МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 3890-1— 2013

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение остаточного содержания хлорорганических соединений (пестицидов)

Часть 1

Общие положения и методы экстракции

(ISO 3890-1:2009/IDF 75-1:2009, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт метрологии» (БелГИМ) на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии международного стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2013 г. № 44-2013)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 23 августа 2016 г. № 935-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 3890-1—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 3890-1:2009/IDF 75-1:2009 «Молоко и молочные продукты. Определение остаточного содержания хлорорганических соединений (пестицидов). Часть 1. Общие положения и методы экстракции» («Milk and milk products — Determination of residues of organochlorine compounds (pesticides) — Part 1: General considerations and extraction methods», IDT).

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 5 «Молоко и молочные продукты» Технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Продукты пищевые сельскохозяйственные» Международной организации по стандартизации (ISO) и Международной молочной федерацией (IDF).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном агентстве по техническому регулированию и метрологии.

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 2
4 Сущность метода . . . 2
5 Требования к реактивам и материалам . . . 3
6 Требования к оборудованию . . . 4
7 Отбор проб . . . 5
8 Подготовка проб . . . 6
9 Сущность метода . . . 6
10 Подготовка к испытаниям . . . 7
11 Количественное определение . . . 7
12 Подтверждающие тесты . . . 8
13 Обработка результатов . . . 8
14 Прецизионность . . . 8
15 Протокол испытаний . . . 10
Приложение А (справочное) Извлечение жира и хлорорганических соединений и определение содержания жира . . . 11
Приложение В (справочное) Анализ в присутствии полихлорированных бифенилов . . . 14
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам . . . 15
Библиография . . . 16

Введение

Международный стандарт ISO 3890/IDF 75 состоит из следующих частей под общим заголовком «Молоко и молочные продукты. Определение остаточного содержания хлорорганических соединений (пестицидов)»:

- часть 1. Общие положения и методы экстракции;
- часть 2. Методы очистки экстракта и подтверждение.

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение остаточного содержания хлорорганических соединений (пестицидов)

Часть 1

Общие положения и методы экстракции

Milk and milk products.
Determination of residues of organochlorine compounds (pesticides). Part 1:
General considerations and extraction methods

Дата введения — 2017—07—01

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Применение настоящего стандарта может быть связано с использованием опасных материалов, операций и оборудования. Настоящий стандарт не определяет все проблемы безопасности, связанные с его применением. Пользователь должен установить санитарно-гигиенические требования и определить применение регулирующих ограничений до начала их использования.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает общие положения и методы экстракции для определения остатков хлорорганических пестицидов в молоке и молочных продуктах.

Методы применяются для определения α-ГХЦГ; β-ГХЦГ; γ-ГХЦГ; альдин/диль-дрина; гептахлора и гептахлорэпоксида; изомеров ДДТ, ДДЕ, ДДД; хлордана и оксихлордана; эндрина. Специальные методы применяются для определения δ-кетоэндрина и ГХБ.

В приложении А представлен метод контроля продуктов с высоким содержанием жира.

Руководство по проведению анализов в присутствии полихлорированных бифенилов (ПХБ) приведено в приложении В.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на межгосударственные стандарты, которые являются обязательными. Для датированных ссылок применяют только указанное издание. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все его изменения):

ISO 3890-2/IDF 75-2:2009 Milk and milk products. Determination of residues of organochlorine compounds (pesticides). Part 2: Test methods for crude extract purification and confirmation. [Молоко и молочные продукты. Определение остатков хлорорганических соединений (пестицидов). Часть 2. Методы очистки экстракта и подтверждение]

ISO 5725-1:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 1: General principles and definitions [Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения]

ISO 5725-2:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method [Точность

Издание официальное

(правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения]

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют термин с соответствующим определением:

3.1 **содержание хлорорганических соединений** (contents of organochlorine compounds): Массовая доля веществ, определяемых с использованием методов, установленных в настоящем стандарте.

Примечание — Выражается в миллиграммах на килограмм, либо в пересчете на жир, либо в пересчете на продукт (для продуктов с низким содержанием жира).

4 Сущность метода

Примечание — Данный метод основан на четырехступенчатом процессе; два этапа могут быть объединены целиком или частично.

Остаточное количество пестицидов экстрагируют из пробы соответствующими растворителями так, чтобы получить максимальную эффективность экстракции остатков и минимизировать соэкстракцию любых других веществ, которые могут внести помехи в определение.

Мешающие компоненты удаляют из экстракта, чтобы получить раствор экстрагированного остатка в растворителе, который подходит для количественной оценки выбранным методом определения.

Состав хлорорганических соединений определяют посредством газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с электронозахватным детектором.

Идентичность исследуемых остатков пестицидов подтверждают в случаях их обнаружения при превышении допустимого уровня.

Интерференция ПХБ и пестицидов является давно известной проблемой в насадочных колонках и в меньшей степени в капиллярных колонках. В случае относительно высоких уровней содержания ПХБ их рекомендуется определять в соответствии с [8].

Применение различных методов приведено в таблице 1.

Таблица 1 — Применение методов определения различных соединений

Метод	α-ГХЦГ[a]	β-ГХЦГ[a]	γ-ГХЦГ[a]	Альдрин/дильдрин	Гептахлор, гептахлорэпоксид	Хлорданоксихлордан	ДДТ-[b], ДДЕ-[c], ДДД-[d] изомеры	Эндрин	δ-кетоэндрин	ГХБ[e]
A	+	+	+	+	+	+	+	+	–	–
B	+	+	+	+	+	+	+	+	–	–
C	+	+	+	+	+	+	+	+	–	+
D	+	+	+	+	+	+	+	+	–	+
E	+	+	+	+	+	+	+	+	–	+
F	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
G	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
H	+	+	+	+	+	+	+	+	–	+

\+ — метод может быть применен;
– — метод не может быть применен.
[a] ГХЦГ = 1,2,3,4,5,6-гексахлорциклогексан.
[b] ДДТ = 1,1,1-трихло-2,2-ди(4-хлорофенил) этан.
[c] ДДЕ = 1,1-дихлоро-2,2-ди(4-хлорофенил) этилен.
[d] ДДД = 1,1-дихлоро-2,2-ди(4-хлорофелен) этан.
[e] ГХБ = гексахлорбензол.

