ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(EACC)
EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(EASC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 1528-2— 2014

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ С БОЛЬШИМ СОДЕРЖАНИЕМ ЖИРА

Определение пестицидов и полихлорированных бифенилов (ПХБ)
Ч а с т ь 2
Экстракция жира, пестицидов и ПХБ и определение содержания жира

(EN 1528-2:1996, IDT)

Издание официальное

Зарегистрирован
№ 9561
30.06.2014 г.

Минск
Евразийский совет по стандартизации,метрологии и сертификации

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосу-дарственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» и Техническим комитетом по стандартизации ТК 71 «Экологическая безопасность сырья, материалов, веществ и сооружений»

2 ВНЕСЕН Комитетом технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 45 от 25 июня 2014г.)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ISO 3166) 004–97	Код страны по МК (ISO 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 1528-2:1996 Fettreiche Lebensmittel-Bestimmung von Pestiziden und poluchlorierten Biphenulen(PCB) - Teil 2: Extraktion des Fettes, der Pestiziden und PCB und Bestimmung des Fettgehaites (Продукты пищевые с большим содержанием жира, пестицидов и ПХБ и определение содержание жира).

Официальные экземпляры европейского стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в национальном органе по стандартизации указанных выше государств.

Настоящий европейский стандарт был разработан Техническим комитетом CEN/TC 275 «Анализ пищевых продуктов. Горизонтальные методы» Европейского комитета по стандартизации (CEN).

Перевод с английского языка (en)

Степень соответствия – идентичная (IDT)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским стандартам приведены в дополнительном приложении Д.А

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных (государственных) органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация также будет опубликована в сети Интернет на сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты».

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств.

Содержание

1 Область применения..... 1

2 Нормативные ссылки..... 1

3 Сущность метода..... 2

4 Реактивы и материалы..... 2

5 Средства измерений и оборудование..... 3

6 Проведение испытания..... 4

7 Обработка результатов испытаний 10

8 Оценка результатов..... 10

9 Отчет о результатах испытаний..... 10

Приложение А (справочное) Очистка некоторых продуктов питания и реактивов..... 11

Библиография..... 12

Приложение Д.А (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам 13

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

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ С БОЛЬШИМ СОДЕРЖАНИЕМ ЖИРА Определение пестицидов и полихлорированных бифенилов (ПХБ) Часть 2 Экстракция жира, пестицидов и ПХБ и определение содержания жира

Fatty food – Determination of pesticides and polychlorinated biphenyls (PCBs) – Part 2: Extraction of fat, pesticides and PCBs, and determination of fat content

Дата введения _____

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает аналитические методы, с помощью которых проводится экстракция жира, включая остаточное количество пестицидов и полихлорированных бифенилов (далее ПХБ) различных групп жиросодержащих продуктов питания.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа:

EN 1528-1:1996 Fatty food. Determination of pesticides and polychlorinated biphenyls (Продукты пищевые с большим содержанием жира. Определение пестицидов и полихлорированных бифенилов (ПХБ). Часть 1. Общие положения)

EN 1528-3:1996 Fatty food. Determination of pesticides and polychlorinated biphenyls (PCBs) Part 3 Clean-up methods (Продукты пищевые с большим содержанием жира. Определение пестицидов и полихлорированных бифенилов (ПХБ). Часть 3. Методы очистки)

EN 1528-4:1996 Fatty food. Determination of pesticides and polychlorinated biphenyls (PCBs) Part 4: Determination, confirmatory tests, miscellaneous (Продукты пищевые с большим содержанием жира. Определение пестицидов и полихлорированных бифенилов (ПХБ). Часть 4. Определение, контрольные испытания, прочие положения)

П р и м е ч а н и е – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на территории государства по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом, следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом, а при замене на другой стандарт – стандартом, действующим вместо настоящего стандарта. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

Издание официальное

3 Сущность метода

С помощью соответствующих растворителей производится экстракция остаточных количеств из пробы с целью извлечения максимального количества остатков и минимального количества сопутствующих экстракции веществ, которые могут затруднить последующее определение.

Количественное определение содержания жира проводят гравиметрическим методом после удаления растворителей путем выпаривания.

