ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57849— 2017

ПРОДУКТЫ ПЧЕЛОВОДСТВА

Подготовка проб для определения пестицидов хроматографическими методами

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Научно-исследовательский институт пчеловодства» (ФГБНУ «НИИ пчеловодства»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 432 «Пчеловодство»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31 октября 2017 г. № 1544-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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, 2017

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ПЧЕЛОВОДСТВА

Подготовка проб для определения пестицидов хроматографическими методами

Bee products. Sample preparation for determination of pesticides by chromatographic methods

Дата введения — 2019—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на продукты пчеловодства и устанавливает подготовку пробы для определения остаточных количеств хлорорганических пестицидов (гексахлорциклогексан и его изомеры, ДДТ и его метаболиты, альдрин, гептахлор) [далее — ХОП] с помощью тонкослойной хроматографии (далее — ТСХ) и газовой хроматографии (далее — ГХ).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.103 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 4166 Реактивы. Натрий сернокислый безводный

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14919 Электроплитки, электроплиты и жарочные электрические шкафы. Общие технические условия

ГОСТ 23308 Шкафы вытяжные радиохимические. Общие технические требования

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25629 Пчеловодство. Термины и определения

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования

ГОСТ 28887 Пыльца цветочная (обножка). Технические условия

ГОСТ 28888 Молочко маточное пчелиное. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 29169 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29228 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 31776 Перга. Технические условия

ГОСТ Р 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р 52361 Контроль объекта аналитический. Термины и определения

ГОСТ Р 54644 Мед натуральный. Технические условия

ГОСТ Р 56668 Гомогенат трутневого расплода. Технические условия

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов, в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячно издаваемого информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный документ, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого документа с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого документа с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 25629, ГОСТ Р 52361.

4 Требования безопасности проведения работ

4.1 При проведении измерений необходимо соблюдать требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004, требования электробезопасности при работе с приборами и электроустановками по ГОСТ Р 12.1.019, требования безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

4.2 Помещение лаборатории должно соответствовать санитарным правилам проектирования, оборудования, эксплуатации и содержания производственных и лабораторных помещений, предназначенных для проведения работ с веществами 1-го и 2-го классов опасности.

4.3 Аналитическая лаборатория должна быть оснащена вентиляционной системой согласно ГОСТ 12.1.021 и вытяжным шкафом. Чистота воздуха в рабочей зоне должна соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005.

4.4 При выполнении анализов необходимо выполнять требования безопасности при работе с реактивами по ГОСТ 12.4.103.

Работу с серной кислотой и гексаном необходимо проводить в вытяжном шкафу и в хорошо вентилируемом помещении.

4.5 При выполнении работ следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . от 18 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха при температуре 25 °С . . . . . не более 80 %.

Температуру контролируют термометром.

4.6 К проведению анализов допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже среднего технического образования, владеющие навыками проведения анализов и изучившие инструкции по эксплуатации используемой аппаратуры.

5 Отбор проб

5.1 Отбор проб натурального меда по ГОСТ Р 54644.
5.2 Отбор проб цветочной пыльцы (обножки) по ГОСТ 28887.
5.3 Отбор проб пчелиного маточного молочка по ГОСТ 28888.
5.4 Отбор проб перги по ГОСТ 31776.
5.5 Отбор проб гомогената трутневого расплода по ГОСТ Р 56668.

6 Сущность подготовки пробы

Подготовка пробы для определения пестицидов хроматографическими методами заключается в экстракции определяемых компонентов и очистке экстракта с целью удаления из пробы компонентов, мешающих идентификации пиков веществ на хроматограмме, концентрирования раствора, содержащего определяемые компоненты.

7 Подготовка пробы натурального меда, пчелиного маточного молочка, гомогената трутневого расплода

7.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1.

Шкаф вытяжной по ГОСТ 23308.

Магнитная мешалка, обеспечивающая скорость вращения магнитного якоря 120—1500 об/мин.

Мельница лабораторная, обеспечивающая скорость вращения не менее 16500 об/мин.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный до 100 °С по ГОСТ 28498 с ценой деления шкалы 1 °С.

Колбы конические Кн—1—100—14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Колбы круглодонные К-1—100—14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Воронки В—36—50 по ГОСТ 25336.

Пипетки исполнений 2—1—1—1, 2—1—1—2, 2—1-2—5, 2—1-1—10, 2—1-1—25 по ГОСТ 29227, ГОСТ 29228.

Стаканы В-1-100 ТСХ по ГОСТ 25336.

Воронки делительные ВД-1-250 ХС по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная, ГОСТ 12026.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336.

Воронки делительные ВД-100-29/32, по ГОСТ 25336.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166, х. ч. или ч. д. а.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709.

н-гексан, х. ч.

7.2 Экстракция ХОП из натурального меда.

Экстракцию ХОП проводят по п. 7.2.1 или 7.2.2.