5 Требования к реактивам и материалам

5.1 Общие положения

Применяют реактивы только установленной аналитической квалификации, если не установлено иное, а также дистиллированную или деминерализованную воду или воду эквивалентной степени чистоты. Используемые воду и растворитель подвергают повторной перегонке и проверяют их чистоту (см. 5.2). Уровень загрязнения каждого используемого реактива не должен превышать предел обнаружения, установленный в 14.4. Общий уровень загрязнения всех реактивов, используемых в методе, однако, может превышать указанный передел. Адсорбенты очищают и периодически активируют в соответствии с требованиями различных аналитических методов. Контролируют их чистоту (см. 5.2.5).

Не допускается загрязнение воды, растворителя, адсорбента и т. д. пластиковыми или резиновыми материалами.

Все очищенные реактивы, адсорбенты и т. д. хранят в стеклянной посуде с притертыми стеклянными пробками или пробками из политетрафторэтилена. После очистки реактивы нельзя оставлять открытыми. В большинстве случаев защиту может обеспечить алюминиевая фольга, обработанная ацетоном.

5.2 Проверка чистоты реактивов

5.2.1 Растворители

Растворители концентрируют на коэффициент, применяемый в используемом методе. Чистоту проверяют методом ГЖХ (см. 6.2). Хроматограмма не должна показывать какую-либо мешающую примесь, концентрация которой превышает предел обнаружения, установленный в 14.4. Ацетонитрил, диметилформамид (ДМФА) и метиленхлорид экстрагируют или выпаривают в тех же объемах, которые используют в методе, и полученный раствор проверяют методом газовой хроматографии.

5.2.2 Вода

Экстрагируют 10 частей (по объему) воды с 1 частью (по объему) *н*-гексана или петролейного эфира. Отделяют органическую фазу. Концентрируют на коэффициент, применяемый в используемом методе, и проверяют на чистоту методом ГЖХ (см. 6.2).

Хроматограмма не должна показывать какую-либо мешающую примесь, концентрация которой превышает предел обнаружения, установленный в 14.4.

5.2.3 Неорганические соли

После очистки в соответствии с требованиями различных аналитических методов неорганические соли (например, хлорид натрия) и любые иные используемые водные растворы экстрагируют *н*-гексаном и петролейным эфиром. В соответствии с требованиями настоящего метода концентрируют и проверяют на чистоту методом ГЖХ (см. 6.2). Хроматограмма не должна показывать какую-либо мешающую примесь, концентрация которой превышает предел обнаружения, установленный в 14.4.

5.2.4 Вата, стекловата и кварцевое волокно

Используя аппарат Сокслета, данные материалы экстрагируют *н*-гексаном и ацетоном до тех пор, пока они не очистятся полностью от загрязняющих веществ.

5.2.5 Адсорбенты

Количество адсорбента, подходящего для использования в аналитическом методе, элюируют, используя соответствующий тип и объем смеси растворителей. Элюат концентрируют, как указано в аналитическом методе, и проверяют на чистоту методом ГЖХ (см. 6.2). Хроматограмма не должна показывать мешающую примесь, концентрация которой превышает предел обнаружения, установленный в 14.4. Активность адсорбентов регулярно проверяют.

5.2.6 Стандартные растворы

Для приготовления стандартных растворов для анализа остатков пестицидов используют вещества и реактивы с чистотой не менее 95 %.

При хранении при температуре минус 20 °С стандартные растворы обычно стабильны на протяжении 1—2 лет. Основные растворы концентрацией 1 мг/см^3, хранящиеся в холодильнике при температуре около 4 °С, обычно остаются стабильными на протяжении 2—3 мес. Свежие разбавленные растворы готовят ежедневно.

Примечание — Изменения объема, вызванные испарением растворителя, например через отверстия между стеклянной пробкой и горловиной колбы, могут стать источником погрешности.

Стандартные растворы хранят в стеклянной лабораторной посуде в холодильнике и принимают все меры предосторожности для предотвращения возможного загрязнения пластиковыми или резиновыми материалами. Стандартные растворы не должны подвергаться воздействию прямого солнечного света или ультрафиолетового излучения в течение продолжительного времени. Методы масс-спектрометрии и газожидкостной хроматографии могут быть использованы для контроля чистоты аналитических стандартов. Опыт показывает, что ошибки, допущенные при приготовлении, обращении и хранении стандартов и стандартных растворов, являются основным источником погрешности.

6 Требования к оборудованию

6.1 Общие положения

Для анализа остаточного содержания пестицидов используют тщательно очищенную стеклянную лабораторную посуду. Для очистки можно использовать горячий раствор хромовой смеси. Если используют такой раствор, то после очистки посуду ополаскивают дистиллированной водой и ацетоном и высушивают. Непосредственно перед использованием посуду ополаскивают растворителем, который будут использовать.

Для хранения стандартных растворов в посуде не используют обычные пластиковые пробки (например, из поливинилхлорида), так как они могут привести к загрязнению. Необходимы стеклянные пробки или из политетрафторэтилена (ПТФЭ). Также не используют делительные воронки с пластиковыми пробками или запорными кранами. Емкости для мытья должны быть стеклянными. Обычные пробки следует заменить на стеклянные или из ПТФЭ.

Для большинства методов определены конкретные, специально изготовленные хроматографические колонки, имеющие стеклянные или запорные краны из ПТФЭ. Верхние части колонки должны быть оснащены притертыми соединениями, которые обеспечивают присоединение резервуара с растворителем или адаптера давления. Иногда притертое соединение под пробкой может быть использовано для обеспечения всасывания, с применением подходящей колбы Бюхнера.

