

Изменение № 1 ГОСТ 23452—79 Молоко и молочные продукты. Методы определения остаточных количеств хлорорганических пестицидов

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.06.86 № 1658 срок введения установлен

с 01.01.87

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 9209.

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на см³, л на дм³, мкл на мм³.

Пункт 1.1. Заменить ссылки: ГОСТ 3622—68 на ГОСТ 26809—86, ГОСТ 13928—68 на ГОСТ 13928—84.

Пункт 2.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Минимальная концентрация остаточных количеств хлорорганических пестицидов, определяемая указанным методом, составляет 0,05 мг/кг (мг/дм³) с абсолютной суммарной погрешностью 0,017 мг/кг (мг/дм³) при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 2.2 изложить в новой редакции:

«2.2. Аппаратура и реактивы

Пластинки стеклянные для хроматографии размером 90×120, 130×180 мм или фотопластинки.

Пульверизаторы стеклянные.

Камера для хроматографирования — стеклянный сосуд с притертой крышкой.

Микропипетки по ГОСТ 20292—74.

Лампа ртутно-кварцевая ПРК.

Баня водяная с терморегулятором, позволяющая поддерживать температуру (45±2) °С.

Часы по ГОСТ 23874—79.

(Продолжение см. с. 300)

(Продолжение изменения к ГОСТ 23452—79)

Весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104—80.

Сушильный шкаф с терморегулятором, позволяющий поддерживать температуру $(130 \pm 5)^\circ\text{C}$, $(160 \pm 5)^\circ\text{C}$.

Прибор для отгонки растворителей (ИР-1, ИР-10, УОР-М).

Эксикатор исполнения 2 по ГОСТ 25336—82.

Термометр стеклянный жидкостный (не ртутный) с пределом измерения от 0 до 100°C с ценой деления шкалы 1°C по ГОСТ 9177—74.

Груша резиновая.

Колбы мерные исполнения 2, номинальной вместимостью 100 см^3 , 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74.

Стаканы типа В или Н исполнения 1 или 2, номинальной вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры мерные исполнения 1, номинальной вместимостью 50, 100, 250 и 1000 см^3 .

Воронки типа ВД, исполнения 1 или 2, номинальной вместимостью 250 и 500 см^3 по ГОСТ 25336—82.

Пробирки исполнения 2, номинальной вместимостью 5 и 10 см^3 , с ценой деления $0,1\text{ см}^3$ по ГОСТ 1770—74.

Колбы типа К исполнения 1 со взаимозаменяемыми конусами, номинальной вместимостью 250 и 500 см^3 по ГОСТ 25336—82.

Колонки хроматографические размером $18 \times 390\text{ см}^3$.

Ступка по ГОСТ 9147—80.

Пипетки исполнения 6 или 7, 1-го класса точности, номинальной вместимостью 5 и 10 см^3 по ГОСТ 20292—74.

(Продолжение см. с. 301)

н-Гексан, ч. д. а. по действующей нормативно-технической документации.

Хлороформ по ГОСТ 20015—74, х. ч.

Ацетон по ГОСТ 2603—79, х. ч.

Калий щавелевокислый по ГОСТ 5868—78, ч. д. а., раствор с массовой долей щавелевокислого калия 50 г/дм³.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, насыщенный водный раствор.

Насыщенный раствор безводного сульфата натрия в серной кислоте плотностью 1,84 г/см³ (100 г безводного сульфата натрия растворяют в 1 дм³ серной кислоты).

Бензол по ГОСТ 5955—75, х. ч.

Силикагель АСК по ГОСТ 3956—76.

Силикагель КСК по ГОСТ 3956—76.

Эфир диэтиловый для наркоза по Госфармакопее, том IX.

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459—75.

Оксид алюминия для хроматографии по нормативно-технической документации.

α и γ -изомеры ГХЦГ по ГОСТ 6218—76.

4,4'-ДДТ, 4,4'-ДДЭ, 4,4'-ДДД и ГЕПТАХЛОР по нормативно-технической документации.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Вода питьевая по ГОСТ 2874—82.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Кальций сернокислый 2-водный (CaSO₄·2H₂O) по ГОСТ 3210—77, ч. д. а. (гипс).

Эфир петролейный с температурой кипения (50±10) °С по нормативно-технической документации.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77».

Пункт 2.3.3. Заменить значение: 160 на 1600.

Пункт 2.3.6. Заменить значение: 1,5—2 ч на 10—12 ч.

