

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО
13493—
2005

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Метод определения содержания хлорамфеникола (левомицетина) с помощью жидкостной хроматографии

ISO 13493:1998

Meat and meat products — Determination of chloramphenicol content —
Method using liquid chromatography
(IDT)

Издание официальное



Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт птицеперерабатывающей промышленности» Российской академии сельскохозяйственных наук (ГУ ВНИИПП Россельхозакадемии) на основе собственно аутентичного перевода, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 116 «Продукты переработки птицы, яиц и сублимационной сушки»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 16 декабря 2005 г. № 314-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 13493:1998 «Мясо и мясные продукты. Определение содержания хлорамфеникола. Метод жидкостной хроматографии» (ISO 13493:1998 «Meat and meat products — Determination of chloramphenicol content — Method using liquid chromatography»). Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2004 (пункт 3.5).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных (региональных) стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации, сведения о которых приведены в дополнительном приложении Б

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет

© Стандартиформ, 2006

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

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

Meat and meat products.

Method for determination of chloramphenicol content using liquid chromatography

Дата введения — 2007—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения с помощью жидкостной хроматографии содержания хлорамфеникола в мышечной ткани мяса, включая мясо птицы, где массовая доля хлорамфеникола составляет не менее 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

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ИСО 3100-1:1991 Мясо и мясные продукты. Методы отбора и подготовки образцов. Часть 1. Отбор образцов

ИСО 3696:1987 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний

ИСО 5725-1:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений.

Часть 1. Основные положения и определения

ИСО 5725-2:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений.

Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

3.1 содержание хлорамфеникола в мясе и мясных продуктах: Массовая доля хлорамфеникола, измеренная с помощью метода, установленного 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 пробы 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 жидко-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 признанных аналитических марок.

5.1 Вода должна соответствовать требованиям квалификации не ниже 3-й степени чистоты согласно ИСО 3696. 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 (6.1) доводят pH до 4,3 добавлением раствора 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 (5.6) добавляют 750 см³ ацетатного буфера (5.5) и тщательно перемешивают.

Перед использованием элюент фильтруют через мембранный фильтр 0,22 мкм (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 навеску 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 (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 может быть использован высокоскоростной ротационный куттер или мясорубка с решеткой, диаметр отверстий которой не превышает 4 мм.

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

6.5 Фильтровальная бумага обеззоленная быстросфильтрующая диаметром примерно 15 см.

П р и м е ч а н и е — Например, можно использовать Ватман 41¹⁾.

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

П р и м е ч а н и е — Можно использовать, например, картриджи Extrelut® производства фирмы Merck, Дармштадт, Германия (№ 11737)¹⁾.

6.7 Водяная баня или нагревательный блок, позволяющие поддерживать температуру $(40 \pm 1)^\circ\text{C}$ и имеющие устройство для выпаривания потоком азота (5.2), или ротационный вакуумный испаритель.

6.8 Центрифужные пробирки вместимостью 25 см³.

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

6.10 Центрифуга, обеспечивающая радиальное ускорение примерно 1000 g.

6.11 Микропипетки вместимостью 300 мм³.

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