Можно использовать два типа испарителей растворителя. Во-первых, испаритель Kuderna-Danish[1)] (или эквивалентный) (см. [13]), используемый с фракционной колонкой или без нее и нагреваемый с помощью водяной бани. Во-вторых, различные типы ротационных пленочных испарителей, обеспечивающих нагрев до температуры приблизительно 50 °С (имеющихся в продаже), для которых необходим источник вакуума, предпочтительно водяной вакуумный насос, который может быть нагрет до температуры выше 50 °С. Влияние типа растворителя на потерю летучих пестицидов должно регулярно проверяться. Для снижения до минимума потерь пестицидов могут быть использованы пропиленгликоль, *н*-ундекан или гексадекан.

При использовании гомогенизаторов необходимо принимать меры против загрязнения пробы. Необходимо проверять гомогенизаторы с нижним приводом на предмет появления течи. Различного вида уплотняющие прокладки могут стать источником загрязнения.

Для окончательного концентрирования требуются конусообразные пробирки вместимостью около 15 $см^3$ со шлифованными соединениями размером 14 мм (что соответствует длине 80—90 мм). Это могут быть микроколонки Snyder[1)] [14]. Часто растворы доводят до небольшого конечного объема путем упаривания растворителя в потоке воздуха или азота. Для этой цели не допускается использовать резиновые трубки или трубки из ПВХ; трубки из нейлона или из ПТФЭ обычно представляют собой меньшую опасность загрязнения.

При необходимости выполняется промывка фильтровальной бумаги растворителем.

Требуются также паровые и водяные бани с соответствующей опорой для используемой в них аппаратуры.

При необходимости требуются центрифуги, способные проводить обработку эмульсии объемом в несколько сотен кубических сантиметров, с частотой вращения от 2000 до 4000 об/мин.

[1)] Пример изделий, имеющихся в продаже. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

6.2 Оборудование для газожидкостной хроматографии

Следует использовать подходящую систему ГЖХ, предпочтительно оборудованную отдельными нагревающими зонами для инжектора, детектора и термостата колонки. В большинстве случаев ввод непосредственно в колонку ГЖХ дает преимущество. Хотя выбор различных частей системы ГЖХ зависит от опыта и квалификации эксперта, ниже приведены рекомендации:

a) подтверждено, что детекторы электронного захвата (^{3}H, ^{63}Ni) являются наиболее предпочтительными при определении хлорорганических соединений. Детекторы настраивают в соответствии с инструкциями производителя. Периодически проверяют отклонения в чувствительности прибора, сверяя линейность калибровочных кривых, используя стандартные растворы пестицидов (см. 5.2.6). Детекторы ^{3}H не используют, если заданная температура превышает 225 °C;

b) предпочтительными являются колонки из кварцевого или из обыкновенного стекла длиной 1,5—3 м и внутренним диаметром 2—6 мм;

c) используют соответствующие вспомогательные материалы хорошего качества (хорошо зарекомендовали себя такие вспомогательные материалы, как Gas Chrom Q[1)], Chromosorb W-HP[1)], Anachrom Q[1)] с размером частиц 60/80, 80/100 и 100/120 меш);

d) разнообразие часто применяемых неподвижных фаз и смешанных неподвижных фаз зависит от количества и типа хлорорганических пестицидов, включающих, например:

- углеводород: Apiezon L[1)];
- метилсиликоны: DC-11[1)], DC-200[1)], OV-1[1)], QC-101[1)], SP-2100[1)], SE-30[1)];
- метилфенилсиликоны: OV-17[1)], OV-61[1)], OV-25[1)], SP-2250[1)], SE-52[1)];
- трифторпропилметилсиликоны: QF-1[1)], OV-210[1)], SP-2401[1)];
- фенилцианопропилметилсиликоны: OV-225[1)], XE-60[1)].

Аккуратно наносят неподвижные фазы на твердый носитель; соотношение зависит от выбранной комбинации «твердый носитель — фаза». В любом случае для новых колонок обязательным условием является кондиционирование в течение не менее чем 24 ч при температуре, близкой к максимально допустимой для данного типа неподвижной фазы. При заданной рабочей температуре проверяют их эффективность и селективность, используя стандартные смеси хлорорганических соединений.

Капиллярная газовая хроматография является важным методом с более высокой возможностью разделения по сравнению с методом насадочных колонок. Капиллярный метод рекомендуется в случае наличия сложных экстрактов. Однако следует быть осторожными при использовании капиллярных колонок с дезактивированными стеклянными стенками, в противном случае контролируемые химические соединения на уровне пикограммов будут потеряны из-за адсорбции на поверхности стекла. Для того чтобы этого избежать, рекомендуется использовать кварцевые капиллярные колонки.

В качестве несущего газа для насадочных колонок используют чистый сухой азот (бескислородный, при использовании электронозахватного детектора) или аргоно-метановую смесь (при использовании импульсного электронозахватного детектора) со скоростью потока в зависимости от размера и типа используемой колонки. Скорость потока контролируют в соответствии с характеристиками колонки и детектора. В целом следует убедиться, что скорость потока газа контролируется как можно точнее (от ± 0,5 до ± 1,0 % от величины потока). На всем протяжении газовых линий устанавливают фильтры с молекулярными ситами и периодически их восстанавливают. Следует удостовериться, что условия ГЖХ (т. е. длина колонки, тип неподвижной фазы, инжектор, детектор, температура колонки, расход газа и т. д.) позволяют выполнить разделение возможных присутствующих хлорорганических соединений как можно полнее.

7 Отбор проб

Важно, чтобы в лабораторию была направлена репрезентативная проба, которая на самом деле является представительной и которая не была повреждена или изменена во время транспортирования и хранения.

Рекомендуемый метод отбора проб приведен в [1].