4 Реактивы и материалы

Все реактивы и вещества должны быть пригодны для анализа остаточных количеств пестицидов и ПХБ и должны соответствовать EN 1528-1:1996 (раздел 4). При необходимости очистки применяют процедуры, приведенные в приложении А.

4.1 Ацетон.

4.2 Ацетонитрил.

4.3 Диэтиловый эфир, без пероксида

4.4 Дихлорметан.

4.5 Экстракционная смесь: ацетонитрил и дихлорметан в объемном соотношении 75:25.

4.6 Петролейный эфир с диапазоном кипения от 40 °С до 60 °С.

4.7 Метанол или этанол.

4.8 *н*-гексан.

4.9 Эмульсия фермента: эмульсия фосфолипазы С 800 МЕ/см^3 [1)] в растворе сульфата аммиака 3,2 моль/дм^3. Хранят при температуре от 1 °С до 4 °С (не подвергать заморозке).

4.10 Буферный раствор глицина: раствор глицина молярной концентрации 0,2 моль/дм^3, содержащий сульфат цинка с массовой долей 0,1 г/дм^3.

4.11 Раствор сульфата натрия с массовой долей 2 %.

4.12 Раствор хлористого натрия (насыщенный).

4.13 Оксалат натрия или оксалат калия.

4.14 Сульфат натрия (безводный, гранулированный) предварительно прокаленный в течение 4 ч при температуре от 500 °С до 550 °С.

. 4.15 Сорбент для очистки (Celite® 5452[2)]), предварительно прокаленный в течение 4 часов при температуре 400 °С и остуженный в эксикаторе. Хранить в герметично закрытой бутылке

4.16 Морской песок (обработанный кислотой), предварительно прокаленный в течение 4 часов при температуре 400 °С и остуженный в эксикаторе

---

[1] МЕ (международная единица или стандартная единица) определяет количество фермента, который катализирует превращение 1 мкмоля субстрата в 1 мин в оптимальных условиях.

[2] Celite® 545 является примером пригодного для анализа продукта, имеющегося в продаже. Данная информация предоставляется пользователям с целью облегчения их работы с настоящим европейским стандартом и не является рекламированием CEN названного продукта

5 Средства измерений и оборудование

Применяют следующее лабораторное оборудование:

5.1 Аналитические весы с диапазоном взвешивания от 0,01 г до 1000 г.

5.2 Аналитические весы с диапазоном взвешивания от 0,1 мг до 1 г.

5.3 Центрифуга, взрывозащищенная, с закрывающимися стаканами вместимостью от 200 $см^3$ до 500 $см^3$, с числом оборотов 1 000 $мин^{-1}$ до 2 000 $мин^{-1}$.

5.4 Центрифуга с охлаждением, взрывозащищенная, с температурой охлаждения до минус 15 °С, со стаканами, номинальной вместимостью от 50 $см^3$ до 300 $см^3$, с числом оборотов 1 000 $мин^{-1}$ до 3 000 $мин^{-1}$.

5.5 Измельчитель пищевых продуктов животного происхождения (миксер, блендер).

5.6 Измельчитель высокой мощности, оснащенный не пропускающим растворитель стеклянным стаканом и взрывозащищенным двигателем, или гомогенизатор.

5.7 Вихревая мешалка (магнитная мешалка), или прибор для перемешивания содержимого испытательных пробирок (вортекс).

5.8 Сушильный шкаф с регулируемой температурой от 20 °С до 250 °С.

5.9 Муфельная печь, обеспечивающая температуру нагрева от 400 °С до 600 °С.

5.10 Микроволновая печь.

5.11 Охлаждающий шкаф (холодильник) для хранения экстрактов образцов.

5.12 Вакуумный ротационный испаритель, с круглодонными колбами вместимостью 500 $см^3$ и водяной баней, с регулируемой температурой 20 °С и 50 °С

5.13 Экстрагирующий аппарат Сокслета, состоящий из:

а) круглодонной колбы вместимостью 500 $см^3$;

б) экстрагирующей насадки, номинальной вместимостью 200 $см^3$;

в) обратного холодильника;

г) колбонагревателя.

