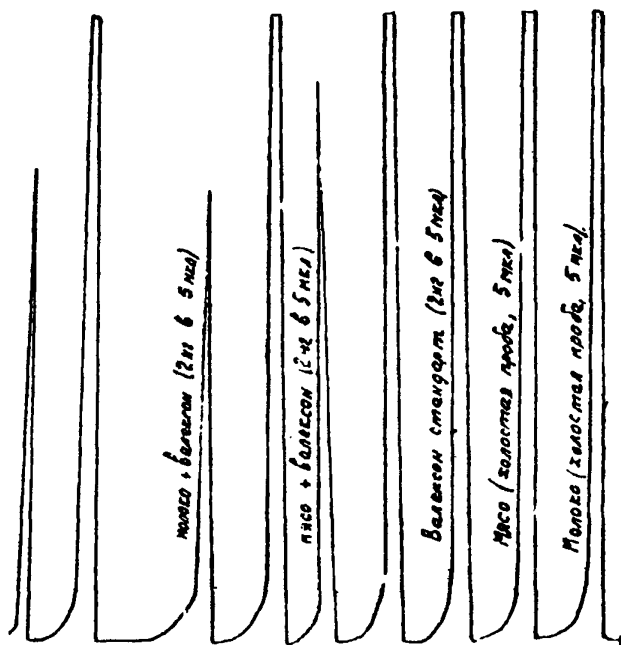


Рис. Хроматограмма экстрактов мяса, молока из образцов с добавками 2 нг валексона