[1)] Примеры продуктов, имеющихся в продаже. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

8 Подготовка проб

8.1 Молоко

Температуру пробы доводят до 35—40 °С, подогревая ее при необходимости на водяной бане. Пробу перемешивают тщательно, но плавно, многократно переворачивая бутыль с пробой, не допуская взбалтывания или встряхивания. Затем пробу быстро охлаждают приблизительно до 20 °С.

8.2 Сгущенное молоко без сахара

Емкость с пробой встряхивают и переворачивают. Открывают емкость, медленно переливают пробу в другую емкость, снабженную герметичной крышкой, и перемешивают, многократно переливая из одной емкости в другую, следя, чтобы в пробу попадали весь жир или другие составляющие, прилипшие к стенкам и краям первой емкости. Окончательно пробу полностью, насколько возможно, переливают во вторую емкость. Емкость закрывают.

В случае если пробы находятся в герметично закрытых консервных банках, то при необходимости, не открывая, доводят их до температуры 40—60 °С, подогревая на водяной бане. Каждые 15 мин. банку достают и энергично встряхивают. Через 2 ч банку достают и дают остыть при комнатной температуре. Полностью снимают крышку и тщательно перемешивают содержимое ложкой или лопаткой.

8.3 Сгущенное молоко с сахаром

Емкость открывают и тщательно перемешивают содержимое ложкой или лопаткой. Разнообразными вращательными движениями перемешивают верхние слои содержимого емкости с нижними слоями и со слоями, находящимися в углах емкости. В пробу должно попасть все молоко, налипшее на стенки и края емкости. Пробу полностью переносят во вторую емкость (оснащенную герметичной крышкой). Емкость закрывают.

В случае если пробы находятся в герметично закрытых консервных банках, то при необходимости, не открывая, доводят их до температуры 30—40 °С, подогревая на водяной бане. Банку открывают, переливают молоко в достаточно большую посуду, в которой его можно тщательно перемешать. Молоко перемешивают, пока вся масса не станет однородной.

В случае если пробы находятся в гибких тубах, то тубу открывают и переносят содержимое в другую емкость. Затем разрезают тубу, соскребают весь материал, прилипший к внутренним стенкам, и добавляют его к содержимому банки.

8.4 Сухое молоко

Тщательно перемешивают пробу повторяющимися движениями, вращая и переворачивая емкость. При необходимости всю пробу переносят в герметичную емкость достаточной вместимости.

8.5 Масло и молочный жир

Пробу подогревают до температуры 60 °С, пока жир не расплавится. Декантируют жир через предварительно прогретую воронку с тампоном из стекловаты.

8.6 Сыр

Жир из пробы отделяют, как описано в ISO 3890-2.

8.7 Другие молочные продукты

Необходимо обеспечить однородность проб.

9 Сущность метода

9.1 Общие положения

Перед началом проведения анализов операторы должны ознакомиться с применяемым методом. Холостые определения проводят до тех пор, пока реактивы не будут признаны удовлетворительными.

Таким же образом определяют величину извлечения (recovery) при концентрациях, соответствующих максимально допустимому уровню, пока они не будут классифицированы как удовлетворительные (см. раздел 13). Эту же процедуру без каких-либо изменений соблюдают при каждом анализе.

Если невозможно выполнить анализы в течение одного дня, то необходимо прервать их на ночь, сохранить экстракт пробы в растворенном виде в безводном растворителе в хорошо закупоренном сосуде в холодильнике при температуре 0—5 °С. Нельзя прерывать экстракцию, колоночную хроматографию и т. д.

Использование других, более современных или новых технологий, приводящих к таким же или даже лучшим результатам, обязательно должно быть обосновано.

9.2 Экстракция

Взвешивают определенное количество пробы в целых граммах (± 1 % от массы). Перед экстракцией замороженному материалу дают оттаять, так как в случае с некоторыми замороженными образцами могут возникнуть проблемы при экстракции. Каждый период гомогенизации должен длиться не менее 2 мин.

9.3 Очистка

Разделение проводят в делительной воронке в течение не менее 2 мин. каждое, энергично встряхивая и иногда снижая давление, открывая запорный кран при перевернутой воронке. Если энергичное встряхивание приводит к возникновению стойких эмульсий, то рекомендуется аккуратное длительное встряхивание. Эмульсии могут быть разрушены добавлением 1—2 $см^3$ насыщенного раствора хлорида натрия или раствора сульфата натрия, нагреванием под струей горячей воды либо центрифугированием (см. раздел 6). При разделении слоев любую часть эмульгированного слоя оставляют с частью, которая должна быть повторно экстрагирована или отброшена. Скорость элюирования через хроматографические колонки обычно указывается, но, как правило, она должна быть в диапазоне от 1 до 5 $см^3$/мин.

На данной стадии процедуры рекомендуется добавить известное количество летучего пентахлорбензола (или 1,7-дибромгептана) и менее летучего внутреннего стандарта (например, 1,2,3,4-тетрахлорнафталина или изодрина). Пентахлорбензол применяют в качестве индикатора возможных потерь пестицидов на стадии упаривания путем сравнения его высоты пика (площади) с высотой пика (площадью) менее летучего внутреннего стандарта, который может быть использован для идентификации (относительного времени удерживания) и в целях определения количества.

Не следует допускать полное испарение растворов органических растворителей, если это не предусмотрено заранее.

10 Подготовка к испытаниям

В газовый хроматограф (см. 6.2) вводят подходящий объем раствора (от 1,0 до 10 $мм^3$), в зависимости от чистоты экстрактов, полученных в соответствии с используемым аналитическим методом. Полученная хроматограмма должна позволять установить как природу, так и приблизительную концентрацию соединений, представленных в экстрактах.

11 Количественное определение

Если в ходе предварительного контроля выясняется, что остаточное содержание приближается или превышает допустимый уровень, то результаты проверяют, используя одну (и более) дополнительную ГЖХ-колонку с другой полярностью. Если результаты, полученные с помощью этой колонки, подтверждают превышение, то необходимо исследовать еще не менее двух новых экстрактов.

