



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
ISO 13493—
2014

НИФСИТР ЦСМ при МЭ КР
**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Метод определения содержания хлорамфеникола
(левомицетина) с помощью жидкостной хроматографии

(ISO 13493:1998, IDT)

Издание официальное

Зарегистрирован

№ 9643

30.06.2014 г.



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—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены».

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом птицеперерабатывающей промышленности Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИПП Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии Российской Федерации

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

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 13493:1998 Meat and meat products – Determination of chloramphenicol content – Method using liquid chromatography (Мясо и мясные продукты. Определение содержания хлорамфеникола. Метод жидкостной хроматографии).

Международный стандарт разработан Подкомитетом SC 6 «Мясо и мясные продукты» Технического комитета ISO/TC 34 «Пищевые продукты».

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в национальных органах по стандартизации.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительно приложении ДА.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

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

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ**Метод определения содержания хлорамфеникола (левомицетина)
с помощью жидкостной хроматографии**

Meat and meat products. Method for determination of chloramphenicol (levomycetin)
content using liquid chromatography

Дата введения —

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания хлорамфеникола (левомицетина) в мышечной ткани мяса, включая мясо птицы, с помощью жидкостной хроматографии.

Данный метод применим для определения хлорамфеникола при его содержании более 6,5 мкг/кг. Данный метод неприменим к испорченным образцам.

П р и м е ч а н и е — Настоящий стандарт допускается применять для определения содержания хлорамфеникола во всех видах мяса и мясопродуктов. Однако межлабораторные испытания по установлению точности метода были проведены только на образцах мышечной ткани.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходим следующий ссылочный документ. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа, для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

ISO 3696:1987 Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Спецификация и методы испытаний)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

3.1 содержание хлорамфеникола в мясе и мясных продуктах: Содержание хлорамфеникола, измеренное в соответствии с методом, указанным в настоящем стандарте.

П р и м е ч а н и е — Содержание хлорамфеникола выражают в микрограммах на килограмм.

4 Сущность метода

Хлорамфеникол из части пробы для анализа экстрагируют водой. Экстракт фильтруют и полученный водный раствор очищают от липофильных компонентов методом твердофазной экстракции. Хлорамфеникол элюируют с экстракционного патрона дихлорметаном. Органический растворитель выпаривают и остаток очищают с помощью жидкостной экстракции в системе вода — толуол. Хлорамфеникол определяют методом обращенно-фазной хроматографии с детектированием в ультрафиолетовой (УФ) области спектра.

5 Реактивы

При отсутствии специальных указаний используют реактивы только официально признанной аналитической чистоты.

5.1 Вода, согласно требованиям ISO 3696, должна быть не ниже 3-й степени чистоты. Вода не должна содержать органические примеси.

5.2 Азот, пригодный для выпаривания растворителей.

5.3 Дихлорметан.

5.4 Тoluол.

5.5 Ацетатный буфер, $c(\text{CH}_3\text{CO}_2\text{Na}) = 0,01$ моль/дм³, pH = 4,3

Растворяют 0,82 г безводного ацетата натрия примерно в 970 см³ воды. С помощью pH-метра (см. 6.1) доводят pH до 4,3 добавлением уксусной кислоты массовой долей 50 %. Переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Доводят водой до метки и перемешивают.

5.6 Ацетонитрил для УФ спектроскопии.

5.7 Подвижная фаза

К 250 см³ ацетонитрила (см. 5.6) добавляют 750 см³ ацетатного буфера (см. 5.5) и тщательно перемешивают.

Перед использованием элюент фильтруют через мембранный фильтр с размером пор 0,22 мкм (см. 6.2) и дегазируют.

5.8 Основной раствор хлорамфеникола массовой концентрации 100 мкг/см³

Взвешивают 10 мг хлорамфеникола с точностью 0,1 мг и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Добавляют метанол до метки и перемешивают.

Приготовленный основной раствор стабилен в течение 1 мес при хранении в темноте.

5.9 Стандартные растворы хлорамфеникола

Пипеткой вносят 5,0 см³ основного раствора (см. 5.8) в мерную колбу вместимостью 100 см³. Разбавляют водой до метки и перемешивают.

Разбавляют 1,0, 2,0, 5,0 и 15,0 см³ этого раствора до 100 см³ для получения четырех стандартных растворов с массовой концентрацией хлорамфеникола соответственно 0,05; 0,10; 0,25 и 0,75 мкг/см³.

Эти стандартные растворы стабильны в течение одной недели при хранении в темноте.

6 Оборудование

Используют обычное лабораторное оборудование, в частности:

6.1 pH-метр.

6.2 Мембранный фильтр с малым мертвым объемом и размером пор 0,22 мкм.

6.3 Механическое или электрическое устройство, пригодное для измельчения образца.

В качестве такого устройства могут быть использованы высокоскоростной ротационный куттер или мясорубка с решеткой, диаметр отверстий которой не превышает 4,0 мм.

6.4 Лабораторный гомогенизатор (например, гомогенизатор типа Стомахер или Вортекс)¹⁾.

6.5 Фильтровальная бумага обеззоленная быстрофильтрующая диаметром примерно 15 см.

Примечание — Например, можно использовать Ватман 41¹⁾.

6.6 Экстракционные патроны вместимостью 20 см³ с диатомитовой землей, которая задерживает липофильные компоненты из водных растворов.

Примечание — Можно использовать, например, картриджи Extrelut@ производства фирмы Merk, Дармштадт, Германия (№ 11737)¹⁾.

6.7 Водяная баня или нагревательный блок, позволяющие поддерживать температуру (40 ± 1) °C, с устройством для выпаривания потоком азота (см. 5.2), или ротационный испаритель.

6.8 Центрифужные пробирки вместимостью 25 см³.

6.9 Смеситель для пробирок типа Вортекс, обеспечивающий частоту вращения примерно 700 мин⁻¹.

¹⁾ Это примеры коммерчески доступной продукции. Данная информация приведена только для удобства пользователей настоящего стандарта и не является поддержкой разработчика.