

**ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ
И СЕРТИФИКАЦИИ (ЕАСС)**

**EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY
AND CERTIFICATION (EASC)**



**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ**

**ГОСТ
31098—
2002
(ИСО 6870:1985)**

**КОРМА, КОМБИКОРМА,
КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ**

Метод определения массовой доли зеараленона

(ISO 6870:1985, MOD)

Издание официальное



Зарегистрирован

№ 5341

" 10 " мая 2006



Минск

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации

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 "Межгосударственная система стандартизации. Основные положения" и ГОСТ 1.2-97 "Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила, рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, обновления и отмены".

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 4 «Комбикорма, белковитаминные добавки, премиксы»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии Российской Федерации

3 ПРИНЯТ Евразийским Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 22-2002 от 6 ноября 2002 г.)

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	Минторгэкономразвития
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Ростехрегулирование
Украина	UA	Госпотребстандарт Украины

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 6870:1985 «Корма для животных. Определение содержания зеараленона» (ISO 6870:1985 «Feedstuffs, compound feeds, feed raw materials. Method for determination of zearalenone fraction of total mass»). При этом разделы стандарта, за исключением разделов 3, 6 идентичны.

Степень соответствия – модифицированная, MOD

Настоящий стандарт идентичен ГОСТ Р 51425–99 (ИСО 6870-85) «Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Метод определения зеараленона», который продолжает действовать в Российской Федерации в качестве национального стандарта.

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.

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе (каталоге) "Межгосударственные стандарты", а текст изменений – в информационных указателях "Межгосударственные стандарты". В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе "Межгосударственные стандарты".

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

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**КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ
Метод определения массовой доли зеараленона**

Feedstuffs, compound feeds, feed raw materials.
Method for determination of zearalenone fraction of total mass

Дата введения -

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на корма, комбикорма, комбикормовое сырье и устанавливает метод определения массовой доли зеараленона.

Предел обнаружения зеараленона составляет около 50 мкг/кг.

2 Сущность метода

Анализируемое вещество экстрагируют из навески испытуемого продукта смесью ацетонитрила и раствора хлористого калия, фильтруют, берут аликвоту и обезжираивают ее изооктаном с последующей очисткой смесью ацетонитрила, воды, ацетата свинца и диатомовой земли; после фильтрования экстрагируют аликвотное количество хлороформом, который впоследствии испаряется.

Растворяют сухой экстракт смесью бензола и ацетонитрила, аликвотную порцию этого раствора подвергают двухмерной тонкослойной хроматографии. Содержание зеараленона определяют визуально или путем измерения интенсивности флуоресценции пятна в ультрафиолетовом излучении и сравнения с известными количествами зеараленона, нанесенными на ту же пластину, что и экстракт испытуемой пробы.

Подтверждение идентичности зеараленона проводят с помощью бисдиазотированного бензидина.

3 Нормативные ссылки

ГОСТ 13496.0—80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

4 Реактивы

Все реактивы должны быть квалификации х. ч. или ч. д. а:

вода дистиллированная;

ацетонитрил;

изооктан;

хлороформ;

смесь бензола и ацетонитрила в объемном соотношении 98 : 2;

Предупреждение — Бензол токсичен при вдыхании и контакте с кожей. Огнеопасен.

проявляющие растворители (смесь толуола, этилацетата и муравьиной кислоты в объемном соотношении 6 : 3 : 1 и смесь хлороформа и этанола в объемном соотношении 95 : 5);

раствор хлористого калия массовой концентрации 40 г/дм³;

раствор уксуснокислого свинца готовят следующим образом:

200 г уксуснокислого свинца помещают в мерную колбу с одной отметкой вместимостью 1000 см³, добавляют 3 см³ уксусной кислоты, доводят водой до метки и перемешивают;

бисдиазотированныйベンゼдиновыйреактив.

Приготовление раствора бензидина массовой концентрации 5 г/дм³.

В мерную колбу вместимостью 100 см³ приливают 20 см³ воды, 1,5 см³ соляной кислоты и вносят 0,5 г бензидина, доводят водой до метки и перемешивают.

Раствор следует хранить в защищенном от света месте в склянке из темного стекла.

Приготовление реактива

Равные объемы растворов бензидина и нитрита натрия массовой концентрации 100 г/дм³ охлаждают примерно до температуры от 0 до минус 5 °С, тщательно перемешивают. Полученный раствор мутный и имеет темно-пурпурный цвет. Перед использованием его доводят до температуры окружающей среды, раствор приобретает желтый цвет.

Реактив готовят непосредственно перед использованием;

Предупреждение — Бензидин является канцерогенным веществом. Токсичен при вдыхании, контакте с кожей, приеме внутрь.

диатомовая земля (цеолит 545), промытая соляной кислотой;

азот;

зеараленон, стандартный раствор в бензоле массовой концентрации 10 мкг/см³.

На спектрометре определяют спектр поглощения раствора в диапазоне длин волн 300 и 330 нм, используя кювету толщиной просвечиваемого слоя 10 мм относительно бензола; регистрируют максимальное поглощение *A*, которое должно составлять примерно 317 нм.

Массовую концентрацию зеараленона с, мкг/см³, рассчитывают по формуле

$$c = \frac{318A1000}{6060}, \quad (1)$$

где 318 — молярная масса зеараленона, г/моль;

6060 — коэффициент молярной экстинкции, дм³/моль · см.

5 Оборудование и материалы

Для проведения испытания применяют обычное лабораторное оборудование:

мельницу для измельчения продукта до такой степени, чтобы он полностью проходил через сито, диаметр отверстий которого равен 1 мм;

встряхиватель со скоростью встряхивания 100 колебаний в минуту;

бумагу фильтровальную средней плотности (рыхлая фильтровальная бумага дает мутный раствор, плотная фильтровальная бумага будет забиваться);

испаритель ротационный с круглодонной колбой;

оборудование для тонкослойной хроматографии, т. е. оборудование для подготовки пластин и нанесения пятен (капиллярные пипетки или микрошлизы), емкость для проявления и распылитель для напыления реактива на пластины (пульверизатор);

пластины стеклянные для тонкослойной хроматографии размером 200 × 200 мм подготавливают следующим образом: 30 г силикагеля *G-HR* помещают в коническую колбу, приливают 60 см³ воды, закрывают и тщательно перемешивают в течение 1 мин. Полученную суспензию наносят на пластины таким образом, чтобы получить равномерный слой толщиной 0,25 мм. Высушивают слой на воздухе и хранят пластины в эксикаторе. Перед использованием пластины активируют, выдерживая их в печи при температуре 110 °С в течение 1 ч.

Указанного количества суспензии силикагеля достаточно для подготовки 5 пластина.

Допускается использовать пластины промышленного применения, если результаты, полученные с их применением, будут сравнимы с результатами, полученными на пластинах, подготовленных по вышеописанному способу;

лампы ультрафиолетовые с короткой длиной волны (253 нм).