Для количественного определения готовят два стандартных раствора (см. 5.2.6) определяемых хлорорганических соединений (см. раздел 10) в растворителе, используемом при приготовлении конечного экстракта, обычно это петролейный эфир или *н*-гексан. Их концентрации должны включать возможную концентрацию, ожидаемую в конечном экстракте (см. раздел 10). Затем в газовый хроматограф (см. 6.2) вводят равные объемы полученных конечных экстрактов и два стандартных раствора. Важно, чтобы перед вводом и после ввода в хроматограф очищенных порций экстракта для испытания следовало введение двух стандартных растворов. Измеряют высоты пика или площади пика.

Результаты, полученные для двух вводов одного и того же стандартного раствора, должны иметь расхождение не более 5 %. Целесообразно добавление внутреннего стандарта (см. 9.3).

12 Подтверждающие тесты

Методики подтверждения идентичности исследуемых хлорорганических соединений используют в тех случаях, когда оказывается, что максимально допустимый уровень (MRL) был превышен. Методы, описанные в ISO 3890-2/IDF 75, допускают определение остаточного содержания по времени удерживания химических соединений на колонках ГЖХ. Следует использовать не менее двух колонок с разной полярностью. Дополнительно целесообразно использовать методы капиллярной хроматографии, тонкослойной хроматографии (ТСХ), масс-спектрометрии, коэффициента разделения, ГЖХ-продуктов окисления и других продуктов превращения. См. также ISO 3890-2/IDF 75-2.

13 Обработка результатов

13.1 Вычисление результатов

Концентрацию хлорорганических соединений в пробе вычисляют из соотношения площадей хроматограмм образца и внутреннего стандарта или серии стандартов. Концентрацию выражают в пересчете на навеску либо на жир (см. 13.2.1) в соответствии с методикой, продуктом и величиной навески. Выход извлеченного вещества должен быть не менее 80 %, в противном случае результаты не принимают во внимание.

13.2 Представление и выражение результатов

13.2.1 Как правило, содержание хлорорганического пестицида в молочных продуктах выражается в пересчете на жир. Для молочных продуктов с низким содержанием жира лучше выражать результаты в пересчете на навеску образца, так как содержание жира в нежирных молочных продуктах зависит от метода извлечения жира (см. приложение А).

13.2.2 Рекомендуется определять содержание жира соответствующим методом (см. библиографию) и представлять его в протоколе вместе с результатами содержания хлорорганических пестицидов. Кроме того, указывают содержание хлорорганических пестицидов (в микрограммах на килограмм жира продукта либо в микрограммах на килограмм продукта).

Примечание — Удобным вариантом является 2-процентное содержание жира (по массе).

13.2.3 В случае если ни одно полученное значение остаточного содержания не приближается и не превышает допустимого уровня, то в протокол вносят значение, выявленное при единичном определении.

13.2.4 В случаях если одно (или более) значение остаточного содержания достигнет или превысит допустимый уровень, поступают следующим образом:

a) устанавливают среднее значение концентрации и диапазон для каждого хлорорганического соединения. Среднее значение концентрации при определении процента извлечения хлорорганических соединений не корректируют;

b) устанавливают среднее значение процента извлечения и предел обнаружения для каждого значимого хлорорганического соединения;

c) приводят подробную информацию о повторяемости, полученной на основании диапазона разности между результатами, полученными в лаборатории в результате анализа образцов с добавками подобного продукта или образцов, контаминированных естественным путем;

d) приводят подробную информацию о воспроизводимости, полученной, как правило, при средней концентрации, измеренной в экстраполированной выборке из данных, приведенных в 13.2.2.

14 Прецизионность

14.1 Оценка прецизионности

Прецизионность оценивают аналитическим методом в соответствии с требованиями ISO 5725-1 и ISO 5725-2. Некоторые общие критерии, основанные на опыте, приведены в 14.2 и 14.3 в качестве руководства для аналитиков.

14.2 Повторяемость

Каждая лаборатория должна периодически устанавливать свою собственную повторяемость посредством анализа проб, в которые были введены соответствующие хлорорганические соединения, или используя пробы с естественной контаминацией, концентрации которых близки к максимально допустимым уровням. Такие пробы должны быть из того же продукта, что и навески, и должны быть представлены как обычные выборки, если это возможно, без каких-либо указаний на их особенности.

Расхождение между максимальным и минимальным результатами трех определений должно быть меньше значений, приведенных в таблице 2. Промежуточные значения определяют интерполяцией по графику с логарифмическим масштабом на обеих осях.

Таблица 2 — Повторяемость

Уровень остаточного содержания, мг/кг	Расхождение, мг/кг
0,01	0,005
0,1	0,025
1	0,125
Примечание — В данном примере уровень остаточного содержания 0,01 мг/кг является близким к пределу обнаружения.	

14.3 Воспроизводимость

Используют таблицу 3, которая основана на экспериментальных данных. Определяют промежуточные значения интерполяцией по графику с логарифмическим масштабом на обеих осях.

Таблица 3 — Воспроизводимость

Уровень остаточного содержания, мг/кг	Расхождение, мг/кг
0,01	0,01
0,1	0,05
1	0,25
Примечание — В данном примере уровень остаточного содержания 0,01 мг/кг является близким к пределу обнаружения.	

14.4 Предел обнаружения

Теоретически предел обнаружения в продукте определяют как концентрацию хлорорганических соединений в микрограммах на килограмм, которая будет соответствовать на хроматограмме экстракта вышеупомянутого продукта нижнему измеряемому пику высоты h, вычисляемому по формуле:

$$h = h_{B1} + 2W_{B1},$$

где h_{B1} — среднее численное значение высоты пика холостой пробы, рассчитанной от базовой линии для соответствующего времени удерживания;

W_{B1} — численное значение средней амплитуды фонового шума холостой пробы при соответствующем времени удерживания (W_{B1} может быть определено графически как среднее значение фонового шума в холостой пробе).

