

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



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ

ГОСТ  
32689.3—  
2014

НИФСИТР ЦСМ при МЭ КР

**РАБОЧИЙ  
ЭКЗЕМПЛЯР**

Продукция пищевая растительного происхождения

**МУЛЬТИМЕТОДЫ ДЛЯ  
ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ  
ОСТАТКОВ ПЕСТИЦИДОВ**

**Часть 3**

**Идентификация и обеспечение правильности результатов**

(EN 12393-3:2008, NEQ)

**Издание официальное**

Зарегистрирован  
№ 9416  
30.06.2014 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. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены».

### Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным образовательным учреждением высшего профессионального образования «Московский государственный университет пищевых производств» (ФГБОУ ВПО «МГУПП»)

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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Настоящий стандарт разработан на основе регионального стандарта EN 12393-3:2008 Foods of plant origin – Multiresidue methods for the gas chromatographic determination of pesticide residues – Part 3: Determination and confirmatory tests (Продукция пищевая растительного происхождения. Мультиметоды для газохроматографического определения остатков пестицидов. Часть 3. Определение и проверка соответствия техническим условиям)

Степень соответствия – неэквивалентная (NEQ)

### 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

Продукция пищевая растительного происхождения

МУЛЬТИМЕТОДЫ ДЛЯ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО  
ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСТАТКОВ ПЕСТИЦИДОВ

Ч а с т ь 3

Идентификация и обеспечение правильности результатов

Foods of plant origin. Multiresidue methods for the gas chromatographic determination of pesticide residues.  
Part 3. Determination and confirmatory tests

Дата введения —

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую продукцию растительного происхождения и устанавливает требования к идентификации и обеспечению правильности результатов методов для газохроматографического определения остатков органогалогенных, органофосфорных и (или) орга-ноазотных пестицидов.

П р и м е ч а н и е – Настоящий стандарт рекомендуется применять в целях апробации и накопления до-полнительной информации в части его применения.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударствен-ные стандарты:

ГОСТ 32689.1–2014 Продукция пищевая растительного происхождения. Мультиметоды для га-зохроматографического определения остатков пестицидов Часть 1. Общие положения

ГОСТ 32689.2–2014 Продукция пищевая растительного происхождения. Мультиметоды для га-зохроматографического определения остатков пестицидов Часть 2. Методы экстракции и очистки

П р и м е ч а н и е – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссы-лочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по вы-пускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяю-щим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

## 3 Общие положения

Установленные в настоящем стандарте методы позволяют проводить идентификацию и коли-чественное определение содержания остатков пестицидов методами газовой хроматографии с ис-пользованием селективных детекторов. Все важные результаты должны быть подтверждены с точки зрения идентификации и количественного содержания веществ. Перечисленные в настоящем стан-дарте методы такие, как газовая хроматография с использованием альтернативных разделительных колонок и альтернативных детекторов, высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ), фракционирование на колонке, дериватизация, а также спектральные измерения подходят для под-тверждения результатов. Результаты, полученные с использованием масс-спектрометрии, имеют максимальное значение для подтверждения результатов идентификации.

## 4 Определение остатков пестицидов

### 4.1 Газовая хроматография (ГХ)

#### 4.1.1 Общие положения

При определении остатков пестицидов методом газовой хроматографии применяют газохроматографическую систему, инжектор, детектор и термостат колонок, которой нагревают отдельно. Преимуществом метода является подача анализируемого раствора непосредственно в колонку. Выбор и состав хроматографической системы осуществляют аналитик на основании своего опыта, однако необходимо выполнять условия, приведенные ниже.

Детекторы настраивают в точном соответствии с указаниями производителя. Изменение чувствительности детектора регулярно контролируют по линейности градуировочной зависимости стандартного раствора пестицидов. Блок обработки данных газохроматографической разделительной системы должен быть оборудован программно-аппаратным комплексом, который позволяет проводить оценку не только по высоте пика, но и по его площади.

Обычные условия газовой хроматографии приведены в приложении А.

#### 4.1.2 Колонки для газовой хроматографии

Колонки для газовой хроматографии выдерживают в течение 24 ч при температуре, близкой к максимально рекомендованной рабочей температуре соответствующей стационарной фазы; разделяющую способность и избирательность контролируют при соответствующей рабочей температуре с помощью стандартных растворов пестицидов. Во время кондиционирования конец колонки отсоединяют от детектора.

В качестве газа-носителя применяют чистый сухой азот (без примесей кислорода и воды), водород или гелий. Скорость потока зависит от величины и типа колонки. В общем случае скорость потока газа настраивают как можно точнее. Все подводы газа должны быть оборудованы фильтрами, наполненными «молекулярным ситом», которые регулярно регенерируют. В общем случае должно быть гарантировано, что все условия газовой хроматографии (длина колонок, тип стационарной фазы, температуры инжектора, детектора и колонки, скорость потока газа и т.д.) будут выбраны и настроены таким образом, что возможно имеющиеся остатки пестицидов будут отделены максимально полно.

Благодаря своей разделяющей способности, сроку службы и механическим характеристикам лучше использовать колонки из кварца (*fused silica*), которые имеют внутренний диаметр от 0,20 до 0,35 мм и длину от 10 до 60 м. В некоторых случаях применяют так называемые широкие колонки с внутренним диаметром от 0,5 до 0,8 мм.

В качестве стационарной фазы чаще всего используют:

- SE-30 (соответствует OV-1, DB-1, CP Sil 5, BP-1, SPB-1 и т. д.);
- SE-54 (соответствует DB-5, CP Sil 8, BP-5, SPB-5 и т.д.);
- OV-17 (соответствует OV-11, OV-22, SP-2250, DC-710, DB-608 и т. д.);
- DB-1301 (соответствует DB-624);
- DB-1701 (соответствует OV-1701, CP-Sil 19-CB, BP-10, SPB-7 и т. д.);
- OV-225 (соответствует DB-225, SIL-43-CB, SPB-2330 и т. д.);
- WAX (соответствует DB-WAX, CP-WAX-52-CB, Carbowax 20 M и т. д.).

#### 4.1.3 Способы инжекции

Пригодны различные способы инжекции, например, ввод пробы без деления потока или с использованием испарителя с программируемой температурой для ввода проб большого объема (*PTV*). Их применение зависит от условий работы прибора и специальных требований.

#### 4.1.4 Детекторы

Используют детекторы в соответствии с ГОСТ 32689.1.

## 4.2 Предварительное определение

Линейный диапазон измерений детектора при выбранных условиях для газовой хроматографии определяют путем инжекции разбавленных градуировочных растворов.

Необходимый объем раствора экстракта (от 1,0 до 10,0  $\text{мм}^3$  в зависимости от системы), очищенного в соответствии с методом, изложенным в ГОСТ 32689.2, инжектируют в газовый хроматограф. Полученная таким образом хроматограмма позволяет как идентифицировать, так и определять примерную концентрацию остатков пестицидов в растворе экстракта.

\* Данная информация является рекомендуемой и приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.