

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

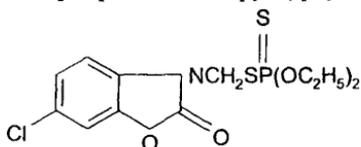
# Определение фозалона в молоке и тканях животных, траве, свекле, картофеле и комбикорме с помощью тонкослойной хроматографии\*

## Характеристика препарата

Фозалон (бензофосфат) – фосфорорганический инсектицид, является одним из перспективных заменителей ДДТ. Рекомендован для применения на овощах, полевых, технических к другим сельскохозяйственных культурах.

Предполагается широкое испытание этого препарата для борьбы с вредителями леса.

Действующее начало препарата – О,О-Диэтил-S-(6-хлорбензоксазолинил-3-метил)-дитиофосфат. Имеет структурную формулу:



В чистом виде белое кристаллическое вещество с чесночным запахом, т.пл. 45—47 °С. Он практически нерастворим в воде, хорошо растворим во многих органических растворителях.

ЛД<sub>50</sub> для крыс 135 мг/кг, для мышей 180 мг/кг.

## Принцип метода

Метод основан на экстрагировании фозалона из исследуемых проб, очистке экстрактов и хроматографическом разделении в тонком слое на пластинках «Силуфол». Для проявления хроматограмм используют 10 %-ный раствор 2-феноксизтанаола с AgNO<sub>3</sub> в ацетоне.

## Реактивы и растворы

Ацетон хч

Н-гексан хч

Бензол хч

Уксусная кислота ледяная

\* Метод разработан во Всесоюзном научно-исследовательском институте ветеринарной санитарии. Авторы кандидаты ветеринарных наук В. В. Лещёв и Г. А. Таланов, утвержден 20 декабря, № 1552-76.

Стандартный раствор фозалона в гексане.

Проявляющий реактив 0,05 г  $\text{AgNO}_3$  растворяют в 1 мл воды и доводят объем до 100 мл 10 % р-м 2-феноксизтанола в ацетоне.

### **Приборы и посуда**

Пластинки для хроматографии «Силуфол»

Склянки с притертой пробкой на 100 мл

Делительные воронки на 250 мл

Цилиндры на 50 мл

Фарфоровые чашки

Водяная баня

Аппарат ФЭН

Лампа ПРК-4

Фильтры бумажные

Пробирки с притертой пробкой, градуированные на 1 мл

Микропипетки на 0,1 мл

Пипетки на 5 мл

Пульверизатор стеклянный

Эксикатор для хроматографической разгонки. На дно эксикатора помещают чашку Петри с подвижным растворителем

### **Экстракция фозалона из биологических субстратов 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 и упаривают в токе воздуха, досуха.

10 г измельченной свеклы помещают в склянку с притертой пробкой, заливают 30 мл ацетона, размешивают стеклянной палочкой и экстрагируют в течение 1 часа при комнатной температуре, встряхивая через каждые 15 минут. Затем содержимое склянки сливают через двойной слой марли в делительную воронку. Склянку ополаскивают 10 мл аце-

тона. 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, встряхивают в течение 2 минут. После разделения верхний гексановый слой декантируют в фарфоровую чашку и упаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 1 мл н-гексана и сливают в градуированную пробирку с притертой пробкой и хроматографируют.

10 г измельченного картофеля помещают в склянку с притертой пробкой, заливают 40 мл ацетона, добавляют 0,5 мл ледяной уксусной кислоты, размешивают стеклянной палочкой и экстрагируют в течение 1 часа при комнатной температуре, встряхивая через каждые 15 минут. 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 100 мл дистиллированной воды, воронку встряхивают, добавляют в нее 50 мл н-гексана. Делительную воронку встряхивают в течение 2 минут. После разделения верхний гексановый слой декантируют в фарфоровую чашку и упаривают в токе воздуха досуха.

10 г измельченной травы помещают в склянку с притертой пробкой заливают 50 мл теплой воды (+ 40°), добавляют 0,5 мл ледяной уксусной кислоты, размешивают стеклянной палочкой и оставляют на 18 часов при комнатной температуре, после чего воду сливают. Траву в склянке заливают 5 мл ацетона, встряхивают, добавляют 50 мл н-гексана подогретого до t° 40°, экстрагируют в течение часа на водяной бане при t° 40°. Затем гексан сливают в делительную воронку, ополаскивают склянку 10 мл подогретого гексана, который сливают в эту же делительную воронку. Добавляют 60 мл дистиллированной воды, воронку встряхивают в течение 2 минут. После разделения жидкостей декантируют верхний гексановый слой в склянку с притертой пробкой, которую помещают на 1 час в морозильную камеру холодильника. После чего сливают через бумажный фильтр в фарфоровую чашку, упаривают в токе воздуха.

10 г комбикорма помещают в склянку с притертой пробкой, заливают 40 мл ацетона, добавляют 0,5 мл ледяной уксусной кислоты, размешивают стеклянной палочкой и помещают в холодильник на 1 час, через каждые 15 минут встряхивают. Затем сливают через тройной слой марли в другую склянку с притертой пробкой. Ополаскивают первую склянку доливают в нее 25 мл дистиллированной воды и помещают на 2 часа в морозильную камеру холодильника. После чего содержимое

склянки сливают через бумажный фильтр в делительную воронку. Складку и фильтр ополаскивают 5 мл охлажденного ацетона, который сливают в эту же воронку. Доливают 75 мл н-гексана, встряхивают делительную воронку в течение 1 минуты. После разделения жидкостей сливают верхний гексановый слой в фарфоровую чашку, упаривают под током воздуха.

### Хроматографирование

На хроматографическую пластинку «Силуфол» на расстоянии 15 мм от нижнего края при помощи микропипетки наносят 0,1 мл исследуемого экстракта, подсушивая точку нанесения при помощи ФЭНа. Слева и справа от пробы на расстоянии 20 мм, наносят 0,2, 0,5 и 1 мл стандартного раствора фозалона.

Пластинку с нанесенным раствором помещают в эксикатор, на дно которого установлена чашка Петри с подвижным растворителем бензол. После того, как растворитель поднимется на пластинке на высоту 10 см, пластинку вынимают из камеры и сушат в течение 1 минуты под током воздуха в вытяжном шкафу.

Для проявления препарата пластинку опрыскивают 10 %-ным ацетоновым раствором 2-феноксизэнола с азотно-кислым серебром, сушат под током воздуха 2 минуты и облучают ультрафиолетовыми и инфракрасными лучами (лампа ПРК-4).

Фозалон проявляется в виде пятна синего цвета.

Величина  $R_f$  препарата 0,34—0,36.

Процент обнаружения фозалона в молоке, органах и тканях животных, свекле, картофеле, траве и комбикорме около 75 %.

Чувствительность метода 0,2 мг/кг веса.