Предел обнаружения зависит от степени очистки субстрата и условий ГЖХ (в частности, типа и температуры колонки, газа-носителя и чувствительности детектора). Так как эти условия не могут быть точно определены, предел обнаружения должен быть установлен для каждой процедуры и в каждой лаборатории. Общепринято, что предел обнаружения остаточного содержания пестицидов должен составлять менее 10 % от максимально допустимого предела его остаточного содержания. Если максимально

допустимый предел остаточного содержания равен 0,05 мг/кг или менее, то предел обнаружения в 20 % от этого значения обоснован, исключая случаи, когда максимальный предел остаточного содержания установлен на уровне обнаружения или близко к нему.

15 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

b) применяемый метод отбора проб, если он известен;

c) используемый метод проверки со ссылкой на настоящий стандарт;

d) любые моменты, не указанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как необязательные, вместе с деталями, которые могут повлиять на полученные результаты;

e) внесенные поправки, если в холостой пробе было получено значение более 2,5 мг;

f) полученный(ые) результат(ы) испытаний; данные по повторяемости, если они выполнялись; конечный результат испытаний.

Приложение А
(справочное)

Извлечение жира и хлорорганических соединений и определение содержания жира

А.1 Общие положения

Хлорорганические соединения связаны с жировой фазой и для продуктов с высоким содержанием жира (более 2 % по массе) обычно выражаются в микрограммах на килограмм жира. В таких случаях нет необходимости определять содержание жира в пробе, но надо измерить содержание остатков хлорорганических соединений в известной массе извлеченного жира. Если количество жира в пробе невелико (менее 2 % по массе), то содержание хлорорганических пестицидов представляют в пересчете на навеску, а затем определяют процентное содержание жира в навеске.

А.2 Определение содержания жира

Проводят определение жира в пробах с низким содержанием жира (менее 2 % по массе) либо в соответствии со стандартом, который распространяется на данный продукт (см. библиографию), либо в соответствии с методом, который дает сопоставимые результаты.

Метод экстракции Сокслета не подходит для измерения жира в сухом молоке. Инструментальные методы анализа с поглощением в инфракрасной области все шире применяют для молока и молочных продуктов, и они могут быть использованы для измерения содержания жира в образцах с низким содержанием жира.

А.3 Извлечение жира и хлорорганических соединений

К методам экстракции относятся:

a) экстракция Сокслета для нежидких молочных продуктов;

b) колоночная экстракция для всех молочных продуктов;

c) метод экстракции AOAC (метод, разработанный Американским обществом химиков-аналитиков) для молока и жидких продуктов.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Не допускается полное испарение растворов органических растворителей, так как это может привести к потере хлорорганических соединений.

А.4 Реактивы

Применяют реактивы только установленной аналитической квалификации, если не установлено иное, а также дистиллированную или деминерализованную воду или воду эквивалентной степени чистоты.

А.4.1 Celite 545[1)].

Перед применением нагревают при температуре 600 °С в течение 4 ч. Хранят в герметичном сосуде.

А.4.2 Сульфат натрия безводный (Na_2SO_4).

Перед применением нагревают при температуре 600 °С в течение 6 ч и затем охлаждают в эксикаторе.

А.4.3 Морской песок, промытый кислотой (например, Merck № 7712[1)]).

Перед применением нагревают при температуре 600 °С в течение 5 ч и затем охлаждают в эксикаторе.

А.4.4 Петролейный эфир с температурой кипения от 40 до 60 °С.

Перед применением выдерживают над гранулами гидроксида натрия и дистиллируют.

А.4.5 Метанол (CH_3OH) или этанол (CH_3CH_2OH).

А.4.6 Диэтиловый эфир ($C_2H_5OC_2H_5$) без перекиси.

Перед применением подвергают повторной перегонке.

А.4.7 н-гексан [$CH_3(CH_2)4CH_3$].

Перед применением подвергают повторной перегонке над гранулами гидроксида натрия.

А.4.8 Ацетон (CH_3COCH_3).

Перед применением подвергают повторной перегонке над стеклянными шариками.

А.4.9 Оксалат натрия ($Na_2C_2O_4$) или оксалат калия ($K_2C_2O_4$).

А.5 Оборудование

Применяется обычное лабораторное оборудование, а также указанное ниже.

А.5.1 Сушильный шкаф, позволяющий поддерживать температуру (102 ± 2) и (250 ± 25) °С.

[1)] Пример подходящих продуктов, имеющихся в продаже. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

А.5.2 Центрифуга взрывобезопасного типа, оснащенная стеклянными пробирками вместимостью 200—300 см^3 и способная вращаться с частотой 2000—4000 об/мин.

А.5.3 Экстракционный аппарат Сокслета, в который входят:

a) круглодонная колба вместимостью 500 см^3;

b) экстракционная камера вместимостью около 200 см^3;

c) парциальный конденсатор;

d) источник нагрева (например, нагреватель с кожухом).

А.5.4 Песок, масляная или паровая баня мощностью 400 Вт.

А.5.5 Баллон, содержащий сухой инертный газ, оборудованный цилиндрическим устройством с прокладкой из ПТФЭ.

А.5.6 Пипетки.

А.5.7 Весы, позволяющие взвешивать с точностью 0,001 г в диапазоне 0,01—1000 г.

А.5.8 Роторный испаритель с испарительными колбами вместимостью 500 см^3.

А.5.9 Устройство для измельчения продуктов питания животного происхождения (например, смеситель, миксер, шаровая мельница).

А.5.10 Экстракционная колонка, состоящая из стеклянной трубки внутренним диаметром 12 мм и общей длиной 300 мм и имеющая капиллярное выходное устройство и верхнюю часть длиной 100 мм и внутренним диаметром (50 ± 1) мм.

А.5.11 Часовые стекла диаметром 100 мм.

А.5.12 Ступка с пестиком.

А.5.13 Гофрированная бумага для фильтрования диаметром около 300 мм, промытая растворителем.

А.5.14 Экстракционные гильзы (необязательно).