7.2.1 Первый способ. Навеску испытуемого продукта (натурального меда, пчелиного маточного молочка, гомогената трутневого расплода) массой (10,000 ± 0,0001) г помещают в стакан по ГОСТ 25336 вместимостью 100 см^3. Хлорорганические пестициды экстрагируют гексаном (3 раза по 10,0 см^3), перемешивая стеклянной палочкой каждый раз в течение 15 мин. Гексановые фракции (верхний слой) после экстракции сливают в сухую колбу по ГОСТ 25336 объемом 100 см^3, объединяя их. Объединенную гексановую фракцию переносят в делительную воронку.

7.2.2 Второй способ. Навеску испытуемого продукта (натурального меда, пчелиного маточного молочка, гомогената трутневого расплода) массой (10,000 ± 0,0001) г помещают в стакан по ГОСТ 25336 вместимостью 100 см^3. К навеске продукта добавить пипеткой по ГОСТ 29227 порциями 4 раза по 2,5 см^3 концентрированной серной кислоты. После каждого внесения кислоты навеску испытуемого продукта перемешиваем стеклянной палочкой, в результате образуется тягучая масса черного цвета. Оставляем на 2—3 ч для прохождения реакции. Далее проводят экстракцию гексаном как в первом способе (3 раза по 10,0 см^3), перемешивая стеклянной палочкой каждый раз в течение 15 мин. Гексановые фракции

(верхний слой) после экстракции сливают в сухую колбу по ГОСТ 25336 объемом 100 см^3, объединяя их. Объединенную гексановую фракцию переносят в делительную воронку.

7.3 Очистка экстракта

7.3.1 Гексановые фракции в делительной воронке очищают серной кислотой, внося пипеткой по ГОСТ 29227 по 3,0 см^3, и осторожно перемешивают несколько раз. Очистку продолжают до получения бесцветной серной кислоты, каждый раз сливая и отбрасывая серную кислоту. Гексановые фракции в делительной воронке промывают дистиллированной водой по ГОСТ 6709. Водный раствор (нижний слой) каждый раз отбрасывают. Промывание продолжают до нейтральной реакции промывных вод.

7.3.2 Для удаления воды гексановые фракции из делительной воронки фильтруют в сухую коническую круглодонную колбу по ГОСТ 25336 вместимостью 100 см^3 через фильтровальную бумагу со слоем безводного сернокислый натрий (сульфат натрия) по ГОСТ 4166. Делительную воронку ополаскивают гексаном около 5 см^3 и присоединяют его через тот же сульфат натрия к основным гексановым фракциям в колбе и присоединяют эту колбу к ротационному испарителю.

7.3.3 Гексановые фракции отгоняют на ротационном испарителе под вакуумом. Колбу с сухим остатком остужают.

Если после выпаривания гексановых фракций на дне колбы остается окрашенный осадок, то сухой остаток на дне и стенках колбы растворяют гексаном, внося в колбу пипеткой по ГОСТ 29227 10 см^3 гексана, и повторяют очистку экстракта по 7.2.1. Колбу с сухим остатком остужают.

7.3.4 Сухой остаток на дне и стенках колбы растворяют гексаном, внося пипеткой по ГОСТ 29169 1 см^3. Полученный раствор используют для хроматографического анализа.

Примечание — Все работы проводят в вытяжном шкафу.

8 Подготовка пробы цветочной пыльцы (обножки) и перги

8.1 Цветочную пыльцу (обножку) измельчают на лабораторной мельнице. Навеску цветочной пыльцы (обножки) массой (10,000 ± 0,0001) г помещают в стакан ГОСТ 25336 вместимостью 100 см^3 и добавляют 5 см^3 дистиллированной воды по ГОСТ 6709 и перемешивают в течение 5 мин на магнитной мешалке до полного растворения и однородной консистенции продукта.

8.2 Пергу измельчают на лабораторной мельнице. Для лучшего измельчения пергу предварительно замораживают. Навеску перги массой (10,000 ± 0,0001) г помещают в стакан ГОСТ 25336 вместимостью 100 см^3 и добавляют 5 см^3 дистиллированной воды по ГОСТ 6709 и перемешивают в течение 5 мин на магнитной мешалке до полного растворения и однородной консистенции испытуемого продукта.

Экстракцию и очистку экстракта цветочной пыльцы (обножки) и перги проводят по 7.

9 Дополнительная очистка

Для маточного молочка и цветочной пыльцы (обножки) и перги рекомендуется проводить дополнительную очистку гексановых фракций с использованием наборов для твердофазной экстракции (ТЭФ), содержащих в своем составе соли и сорбенты: $MgSO_4$ (сульфат магния) — удаляет из образцов избыточную воду; PSA (смесь первичных и вторичных аминов) — удаляют из образцов органические кислоты, сахара, антоциановые пигменты и липиды; C18E (октадецилсилан, EndCapping) — удаляет из образцов жиры, стеролы и другие неполярные соединения; GCB (графитизированная сажа) — удаляет из образцов пигменты (каратиноиды и хлорофилл).

УДК 638.1:006.354 ОКС 65.140.00

Ключевые слова: продукты пчеловодства, подготовка пробы, маточное пчелиное молочко, цветочная пыльца (обножка), перга, гомогенат трутневого расплода, хлорорганические пестициды

БЗ 10—2017/143

Редактор *Г.Н. Симонова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 02.11.2017. Подписано в печать 08.11.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74. Тираж 33 экз. Зак. 2213.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru