

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



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
EN 1528-3—
2014

ПИЩЕВАЯ ПРОДУКЦИЯ С БОЛЬШИМ
СОДЕРЖАНИЕМ ЖИРА

Определение пестицидов и полихлорированных
бифенилов (ПХБ)

НИФСИТР ЦСМ при МЭ КР
**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

Часть 3
Методы очистки

Издание официальное

Зарегистрирован
№ 10668
30 декабря 2014 г.



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

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт метрологии» (БелГИМ)

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 22 декабря 2014 г. № 73-П)

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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 1528-3:1996 Bestimmung von Pestiziden und polychlorierten Biphenylen (PCB) – Fettreiche Lebensmittel – Bestimmung von Pestiziden und polychlorierten Biphenylen (PCB) – Teil 3: Reinigungsverfahren (Продукты пищевые с большим содержанием жира. Определение пестицидов и полихлорированных бифенилов (ПХБ). Часть 3. Метод очистки).

Европейский стандарт EN 1528-3:1996 разработан техническим комитетом по стандартизации CEN/TC 275 «Анализ пищевых продуктов. Горизонтальные методы» Европейского комитета по стандартизации (CEN).

Перевод с немецкого языка (de).

Официальные экземпляры европейского стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международного и европейских стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Национальном фонде ТНПА.

В стандарт внесены следующие редакционные изменения: единица измерения литр (л) заменена на кубический дециметр (dm^3); единица измерения миллилитр (мл) заменена на кубический сантиметр (cm^3).

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылки на международный и европейские стандарты актуализированы.

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

Степень соответствия — идентичная (IDT)

5 ВВЕДЕНИЕ

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.

Введение

Европейский стандарт EN 1528 состоит из следующих частей под общим заголовком «Продукты пищевые с большим содержанием жира. Определение пестицидов и полихлорированных бифенилов (ПХБ)»:

- часть 1. Общие положения (определяет область применения стандарта, а также содержит общие указания, касающиеся реагентов, оборудования, газовой хроматографии и т. д., применяющихся для каждого из выбранных аналитических методов);
- часть 2. Экстракция жира, пестицидов и ПХБ и определение содержания жира (устанавливает ряд аналитических методов, с помощью которых проводят экстракцию жира, включая остатки пестицидов и ПХБ из различных групп пищевой продукции, содержащих жиры);
- часть 3. Методы очистки (содержит подробные описания методов А – Н для очистки от жиров и растительных масел или изолированной жировой фракции с применением методов жидкость - жидкостной перезэкстракции, адсорбционной или гельпроникающей колоночной хроматографии);
- часть 4. Определение, методы подтверждения, прочие положения (содержит руководство по некоторым рекомендуемым методам определения пестицидов и ПХБ в пищевой продукции с большим содержанием жира, а также описание процедуры очистки для удаления основной части липидов при анализе большого количества жира).

Настоящий стандарт содержит ряд методов определения множественных остатков одинакового значения. Ни один из этих методов нельзя рассматривать как преимущественный, так как методы исследования в данной области постоянно совершенствуются. Методы, выбранные для включения в настоящий стандарт, были проверены и имеют широкое применение. Необходимо доказать, что любые изменения в методах дадут сопоставимые результаты.

Остатки, подвергаемые анализу в соответствии с настоящим стандартом, содержатся в жировой части образцов. Экстракти проб, полученные в соответствии с EN 1528-2:1996, содержат кроме остатков жира и различные липиды, которые могут привести к ошибочным результатам, и для очистки данного экстракта или жира и масла можно применять несколько различных методов.

Настоящий стандарт содержит следующие методы очистки, которые были проверены в кольцевых испытаниях и широко распространены:

- метод А. Жидкость-жидкостное разделение с ацетонитрилом и очистка на Florisil®-колонке (AOAC) [1]
- метод В. Жидкость-жидкостное разделение с диметилформамидом и очистка на Florisil®-колонке (Specht) [2];
- метод С. Колоночная хроматография на активированном Florisil® (AOAC) [3];
- метод D. Колоночная хроматография на частично дезактивированном Florisil® (Stijve) [4];
- метод Е. Колоночная хроматография на частично дезактивированном оксиде алюминия (Greve и Grevemstik) [5];
- метод F. Гельпроникающая хроматография (ГПХ) (AOAC) [6];
- метод G. Гельпроникающая колоночная хроматография на частично дезактивированном силикагеле (Specht) [7];
- метод H. Высокопроизводительная гельпроникающая хроматография (HPGPC) (MAFF) [8].

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**ПИЩЕВАЯ ПРОДУКЦИЯ С БОЛЬШИМ СОДЕРЖАНИЕМ ЖИРА
Определение пестицидов и полихлорированных бифенилов (ПХБ)****Часть 3****Методы очистки**

Fatty food

Determination of pesticides and polychlorinated biphenyls (PCBs)

Part 3

Clean-up methods

Дата введения —**1 Область применения**

В настоящем стандарте установлены требования к методам А — Н очистки от жира и масел или изолированных жировых компонентов, содержащихся в пищевой продукции. При этом используется жидкость-жидкостное разделение методом абсорбционной колоночной хроматографии или гель-проникающей хроматографии. Применимость методов А — Н подробно описана отдельно для каждого метода.

Примечание — См. также EN 1528-4, который содержит дополнительные методы предварительной очистки от жира при переработке пищевой продукции, содержащей большое количество жира.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все его изменения).

EN 1528-1:1996 Продукты пищевые с большим содержанием жира. Определение пестицидов и полихлорированных бифенилов (ПХБ). Часть 1. Общие положения

EN 1528-2:1996 Продукты пищевые с большим содержанием жира. Определение пестицидов и полихлорированных бифенилов (ПХБ). Часть 2. Экстракция жира, пестицидов и ПХБ и определение содержания жира

EN 1528-4:1996 Продукты пищевые с большим содержанием жира. Определение пестицидов и полихлорированных бифенилов (ПХБ). Часть 4. Определение, контрольные испытания, прочие положения

3 Сущность метода

Сопутствующие вещества удаляются из экстракта пробы, чтобы экстрагированные фракции находились в растворе, используемом для количественного определения по одному из выбранных методов.

4 Общие положения

При любом жидкость-жидкостном разделении делительную воронку встряхивают в течение 2 мин в горизонтальном положении, периодически открывая пробку. Если при встряхивании образовывается стабильная эмульсия, предпочтительным может быть продолжительное встряхивание. В эмульсию можно добавить от 1 до 2 см³ насыщенного раствора хлорида натрия или сульфата натрия, нагреть теплой водой из-под крана или центрифугировать.

При расслоении эмульсии на фазы верхнюю фазу вновь экстрагируют, а нижнюю выбрасывают.