Перед экстрагированием обрабатывают растворителем и помещают в стеклянную камеру под гексаном.

Примечание — Использование экстракционных гильз может приводить к появлению примесей в экстракте образца (интерференционным пикам в газовой хроматограмме).

А.5.15 Вата и стекловата, химически чистые.

Перед применением экстрагируют ацетоном/гексаном и хранят в колбе с гексаном.

А.5.16 Стеклянные воронки с короткой и длинной нижней частью.

А.5.17 Делительные воронки.

А.5.18 Стеклянные шарики и стеклянные палочки, промытые в растворителе.

А.5.19 Стаканы различных размеров.

А.5.20 Мерные колбы.

А.5.21 Скальпели и пинцеты.

А.5.22 Водоструйный насос.

А.6 Методы экстракции

А.6.1 Экстракция Сокслета

Круглодонную колбу вместимостью 500 см^3 (А.5.3), содержащую пять стеклянных шариков (А.5.18), нагревают в сушильном шкафу (А.5.1) до температуры 102 °С в течение 30 мин. Охлаждают до комнатной температуры и взвешивают. Процедуру сушки повторяют, пока не получат постоянную массу, например, когда два последовательных взвешивания различаются не более чем на 0,01 г.

Пробу взвешивают прямо на часовом стекле (А.5.11). Сыр необходимо хорошо измельчить. Пробу помещают в ступку (А.5.12) и хорошо перетирают со смесью песка (А.4.3) и сульфата натрия (А.4.2) (1 : 1 по массе) до получения «сухого» порошка. Также можно использовать Celite 545 (А.4.1). Требуемое количество сульфата натрия (А.4.2) и песка (А.4.3) зависит от количества продукта и содержания в нем воды. Смесь количественно переносят на фильтровальную бумагу (А.5.13).

Ступку, пестик и часовые стекла протирают ватным тампоном (А.5.15), смоченным петролейным эфиром (А.4.4). Вату также кладут на фильтровальную бумагу (А.5.13), которую помещают в камеру экстрактора Сокслета.

Затем во взвешенную колбу (А.5.3) помещают пробу и проводят экстрагирование в течение 6 ч (А.5.3) с 250 см^3 петролейного эфира (А.4.4). Растворитель удаляют с помощью роторного испарителя (А.5.8) при температуре около 50 °С при пониженном давлении, используя водоструйный насос (А.5.22), затем колбу взвешивают. Данную процедуру повторяют, пока не будет получена постоянная масса, т. е. когда два последовательных взвешивания различаются не более чем на 0,01 г.

А.6.2 Колоночная экстракция

В ступке (А.5.12) или шаровой мельнице (А.5.9) определенное количество пробы тщательно перетирают со смесью песка (А.4.3) и сульфата натрия (А.4.2) (1 : 1 по массе) до получения «сухого» порошка. При экстракции сухого молока перед перемешиванием его осторожно восстанавливают (9 : 1 по массе) с дистиллированной водой. Переносят эту смесь в экстракционную колонку (А.5.10), предварительно наполненную небольшим количеством стекловаты (А.5.15) и сульфатом натрия слоем 2 см (А.4.2). Элюируют сухую колонку смесью *н*-гексана (А.4.7) и

ацетона (А.4.8) (2 : 1 по объему). Количество растворителя зависит от массы и природы образца. Элюат, собранный за ночь, помещают во вращающийся испаритель (А.5.8), как описано в А.6.1.

А.6.3 Экстракционный метод АОАС

А.6.3.1 В течение 1 мин. встряхивают 100 см^3 молока с 100 см^3 метанола (А.4.5) и 1 г оксалата натрия (А.4.9) в делительной воронке вместимостью 500 см^3 (А.5.17). Добавляют 50 см^3 диэтилового эфира (А.4.6) и встряхивают еще в течение 1 мин. Повторяют процедуру с 50 см^3 петролейного эфира (А.4.4).

А.6.3.2 В качестве альтернативы количество пробы и реактивов может быть уменьшено вдвое от первоначального объема добавлением 50 см^3 (1 : 1 по объему) смеси диэтилового эфира (А.4.6) и петролейного эфира (А.4.4). В этом случае смесь следует энергично перемешивать в течение 2 мин. Далее поступают следующим образом.

А.6.3.3 После разделения фаз центрифугированием в течение 5 мин. при частоте вращения 1500 об/мин органическую фазу переносят в другую делительную воронку (А.5.17) и дважды экстрагируют смесью 50 см^3 диэтилового эфира (А.4.6) и петролейного эфира (А.4.4) (1 : 1 по объему). Промывают объединенные фазы растворителя водой объемом 400 см^3 и водный слой отбрасывают. Высушивают растворители над сульфатом натрия (А.4.2) и выпаривают до постоянной массы во взвешенной колбе, используя роторный испаритель (А.5.8).

А.6.4 Экстракция для масла

Образец нагревают до температуры 50 °С и декантируют через сухой теплый фильтр. Масляный жир растворяют в соответствующем растворителе.

Приложение В
(справочное)

Анализ в присутствии полихлорированных бифенилов

В.1 Общие положения

Остатки полихлорированных бифенилов (ПХБ) (смеси изомеров, полученных от хлорирования бифенила) часто находят в пище, в основном в пищевых продуктах животного происхождения, а также в некоторых видах упаковочного материала. Методы экстракции, разделения ПХБ и ХОП имеют большое сходство. На хроматограмме, полученной с помощью ГХ, пики ПХБ могут налагаться на пики определенных хлорорганических пестицидных соединений (особенно это касается соединений группы ДДТ), что делает их определение достаточно затруднительным. В качестве примера: в случае сильно хлорированных бифенилов содержание 1 мг/кг ПХБ может имитировать уровень остаточного содержания 0,1 мг/кг п,п'-ДДТ.