Пункт 2.3.7 изложить в новой редакции: «2.3.7. Подготовка стандартных растворов пестицидов (4,4'-ДДТ, 4,4'-ДДД, 4,4'-ДДЭ, α и γ -изомеров ГХЦГ и ГЕПТАХЛОРА).

Стандартный раствор пестицидов в гексане готовят следующей массовой концентрации: 0,2 мкг/см³ ГХЦГ, 0,5 мкг/см³ гептахлора, 0,4 мкг/см³ 4,4'-ДДЭ, 0,5 мкг/см³ 4,4'-ДДД и 0,5 мкг/см³ 4,4'-ДДТ. Растворы хранят в сосуде с притертой пробкой при температуре (10±3) °С, не более 1 мес со дня приготовления».

Пункт 2.3.10.1. Первый абзац перед словами «25 мл продукта» дополнить словами: «Первый способ:».

дополнить абзацем: «Второй способ: к 50 см³ продукта прибавляют концентрированную серную кислоту 30—40 см³ до полного почернения пробы. Охлажденный до (13±2) °С раствор переносят в делительную воронку и экстрагируют н-гексаном два раза порциями по 25 см³. Для полного извлечения воронку встряхивают 2 мин, затем оставляют ее на несколько минут до полного разделения слоев. Если образуется эмульсия, прибавляют 1—2 см³ этилового спирта. К объединенным экстрактам в делительной воронке прибавляют 10 см³ концентрированной серной кислоты, насыщенной сульфатом натрия, и осторожно встряхивают несколько раз. Очистку повторяют до получения бесцветной кислоты».

Пункт 2.3.10.4 изложить в новой редакции: «2.3.10.4. Масло, молочный жир.

Первый способ: 20 г продукта при определении методом тонкослойной хроматографии или 5 г—при определении методом газожидкостной хроматографии помещают в стакан вместимостью 50 см³, подогревают до температуры (40±2) °С и растворяют в 30 см³ н-гексана.

(Продолжение см. с. 302)

Второй способ: навеску масла 20 г растапливают на водяной бане в круглодонной колбе, прибавляют 50 см³ ацетона, тщательно перемешивают до растворения жира, прибавляют 10 см³ дистиллированной воды и охлаждают на льду до затвердения жира (примерно 30 мин), сливают ацетоновый экстракт и процедуру повторяют три раза. Из объединенных экстрактов в круглодонной колбе ацетон отгоняют на водяной бане. Пестициды экстрагируют из оставшегося водного экстракта н-гексаном тремя порциями по 10 см³ в течение 5 мин. Объединенные экстракты в делительной воронке обрабатывают серной кислотой с серноокислым натрием. Очищенный экстракт сушат и упаривают досуха.

Пункт 2.3.11.2. Заменить слова: «Экстракт сливают через воронку с безводным сульфатом натрия в колбу прибора для отгонки растворителей и отгоняют растворитель до объема 0,1—0,2 см³» на «Гексановый экстракт промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод, а затем сушат безводным сульфатом натрия. Растворитель отгоняют до объема 0,1—0,2 см³».

Пункт 2.5. Второй абзац изложить в новой редакции: «Массовую долю (X) в мг/кг или массовую концентрацию (X₁) в мг/дм³ пестицидов в пробе вычисляют по формулам .

$$X = \frac{A}{m} \text{ или } X = \frac{A_1 \cdot S_2}{m \cdot S_1} ;$$

$$X_1 = \frac{A}{V} \text{ или } X_1 = \frac{A_1 \cdot S_2}{V \cdot S_1} ,$$

где A — масса пестицидов, определенная визуальным сравнением со стандартным раствором, мкг;

A₁ — масса пестицидов в стандартном растворе, мг;

S₂ — площадь пятна исследуемой пробы, мм²;

m — масса исследуемой пробы, г;

V — объем исследуемой пробы, дм³;

S₁ — площадь пятна стандартного раствора, мм²;

дополнить абзацем (перед последним): «Вычисление производят до третьего десятичного знака»;

последний абзац изложить в новой редакции: «За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми по абсолютной величине не должны превышать 20 % по отношению к среднему арифметическому. Окончательный результат округляют до второго десятичного знака».

Пункт 3.1. Первый абзац после слова «азота» дополнить словом: «аргона»; второй-четвертый абзацы изложить в новой редакции: «Метод предназначен для количественного определения хлорорганических пестицидов и применяется при разногласиях в оценке качества молока и молочных продуктов».

Минимальная концентрация остаточных количеств хлорорганических пестицидов, определяемая указанным методом, для 4,4'-ДДТ, 4,4'-ДДД и 4,4'-ДДЭ составляет 0,005 мг/кг (мг/дм³) с абсолютной суммарной погрешностью 0,0025 мг/кг (мг/дм³) при доверительной вероятности P=0,95, для α и γ-изомеров ГХЦГ — 0,008 мг/кг (мг/дм³) с абсолютной суммарной погрешностью 0,004 мг/кг (мг/дм³), для ГЕПТАХЛЮРА — 0,005 мг/кг (мг/дм³) с абсолютной суммарной погрешностью 0,0025 мг/кг (мг/дм³)».

Пункт 3.2. Первый абзац. Заменить слово: «газовый» на «газожидкостный»; третий абзац дополнить словами: «или другой модификации»;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «Баня водяная с термообогревом, обеспечивающая нагрев до температуры 45 °С»;

пятый абзац после слов «по ГОСТ 15866—70» дополнить словами: «SE-30, SE-301, ДС-550, СКТФТ-50, ОУ-17, SE-XE-60 или другие аналогичные фазы»;

шестой абзац дополнить словами: «Целит-545, хромосорб W».

восьмой абзац после слова «Эксикатор» дополнить словами: «исполнения 2»;

одиннадцатый-тринадцатый абзацы изложить в новой редакции: «Колбы мерные исполнения 2, номинальной вместимостью 100 см³, 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74».

(Продолжение см. с. 303)

(Продолжение изменения к ГОСТ 23452—79)

Стаканы стеклянные лабораторные типа В или Н, исполнения 1 или 2, номинальной вместимостью 50 см³ по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры мерные исполнения 1, номинальной вместимостью 50, 100 и 250 см³ по ГОСТ 1770—74»;

четырнадцатый абзац после слов «по ГОСТ 1770—74» дополнить словом: «номинальной»;

пятнадцатый, шестнадцатый абзацы изложить в новой редакции: «Колбы типа К, исполнения 1, со взаимозаменяемыми конусами, номинальной вместимостью 250 или 500 см³ по ГОСТ 25336—82.

Пипетки исполнения 2, 1-го класса точности, номинальной вместимостью 5 и 10 см³ по ГОСТ 20292—74».

Пункт 3.3.4 после слов «сорбентом» дополнить словами: «и присоединяют к прибору, не присоединяя к детектору. Кондиционирование колонки проводят в течение четырех дней, постепенно (в течение 6 ч) повышая температуру от 50 до 220 °С».

Пункты 3.3.5, 3.3.6 изложить в новой редакции: «3.3.5. Температурные режимы хроматографа

Температура испарителя (220±10) °С, колонок — (190±5) °С, детектора— (210±20) °С.

3.3.6. Скорость подачи газа-носителя — (60—75) мм³/мин».

Пункт 3.7. Второй абзац изложить в новой редакции: «Массовую долю (X₂) в мг/кг или массовую концентрацию (X₃) в мг/дм³ пестицидов в пробе вычисляют по формулам

(Продолжение см. с. 304)

(Продление изменения к ГОСТ 23452—79)

$$X_2 = \frac{A \cdot S_2 \cdot V_2}{S_1 \cdot V_1 \cdot m} \text{ или } X_2 = \frac{A \cdot H_2 \cdot V_2}{H_1 \cdot V_1 \cdot m} ;$$

$$X_3 = \frac{A \cdot S_3 \cdot V_3}{S_1 \cdot V_1 \cdot V_3} \text{ или } X_3 = \frac{A \cdot H_3 \cdot V_3}{H_1 \cdot V_1 \cdot V_3} ,$$

где A — масса пестицидов в стандартном растворе, введенном в хроматограф;

S_2 или H_2 — площадь или высота пика в исследуемой пробе, мм² или мм;

V_2 — общий объем экстракта после упаривания, см³;

S_1 или H_1 — площадь или высота пика стандартного раствора пестицидов, введенных в хроматограф, мм² или мм;

V_1 — объем пробы, введенной в хроматограф, см³;

m — масса исследуемой пробы, г;

V_3 — объем исследуемой пробы, дм³;

предпоследний, последний абзацы изложить в новой редакции: «Вычисления производят до четвертого десятичного знака».

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми по абсолютной величине не должны превышать 10 % по отношению к среднему арифметическому. Окончательный результат округляют до третьего десятичного знака».

(ИУС № 9 1986 г.)