5.14 Песчаная или водяная баня, способная поддерживать температуру от 20 °С до 100 °С

5.15 Колбы из боросиликатного стекла вместимостью 250 $см^3$.

5.16 Экстракционная колонка, состоящая из стеклянной трубки с внутренним диаметром 12 мм и длиной 300 мм и имеющая тонкий вытянутый носик снизу, а на расстоянии 100 мм внутренний диаметр расширяется до 50 мм.

5.17 Экстракционные гильзы (при необходимости).

Использование экстракционных гильз может приводить к загрязнениям экстракта пробы (мешающие сигналы на газовой хроматограмме). Поэтому экстракционные гильзы перед использованием промывают растворителем высокой степени чистоты и хранят в стеклянной емкости.

5.18 Делительные воронки вместимостью 500 и 1000 $см^3$.

5.19 Стеклянная фильтрующая воронка, по Хиршу, вместимостью 80 $см^3$ со стеклянной фильтровальной пластинкой диаметром 4 см.

5.20 Мерные колбы вместимостью 5 $см^3$ или 10 $см^3$.

5.21 Вата или стеклянная вата.

Перед использованием вату промывают смесью *н*-гексана и ацетона и хранят в закрытом стеклянном сосуде.

5.22 Фильтровальная бумага диаметром 30 см, тщательно промытая соответствующим растворителем.

5.23 Ступка и пестик.

6 Проведение испытания

6.1 Молоко

6.1.1 Экстракция, проведенная Международной ассоциацией химиков-аналитиков [1], [2]

100 $см^3$ молока смешивают со 100 $см^3$ этанола или метанола (4.7) и 1 г оксалата натрия или оксалата калия (4.13) в закрывающемся стакане центрифуги (5.3) вместимостью 500 $см^3$ и перемешивают. Добавляют 50 $см^3$ диэтилового эфира и сильно встряхивают смесь в течение 1 мин. После добавления 50 $см^3$ петролейного эфира (4.6) смесь снова сильно встряхивают в течение 1 мин. Центрифугируют смесь в течении 5 мин со скоростью вращения 1500 $мин^{-1}$. Органическую фазу переносят в делительную воронку вместимостью 1 $дм^3$, содержащую 500–600 $см^3$ воды и 30 $см^3$ насыщенного раствора хлорида натрия (4.12). Оставшуюся в стакане центрифуги фазу дважды экстрагируют с 50 $см^3$ смеси диэтилового эфира и петролейного эфира в объемном соотношении 1:1 при сильном встряхивании. После каждого экстрагирования смесь центрифугируют. Смешивают объединенные органические фазы в делительной воронке и осторожно встряхивают. Водяную фазу отбрасывают. Дважды промывают органическую фазу 100 $см^3$ воды, при этом каждый раз водяную фазу отбрасывают. (При появлении эмульсии к органической фазе или к воде для промывки добавляют 5 $см^3$ насыщенного раствора хлорида натрия). Органическую фазу пропускают через колонку длиной 50 мм и диаметром 25 мм с безводным сульфатом натрия (4.14), и собирают элюат в химический стакан вместимостью 400 $см^3$. Для получения жира колонку несколько раз промывают небольшим количеством петролейного эфира и удаляют растворитель из полученного экстракта жира на кипящей водяной бане потоком воздуха.

6.1.2 Экстракционная колонка [3]

10 $см^3$ молока перетирают в ступке со смесью (100 г), состоящей из равных частей морского песка (4.16) и сульфата натрия (4.14) в сухой, свободно сыплющийся порошок.

Затем смесь засыпают в виде верхнего слоя в экстрагирующую колонку (5.16), в которую уже был вложен слой стекловаты и слой сульфата натрия высотой до 2 см. Экстрагирующую колонку промывают смесью *н*-гексана и ацетона в объемном соотношении 2:1. Количество смеси растворителя определяют по типу и количеству пробы. Элюат собирают и выпаривают в вакуумном ротационном испарителе при температуре 50 °С под низким давлением. Оставшийся растворитель удаляют в слабом токе азота.

Сухое молоко перед экстрагированием восстанавливают до состояния суспензии, для чего 10 г молочного порошка смешивают до однородного состояния с 90 $см^3$ дистиллированной воды в течение 15 мин при температуре от 40 °С до 50 °С. Далее проводят, как описано выше.

6.1.3 Экстракционное разделение [4]

В химическом стакане вместимостью 1000 $см^3$ смешивают 100 г молока с 500 $см^3$ смеси *н*-гексана и ацетона в объемном соотношении 2:1 и перемешивают смесь до однородного состояния в течение 4 мин. После разделения фаз декантируют верхнюю органическую фазу в делительную воронку, содержащую 500 $см^3$ раствора сульфата натрия (4.11). В химический стакан добавляют еще 50 $см^3$ смеси *н*-гексана и ацетона в объемном соотношении 2:1, перемешивают и декантируют смесь в делительную воронку, чтобы количественно разделить органическую фазу. Встряхивают делительную воронку в течение 30 сек. После разделения фаз нижнюю водную фазу отбрасывают.

Органическую фазу встряхивают с дополнительными 500 $см^3$ раствора сульфата натрия. Нижнюю фазу сливают до 2 $см^3$. Путем вращения делительной воронки вокруг продольной оси удаляют воду, оставшуюся на боковых стенках сосуда. Когда вся вода полностью собрана в нижней части, оставшуюся водную фазу сливают и отбрасывают. Органическую фазу сливают в круглодонную колбу через стеклянную фильтрующую воронку (5.19), предварительно заполненную слоем безводного сульфата натрия (4.14) в количестве 20 г. Раствор выпаривают в ротационном испарителе при температуре 50 °С под низким давлением. Оставшийся растворитель удаляют в слабом токе азота.

6.1.4 Экстракция центрифугированием при низкой температуре [5]

6.1.4.1 Экстракция жира

6.1.4.1.1 Сухое молоко и молоко, прошедшее тепловую обработку

30 $см^3$ молока или суспензию из 20 г молочного порошка и 30 $см^3$ воды, выдержанную в течение 4 ч, гомогенизируют 2 мин с 50 $см^3$ ацетона (4.1) и центрифугируют в течение 5 мин при скорости вращения 1500 $мин^{-1}$. Переносят верхнюю фазу в делительную воронку (5.18) и повторяют экстрагирование с 35 $см^3$ ацетона. После повторного центрифугирования верхнюю фазу в делительной воронке очищают и смешивают с 70 $см^3$ *н*-гексана (4.8).

Фазу *н*-гексана выпаривают до 1 $см^3$ в предварительно взвешенной круглодонной колбе на ротационном испарителе при 35 °С, а оставшийся растворитель удаляют в слабом токе азота.

6.1.4.1.2 Сырое молоко

Центрифугируют 30 $см^3$ сырого молока в течение 10 мин при скорости вращения 2500 $мин^{-1}$ и переносят сливки в химический стакан, содержащий 6 г сульфата натрия (4.14). Добавляют 30 $см^3$ *н*-гексана (4.8) и осторожно гомогенизируют смесь в течение 10 мин. Фильтруют фазу *н*-гексана через слой стекловаты, на которую нанесен слой сульфата натрия. Фильтрат выпаривают до 1 $см^3$ в ротационном испарителе при 35 °С, а оставшийся растворитель удаляют в слабом токе азота.

6.1.4.2 Экстракция пестицидов и ПХБ

Помещают две порции жира (весом не более по 0,5 г) в пробирки для центрифуги, добавляют 3 $см^3$ экстрагирующей смеси (4.5) и перемешивают на вихревой мешалке. Затем центрифугируют в течение 20 мин при скорости вращения 3000 $мин^{-1}$ и температуре минус 15 °С. После разделения фаз верхнюю фазу декантируют. Осторожно нагревают оставшийся на дне стаканов жир с помощью микроволновой печи или водяной бани до плавления, и повторяют

экстрагирование с 3 $см^3$ экстрагирующей смеси (4.5). Собирают верхние органические фазы, а растворитель удаляют в слабом токе азота при температуре 35 °С.

Примечание – Новые опыты показали, что центрифугирование при температуре минус 10 °С является более предпочтительным.

6.2 Масло

6.2.1 Экстракция, проведенная Международной ассоциацией химиков-аналитиков [1]

Нагревают пробу в химическом стакане от 50 °С до 60 °С, пока жир явно не отделится. Расплавленный жир декантируют через сухую фильтровальную бумагу или через небольшой слой стекловаты.

6.2.2 Раздельное экстрагирование [4]

Гомогенизируют 20 г масла с 250 $см^3$ смеси из *н*-гексана и ацетона в объемном соотношении 3:1. Встряхивают органическую фазу в делительной воронке с 250 $см^3$ раствора сульфата натрия (4.11). Переносят органическую фазу в круглодонную колбу и выпаривают в ротационном испарителе при температуре 50 °С под низким давлением. Оставшийся растворитель удаляют в слабом токе азота.

6.2.3 Экстракция с центрифугированием при низкой температуре[5]

Нагревают пробу в химическом стакане до 40 °С и центрифугируют при скорости вращения 1000 $мин^{-1}$. Декантируют расплавленный жир через сухую фильтровальную бумагу.

Далее действуют по 6.1.4.2.

6.3 Сыр, молочные продукты

6.3.1 Экстрагирование по Сокслету [2], [3]

Нагревают круглодонную колбу вместимостью 500 $см^3$, с пятью стеклянными шариками до 105 °С в течение 30 мин в сушильном шкафу и после охлаждения в эксикаторе взвешивают. Повторяют эту процедуру до достижения постоянного веса, т. е. пока два последовательных взвешивания будут отличаться не более чем на 0,01 г.

Сыр мелко измельчают, молочные продукты взвешивают на часовом стекле.

10 г пробы мелко растирают в ступке или с 40 г Celite® 545 (4.15), или со смесью, состоящей из равных частей морского песка (4.16) и сульфата натрия (4.14) в сухой, легко сыплющийся порошок. Требуемое количество сульфата натрия и песка определяют по количеству и содержанию влаги в продукте питания. Порошок количественно переносят в складчатый фильтр (5.22).

Ступку, пестик и часовое стекло протирают ватным тампоном (5.21), смоченным петролейным эфиром (4.6) (см. примечание). В экстрагирующую

насадку Сокслета помещают предварительно сложенный складчатый фильтр и ватный тампон.

Во взвешенную круглодонную колбу вместимостью 500 $см^3$ добавляют 250 $см^3$ петролейного эфира (4.6) (см. примечание) и экстрагируют пробу с обратным холодильником в течение 6 ч. Раствор выпаривают в ротационном испарителе при температуре 50 °С под низким давлением. Оставшийся растворитель удаляют в слабом токе азота.

Примечание – Если помимо хлорорганических пестицидов и конгенеров ПХБ должны исследоваться также фосфорорганические пестициды, то для экстрагирования по Сокслету вместо петролейного эфира применяют диэтиловый эфир.

Указания по технике безопасности приведены в EN 1528-1:1996 (по 4.3)

6.3.2 Экстракция, проведенная Международной ассоциацией химиков-аналитиков [1]

Помещают от 25 до 100 г измельченной пробы, содержащей около 3 г жира, 100 $см^3$ этанола или метанола (4.7) и 2 г оксалата натрия или оксалата калия, (4.13) в блендер и гомогенизируют в течение 2–3 мин. (Если в дальнейшем будет установлено, что эмульсия не разрушается при центрифугировании, то в этом случае перед гомогенизацией на 2 г пробы добавляют 1 $см^3$ воды). Гомогенизированую пробу переносят в стакан вместимостью 500 $см^3$, добавляют 50 $см^3$ диэтилового эфира (4.3) и сильно встряхивают в течение 1 мин. Затем добавляют 50 $см^3$ петролейного эфира (4.6) и снова сильно встряхивают в течение 1 мин (или распределяют гомогенизированую пробу по двум химическим стаканам вместимостью 250 $см^3$ каждый и встряхивают в течение 1 мин один из них с 25 $см^3$ диэтилового эфира, а другой – с 25 $см^3$ петролейного эфира). Центрифугируют в течение 5 мин при скорости вращения 1500 $мин^{-1}$, и продолжают по 6.1.1.