В.2 Разделение полихлорированных бифенилов и хлорорганических пестицидов посредством колоночной хроматографии или приготовлением производных

Было разработано несколько методов отделения ПХБ от хлорорганических пестицидов: с помощью силикагеля, или Florisil[1)], или оксида алюминия/активированного угля, или только древесного угля. ПХБ отделяют от хлорорганических пестицидов посредством использования растворителей, имеющих различную полярность. ПХБ элюируют первыми, затем элюируют хлорорганические пестициды более полярным растворителем. Отделение от п,п'-ДДЕ иногда проблематично. Следы полярных растворителей или изменения в активности силикагеля могут привести к соэлюированию части п,п'-ДДЕ вместе с ПХБ.

ПХБ и альдрин элюируют первыми из силикагелевой колонки петролейным эфиром, затем элюируют другие хлорорганические пестициды смесью растворителей, состоящей из ацетонитрила/гексана/ дихлорметана (1 : 90 : 80 по объему).

В случаях, когда наличие п,п'-ДДЕ вызывает трудности в количественном определении, отделение этого ДДТ-метаболита может быть достигнуто посредством получения его производного. Триоксид хрома (CrO_3) в ледяной уксусной кислоте окисляет п,п'-ДДЕ до п,п'-дихлорбензофенона. ПХБ остается практически не затронутым. Экстракт обрабатывают спиртовым раствором щелочи, перед тем как окисление ангидридом хромовой кислоты может подтвердить наличие п,п'-ДДТ в присутствии ПХБ. В данной процедуре п,п'-ДДТ первым преобразуется щелочью в п,п'-ДДЕ, который затем окисляется в п,п'-дихлорбензофенон.

Капиллярная колоночная газовая хроматография может избавить от необходимости разделения с помощью колоночной хроматографии и улучшить определение количества хлорорганических пестицидов в присутствии ПХБ.

[1)] Пример продукта, имеющегося в продаже. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 3890-2/IDF 75-2:2009	IDT	ГОСТ ISO 3890-2—2013 «Молоко и молочные продукты. Определение остаточного содержания хлорорга-нических соединений (пестицидов). Часть 2. Методы очистки экстракта и подтверждение»
ISO 5725-1:1994	IDT	ГОСТ ИСО 5725-1—2003* «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения»
ISO 5725-2:1994	IDT	ГОСТ ИСО 5725-2—2003** «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений»

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 5725-1—2002.
** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 5725-2—2002.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:
- IDT — идентичные стандарты.

Библиография

[1] ISO 707/IDF 50 Milk and milk products — Guidance on sampling (Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб)

[2] ISO 1211/IDF 1 Milk — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method) [Молоко. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (контрольный метод)]

[3] ISO 1736/IDF 9 Dried milk and dried milk products — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method) [Молоко сухое и сухие молочные продукты. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (контрольный метод)]

[4] ISO 1737/IDF 13 Evaporated milk and sweetened condensed milk — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method) [Молоко сгущенное стерилизованное и сгущенное молоко с сахаром. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (контрольный метод)]

[5] ISO 1854/IDF 59 Whey cheese — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method) [Сыр сывороточно-альбуминный. Определение содержания сыра. Гравиметрический метод (контрольный метод)]

[6] ISO 2450/IDF 16 Cream — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method) [Сливки. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (контрольный метод)]

[7] ISO 7208/IDF 22 Skimmed milk, whey and buttermilk — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method) [Молоко обезжиренное, сыворотка и пахта. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (контрольный метод)]

[8] ISO 8260/IDF 130 Milk and milk products — Determination of organochlorine pesticides and polychlorobiphenyls — Method using capillary gas-liquid chromatography with electron-capture detection (Молоко и молочные продукты. Определение содержания хлорорганических соединений пестицидов и полихлорбифенилов. Метод с применением капиллярной газожидкостной хроматографии с детектированием по захвату электронов)

[9] ISO 8262-1/IDF 124-1 Milk products and milk-based foods — Determination of fat content by the Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method) — Part 1: Infant foods [Продукты молочные и продукты пищевые на основе молока. Определение содержания жира гравиметрическим методом Вейбулла — Бернтропа (контрольный метод). Часть 1. Продукты детского питания]

[10] ISO 8262-2/IDF 124-2 Milk products and milk-based foods — Determination of fat content by the Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method) — Part 2: Edible ices and ice-mixes [Продукты молочные и продукты пищевые на основе молока. Определение содержания жира гравиметрическим метод Вейбулла — Бентропа (контрольный метод). Часть 2. Мороженое и смеси для мороженого]

[11] ISO 8262-3/IDF 124-3 Milk products and milk-based foods — Determination of fat content by the Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method) — Part 3: Special cases [Продукты молочные и продукты пищевые на основе молока. Определение содержания жира гравиметрическим методом Вейбулла — Бентропа (контрольный метод). Часть 3. Специальные случаи]

[12] ISO 8381/IDF 123 Milk-based infant foods — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method) [Продукты детского питания на основе молока. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (контрольный метод)]

[13] Gunther F.A, Blinn R.C., Kolbezen M.J., Barkley J.H., Harris W.D., Simon H.S. Microestimation of 2-(p-tert-butylphenoxy)isopropyl-2-chloroethyl sulfite residues. Anal. Chem. 1951, 23, pp. 1835—1842 [Определение содержания микроколичеств 2-(паратрет-бутилфенокси)изопропил 2-хлоро-этил сульфит]

[14] Burke J.A., Mills P.A., Bostwick D.C. Experiments with the evaporation of solutions of chlorinated pesticides. J. AO AC 1966, 49, p. 999—1003 (Экспериментальные испытания путем выпаривания раствора хлорсодержащих пестицидов)

УДК 637.1:006.35 МКС 67.100.01 IDT

Ключевые слова: молоко, молочные продукты, хлорорганические соединения, пестициды, газожидкостная хроматография

Редактор *Н.Н. Мигунова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 26.08.2016. Подписано в печать 14.09.2016. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,48. Тираж 61 экз. Зак. 2434.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Набрано в ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11
www.jurisizdat.ru y-book@mail.ru

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995, Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru
gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru