

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 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 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

## Определение фосфамида в молоке и тканях животных газожидкостной хроматографией

**Принцип метода.** Метод\* основан на определении фосфамида в экстрактах из проб с помощью хроматографа с термоионным детектором. Чувствительность метода 0,1 нг фосфамида в пробе, вводимой в хроматограф. Полнота определения в молоке  $82 \pm 2,5 \%$ , в органах и тканях  $72,5 \pm 2,5 \%$ .

### Реактивы и растворы

Ацетон х. ч.

Хлороформ х. ч.

1 %-ный раствор уксусной кислоты.

Сульфат натрия безводный.

Стандартный раствор фосфамида в ацетоне.

Носитель – силанизированный хромосорб W или хроматон N (80—100 меш).

### Приборы и посуда

Хроматограф «Цвет-5» или другой марки.

Колонка стеклянная 1 000 × 3 мм, заполненная ХЕ-60 (3 %) и эпитотом 1001 (0,3 %) на силанизированном хромосорбе W (80—100 меш).

Микрошприц.

Прибор для отгонки растворителей.

Пробирки на 10 мл, градуированные с притертой пробкой.

**Ход анализа.** *Молоко, органы и ткани животных.* 10 мл молока помещают в коническую колбу с притертой пробкой, добавляют 50 мл ацетона и 0,1 мл 1 %-ного раствора уксусной кислоты. Содержимое колбы встряхивают 5 мин, затем фильтруют через вату в колбу прибора для отгонки растворителей. Ацетон отгоняют до объема 10 мл. После охлаждения содержимое колбы сливают в делительную воронку, где дважды проводят экстракцию хлороформом по 15 мл. Нижний хлороформный слой сливают в фарфоровую чашку, упаривают под тягой, остаток подсушивают 0,5 г безводного сульфата натрия и растворяют в 5 мл ацетона. Экстракт исследуют на хроматографе «Цвет-5» или другом приборе с термоионным детектором.

*Ткани внутренних органов.* 10 г измельченной ткани заливают 30 мл ацетона, размешивают стеклянной палочкой и помещают в холо-

---

\* В. В. Лещев, Г. Г. Аббасов (ВНИИВС).

дильник на 1 ч. Экстракт фильтруют через ватный фильтр в колбу прибора для отгонки растворителей. Слянки ополаскивают 10 мл ацетона, смывы сливают в ту же колбу, добавляют 5 мл дистиллированной воды и 0,1 мл 1 %-ного раствора уксусной кислоты. Определение проводят, как описано для молока.

### Условия хроматографирования

Хроматограф «Цвет-5» с термоионным детектором. Рабочая шкала электрометра  $2,5 \cdot 10^{-12}$  А. Скорость движения ленты самописца 1 см/мин. Температура колонки 190, испарителя 220 °С. Скорость газ-носителя (азот) 23 мл/мин, водорода 14, воздуха – 400 мл/мин. Объем пробы, вводимой в испаритель, 5 мкл. Линейность детектирования соблюдается в пределах от 0,1 до 1 нг. Минимально детектируемое количество фосфамида 0,1 нг. Время удерживания фосфамида – 2,3 мин.

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом по высоте пиков. (Формулы расчета на с. 20, 334)

$$X = \frac{C \cdot S_2 \cdot V_2}{S_1 \cdot V_1 \cdot P} \text{ или } X = \frac{C \cdot H_2 \cdot V_2}{H_1 \cdot V_1 \cdot P}, \text{ где}$$

$X$  – количество препарата, мг/л или мг/кг;

$C$  – количество препарата в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мкг;

$S_1$  – площадь пика стандартного раствора препарата, введенного в хроматограф, мм<sup>2</sup>;

$H_1$  – высота пика стандартного раствора, введенного в хроматограф, мм;

$S_2$  – площадь пика препарата в пробе, мм<sup>2</sup>;

$H_2$  – высота пика препарата в пробе, мм;

$V_1$  – объем экстракта, введенного в хроматограф, мкл;

$V_2$  – общий объем экстракта после упаривания, мл;

$P$  – масса или объем анализируемой пробы, мл или г.

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

$X$  – содержание пестицида в пробе, мг/кг или мг/л;

$C$  – количество пестицида, найденное по калибровочному графику, нг;

$V$  – конечный объем раствора, из которого отбирают аликвоту для хроматографирования, мл;

$V_a$  – объем аликвоты, вводимый в хроматограф, мкл;

$P$  – масса или объем анализируемой пробы, г или мл.