6.3.3 Экстракция с обратным холодильником [6]

Тщательно смешивают от 10 до 30 г (в зависимости от содержания жира) очень мелко измельченной пробы с двойным или тройным количеством сульфата натрия (4.14). Смесь переносят в колбу Эрленмейера вместимостью 250 $см^3$ и последовательно экстрагируют четырьмя порциями по 100 $см^3$ смеси из дихлорметана (4.4) и ацетона (4.1) в объемном соотношении 2:1 путем нагрева в течение 15 мин с обратным холодильником. Очищенные растворы выпаривают в ротационном испарителе до сухого остатка. Оставшийся остаток растворяют в 20 $см^3$ петролейного эфира (4.6), осторожно декантируют раствор через небольшой слой стекловаты в круглодонную колбу вместимостью 50 $см^3$ и выпаривают в ротационном испарителе при температуре 50 °С под низким давлением. Оставшийся растворитель удаляют в слабом токе азота.

6.3.4 Экстракционная колонка [3]

Согласно процедуре 6.1.2

6.3.5 Экстракция центрифугированием при низкой температуре [5]

10 г сыра гомогенизируют с 10 г сульфата натрия (4.14) и 50 $см^3$ *н*-гексана (4.8); смесь центрифугируют в течение 5 мин при скорости вращения 1500 $мин^{-1}$.

Выдержанный раствор декантируют и повторяют экстрагирование с 50 $см^3$ *н*-гексана. Объединяют оба экстракта, в ротационном испарителе выпаривают *н*-гексан до 1 $см^3$ при температуре 35 °С, оставшийся растворитель удаляют в слабом токе азота.

Далее как описано в 6.1.4.2.

6.4 Мясо, мясные продукты, рыба, рыбные продукты

6.4.1 Экстракционная колонка [3]

Согласно процедуре 6.1.2

6.4.2 Экстракция по Сокслету [2], [3]

Согласно процедуре 6.3.1

6.4.3 Экстракция с обратным холодильником [6]

25 г крупно измельченной пробы мелко растирают в ступке с 100 г сульфата натрия (4.14). Смесь переносят в круглодонную колбу со шлифом и четырежды экстрагируют четырьмя порциями по 100 $см^3$ кипящего петролейного эфира (4.6) по 10 мин с обратным холодильником. Объединенные экстракты выпаривают в ротационном испарителе при температуре 50 °С под низким давлением. Оставшийся растворитель удаляют в слабом токе азота.

6.4.4 Раздельное экстрагирование мясных продуктов [4]

Пробу гомогенизируют с помощью блендера. Переносят 30 г измельченной пробы в химический стакан вместимостью 500 $см^3$ и добавляют сульфат натрия (4.14) в количестве, достаточном для получения рассыпчатой смеси. Добавляют 300 $см^3$ смеси из *н*-гексана (4.8) и ацетона (4.1) в объемном соотношении 2:1, переносят смесь в стакан блендера и гомогенизируют в течение 3 мин. Экстракт декантируют через стеклянную воронку со слоем ваты в делительную воронку вместимостью 1000 $см^3$ (5.18). Повторно гомогенизируют остаток пробы в стакане с дополнительными 150 $см^3$ смеси *н*-гексана и ацетона и выдержанный раствор снова декантируют через слой ваты в делительную воронку. Добавляют 250 $см^3$ раствора сульфата натрия (4.11) и встряхивают воронку в течение 30 с. После разделения фаз отбрасывают нижнюю водную фазу. Промывают верхнюю фазу в делительной воронке 250 $см^3$ раствора сульфата натрия. Пропускают фазу верхнюю фазу через стеклянную фильтрующую воронку, содержащую 20 г сульфата натрия, в круглодонную колбу, и раствор выпаривают в ротационном испарителе при температуре 50 °С под низким давлением. Оставшийся растворитель удаляют в слабом токе азота.

