

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. Овощенко от 08.12.2008 № 67.

**ББК 51.23**

Технический редактор Г. И. Климова

Подписано в печать 13.04.09

Формат 60x88/16

Тираж 200 экз.

Печ. л. 5,0  
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 ДДТ 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 альфа- и гамма-изомеров гексахлорциклогексана в кормах и продуктах животноводства газожидкостной хроматографией**

**Принцип метода.** Метод\* основан на окислении органических веществ растительного и животного происхождения серной кислотой и извлечении гексахлорана посредством перегонки с последующей экстракцией гексаном. Определение изомеров ГХЦГ проводится на хроматографе с детектором по захвату электронов. Полнота определения пестицида достигает 100 %, а чувствительность метода 0,004 мг/кг.

### **Реактивы и растворы**

н-Гексан чда.

Серная кислота концентрированная плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>.

Стандартный раствор технического ГХЦГ и гамма-изомера ГХЦГ в гексане (1 и 0,1 мкг/мл).

### **Приборы и посуда**

Хроматограф «Цвет-5» или другой марки с детектором по захвату электронов.

Микрошприц.

Прибор для перегонки, состоящий из делительной воронки вместимостью 250 мл, холодильника длиной 250—300 мм и колбы на 1 л. (см. рисунок).

Мерные колбы вместимостью 50 мл.

Фарфоровые чашки для выпаривания на 50—100 мл.

Измельчитель тканей или мясорубка.

Баня водяная электрическая.

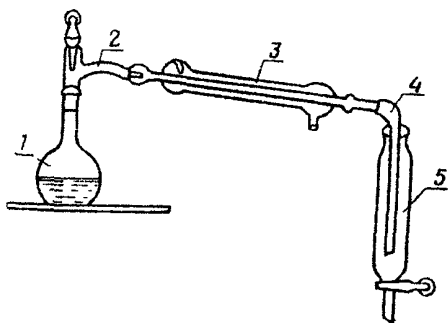
Пипетки вместимостью 1, 2, 10 и 25 мл.

Пипетка клювик на 10—20 мл.

Боксы стеклянные вместимостью 8—10 мл.

---

\* В. М. Белоносов, В. В. Ермаков (ВНИИВС).



**Рис.** Установка для отгона и экстракции

1 – колба для отгона; 2 – переход от колбы к холодильнику с заглушенным верхним отводом; 3 – холодильник; 4 – аллонж с оттянутым концом; 5 – делительная воронка с отметкой 30 мл. Для нагревания колбы используют электроплитку с закрытой спиралью. Кроме того, на плитку кладут асбестовую сетку. Все шлифы в установке стандартные.

**Ход анализа.** 25 г мяса, сена, комбикорма или молока помещают в круглодонную колбу вместимостью 1 л. Пипеткой в колбу вносят 20 мл концентрированной серной кислоты. При этом колбу снаружи охлаждают холодной водой. Содержимое колбы перемешивают и оставляют на 10 мин, добавляют 20 мл гексана и 100 мл холодной воды. Колбу присоединяют к холодильнику посредством шлифа и нагревают до кипения. Дистиллят собирают в делительную воронку вместимостью 250 мл до тех пор, пока объем дистиллята не достигнет 70—75 мл. Водную фазу сливают в другую делительную воронку, а органическую (гексановую) фазу – в мерную колбу на 50 мл.

Соединительные трубки и холодильник промывают тремя порциями по 3 мл гексана, который выливают в первоначальный экстракт. Из водной фазы дистиллята ГХЦГ трижды экстрагируют гексаном (порциями по 5—7 мл), сливая его в ту же мерную колбу. Объем экстракта доводят до 50 мл гексаном, хорошо перемешивают и исследуют на хроматографе. Если ГХЦГ не обнаруживается, экстракт упаривают на водяной бане при температуре 35°. В конце упаривания чашку покачивают, чтобы ускорить удаление растворителя. Остаток растворяют в 0,5—1 мл гексана.

### Условия хроматографирования

Скорость протяжки ленты 10 мм/мин. Рабочая шкала электрометра  $1 \cdot 10^{-10}$  А. Стеклянная колонка  $1000 \times 3$  мм. Наполнение колонки – хромосорб W (80—100 меш), покрытый метилсилоксаном SE-30 (5 %). Температурный режим испарителя 220, колонок 190, детектора 220 °С. Скорость газа-носителя (азота) 60 мл/мин. В испаритель вводят 2—5 мкм рабочего раствора пестицида в гексане или экстракта. Время удерживания альфа-изомера ГХЦГ 1 мин 10 с, гамма-изомера 1 мин 40 с.

Количественное определение проводят путем сравнения высот или площадей пиков исследуемого вещества из экстракта и стандартного раствора (формула расчета). Минимально детектируемое количество 0,05 мг. Линейность детектирования соблюдается в пределах 0,05—1 нг.

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

$X$  – 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.