6.4.5 Раздельное экстрагирование рыбы и крабов [4]

Пробы из ткани поджелудочной железы краба или внутренностей рыбы гомогенизируют с помощью блендера. 25 г пробы краба или 100 г пробы рыбы смешивают с 200 г сульфата натрия (4.14) стеклянной палочкой до образования

рассыпчатой массы. Добавляют к пробе 200 см^3 смеси *н*-гексана (4.8) и ацетона (4.1) в объемном соотношении 3:1 и нагревают на кипящей водяной бане с обратным холодильником в течение 20 мин при постоянном помешивании. Растворитель переносят в делительную воронку вместимостью 1000 см^3, содержащую 500 см^3 раствора сульфата натрия (4.11). Проводят экстрагирование еще два раза, каждый раз добавляя 150 см^3 смеси из *н*-гексана и ацетона. Объединяют экстракты в делительной воронке. Встряхивают воронку в течение 30 с и разделяют фазы. После разделения фаз нижнюю водную фазу отбрасывают. Органическую фазу еще раз промывают 500 см^3 раствора сульфата натрия. Пропускают оставшуюся органическую фазу через стеклянную фильтрующую воронку (5.19), содержащую 15 г безводного сульфата натрия, в круглодонную колбу и раствор выпаривают в ротационном испарителе при температуре 50 °С под низким давлением. Оставшийся растворитель удаляют в слабом токе азота.

6.4.6 Экстракция с центрифугированием при низкой температуре [5]

6.4.6.1 Мясо и рыба

20 г мяса или рыбы гомогенизируют с 10 г сульфата натрия (4.14) и 50 см^3 *н*-гексана (4.8); смесь центрифугируют в течение 5 мин при скорости вращения 1500 мин$^{-1}$. Выдержанный раствор декантируют и повторяют экстрагирование с 50 см^3 *н*-гексана. Объединяют оба экстракта в ротационном испарителе выпаривают *н*-гексан при температуре 35 °С в до 1 см^3; оставшийся растворитель удаляют слабом токе азота

Далее действуют, как описано в 6.1.4.2.

6.4.6.2 Животные жиры

Пробу нагревают в химическом стакане до 50 °С. Расплавленный жир декантируют через сухой бумажный фильтр.

Далее как описано в 6.1.4.2.

6.5 Яйца

6.5.1 Экстракционная колонка [3]

Яйца разбивают в химический стакан. Скорлупу выбрасывают, а содержимое гомогенизируют.

Далее как описано в 6.1.2.

6.5.2 Экстракция по Сокслету [2], [3]

Яйца разбивают и помещают в химический стакан. Скорлупу выбрасывают, а содержимое гомогенизируют.

Далее как описано в 6.3.1.

6.5.3 Раздельное экстрагирование с обработкой фосфолипазой С [4]

Яйца разбивают в химический стакан. Скорлупу выбрасывают, а содержимое гомогенизируют. Точно взвешивают 20 г продукта и переносят в сосуд из боросиликатного стекла (5.15), добавляют 10 см^3 буферного раствора глицина

(4.10) и 50 мкл суспензии ферментов (4.9). При температуре (37±1) °С смесь инкубируют в течение 2 ч при легком помешивании. Смесь переносят в химический стакан вместимостью 600 см^3, добавляют 250 см^3 смеси *н*-гексана (4.8) и ацетона (4.1) в объемном соотношении 3:1 и гомогенизируют в течение 2 мин. После разделения фаз декантируют растворитель через стеклянную воронку с небольшим слоем ваты в делительную воронку вместимостью 500 см^3, содержащую 250 см^3 раствора сульфата натрия (4.11). В химический стакан добавляют еще 50 см^3 смеси *н*-гексана и ацетона в объемном соотношении 3:1, легко помешивают и декантируют в делительную воронку. Воронку встряхивают в течение 30 сек. После разделения фаз удаляют нижнюю фазу, оставшиеся на боковых стенках капли воды удаляют вращением делительной воронки вокруг продольной оси. Верхнюю фазу фильтруют через стеклянную фильтровальную воронку (5.19), содержащую 20 г безводного сульфата натрия (4.14). Раствор выпаривают в ротационном испарителе при температуре 50 °С под низким давлением. Оставшийся растворитель удаляют в слабом токе азота.

7 Обработка результатов испытаний

Обработка результатов испытаний должна осуществляться в соответствии с EN 1528-3 и EN 1528-4.

8 Оценка результатов

Результаты должны оцениваться в соответствии с EN 1528-1 (разделы 9–11).

9 Отчет по испытаниям

Результаты испытаний должны быть представлены в отчете в соответствии с EN 1528-1 (раздел 12).

Приложение А
(справочное)

Очистка некоторых продуктов питания и реактивов

Ацетон	Перегоняют со стеклянными шариками.
Ацетонитрил	4000 $см^3$ ацетонитрила перегоняют с 1 $см^3$ ортофосфорной кислоты и 30 г оксида фосфора (V) в круглодонной колбе с добавлением стеклянных шариков при температуре от 81 °С до 82 °С (температура не должна превышать 82 °С).
Диэтиловый эфир	Перегоняют со стеклянными шариками.
Этанол	Перегоняют со стеклянными шариками.
Метанол	Перегоняют со стеклянными шариками.
Сульфат натрия	Сушат при температуре 500 °С не менее 4 ч и охлаждают в эксикаторе.
н-гексан	Перегоняют с гранулами гидроокиси натрия.
Петролейный эфир	Перегоняют с гранулами гидроокиси натрия или гидроокиси калия.

Библиография

[1] Cunniff, P. (Hrsg.): Official Methods of Analysis of AOAC International, 16. Auflage, Arlington VA 1995, Band 1, Kapitel 10, 1–10, Verfahren Nr. 970.52. (Официальные методы анализа Международной ассоциации химиков-аналитиков. Метод № 970.52)

[2] Specht, W.: Organochlorine and organophosphorus pesticides. In: Deutsche Forschungsgemeinschaft, Manual of Pesticide Residue Analysis, VCH Verlagsgesellschaft Weinheim 1987, Bd.1, 309–319, Verfahren S 10.

(Хлорорганические и фосфорорганические пестициды. Немецкая ассоциация содействия исследованиям. Руководство по анализу остаточного действия пестицидов. Метод S 10).

[3] Beck, H., und Mathar, W.: Bundesgesundheitsbl. 28, 1–12 (1985).

[4] UK Ministry of Agriculture, Fisheries and Food: Analysis of pesticide residues in products of animal origin, Verfahren FScLPest-1 (23.4.91).

(Анализ остатков пестицидов в продуктах животного происхождения. Метод FScLPest-1)

[5] Venant, A., Borrel, S., und Richou-Bac, L: Methode rapide pour la determination des résidus de composés organochlorés dans les produits laitiers et les grasses animales. Analysis 10, 333–335 (1982).

(Быстрый метод определения остатков хлорорганических соединений в молочных продуктах и животных жирах. Анализ 10).

[6] Stijve, T.: Organochlorine and organophosphorus pesticides. In: Deutsche Forschungsgemeinschaft, Manual of Pesticide Residue Analysis, VCH Verlagsgesellschaft Weinheim 1987, Bd.1, 297–308, Verfahren S 9.

(Хлорорганические и фосфорорганические пестициды. Немецкая ассоциация содействия исследованиям. Руководство по анализу остаточного действия пестицидов. Метод S 9).

Приложение Д.А
(справочное)

Таблица Д.А – Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
EN 1528-1:1996 Продукты пищевые с большим содержанием жира. Определение пестицидов и полихлорированных бифенилов (ПХБ). Часть 1. Общие положения	IDT	ГОСТ EN 1528-1–2014 Продукты пищевые с большим содержанием жира. Определение пестицидов и полихлорированных бифенилов (ПХБ). Часть 1. Общие положения
EN 1528-3:1996 Продукты пищевые с большим содержанием жира. Определение пестицидов и полихлорированных бифенилов (ПХБ). Часть 3. Методы очистки	IDT	ГОСТ EN 1528-3–2014 Продукты пищевые с большим содержанием жира. Определение пестицидов и полихлорированных бифенилов (ПХБ). Часть 3. Методы очистки
EN 1528-4:1996 Продукты пищевые с большим содержанием жира. Определение пестицидов и полихлорированных бифенилов (ПХБ). Часть 4. Методы определения и подтверждения, разное	IDT	ГОСТ EN 1528-4–2014 Продукты пищевые с большим содержанием жира. Определение пестицидов и полихлорированных бифенилов (ПХБ). Часть 4. Определение, методы подтверждения, прочие положения

УДК 641.1:543.635.3:006.35 МКС 67.050 IDT

Ключевые слова: пищевые продукты, пищевой жир, химический анализ, определение содержания, пестицид, полихлорбифенил, жир, экстракция.

gost.e-ecolog.ru