

**Изменение № 1 ГОСТ 23452—79 Молоко и молочные продукты. Методы определения остаточных количеств хлорорганических пестицидов**

**Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.06.86 № 1658 срок введения установлен**

**с 01.01.87**

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 9209.

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на см<sup>3</sup>, л на дм<sup>3</sup>, мкл на мм<sup>3</sup>.

Пункт 1.1. Заменить ссылки: ГОСТ 3622—68 на ГОСТ 26809—86, ГОСТ 13928—68 на ГОСТ 13928—84.

Пункт 2.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Минимальная концентрация остаточных количеств хлорорганических пестицидов, определяемая указанным методом, составляет 0,05 мг/кг (мг/дм<sup>3</sup>) с абсолютной суммарной погрешностью 0,017 мг/кг (мг/дм<sup>3</sup>) при доверительной вероятности  $P=0,95$ ».

Пункт 2.2 изложить в новой редакции:

«2.2. Аппаратура и реактивы

Пластины стеклянные для хроматографии размером 90×120, 130×180 мм или фотопластины.

Пульверизаторы стеклянные.

Камера для хроматографирования — стеклянный сосуд с притертой крышкой.

Микропипетки по ГОСТ 20292—74.

Лампа ртутно-кварцевая ПРК.

Баня водяная с терморегулятором, позволяющая поддерживать температуру  $(45 \pm 2)$  °С.

Часы по ГОСТ 23874—79.

*(Продолжение см. с. 300)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 23452—79)*

Весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104—80.

Сушильный шкаф с терморегулятором, позволяющий поддерживать температуру  $(130 \pm 5)^\circ\text{C}$ ,  $(160 \pm 5)^\circ\text{C}$ .

Прибор для отгонки растворителей (ИР-1, ИР-10, УОР-М).

Эксикатор исполнения 2 по ГОСТ 25336—82.

Термометр стеклянный жидкостный (не ртутный) с пределом измерения от 0 до  $100^\circ\text{C}$  с ценой деления шкалы  $1^\circ\text{C}$  по ГОСТ 9177—74.

Груша резиновая.

Колбы мерные исполнения 2, номинальной вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74.

Стаканы типа В или Н исполнения 1 или 2, номинальной вместимостью 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры мерные исполнения 1, номинальной вместимостью 50, 100, 250 и 1000 см<sup>3</sup>.

Воронки типа ВД, исполнения 1 или 2, номинальной вместимостью 250 и 500 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336—82.

Пробирки исполнения 2, номинальной вместимостью 5 и 10 см<sup>3</sup>, с ценой деления 0,1 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770—74.

Колбы типа К исполнения 1 со взаимозаменяемыми конусами, номинальной вместимостью 250 и 500 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336—82.

Колонки хроматографические размером 18×390 см<sup>3</sup>.

Ступка по ГОСТ 9147—80.

Пипетки исполнения 6 или 7, 1-го класса точности, номинальной вместимостью 5 и 10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 20292—74.

*(Продолжение см. с. 301)*

н-Гексан, ч. д. а. по действующей нормативно-технической документации.

Хлороформ по ГОСТ 20015—74, х. ч.

Ацетон по ГОСТ 2603—79, х. ч.

Калий щавелевокислый по ГОСТ 5868—78, ч. д. а., раствор с массовой долей щавелевокислого калия 50 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, насыщенный водный раствор.

Насыщенный раствор безводного сульфата натрия в серной кислоте плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup> (100 г безводного сульфата натрия растворяют в 1 дм<sup>3</sup> серной кислоты).

Бензол по ГОСТ 5955—75, х. ч.

Силикагель АСК по ГОСТ 3956—76.

Силикагель КСК по ГОСТ 3956—76.

Эфир диэтиловый для наркоза по Госфармакопее, том IX.

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459—75.

Окись алюминия для хроматографии по нормативно-технической документации.

$\alpha$  и  $\gamma$ -изомеры ГХЦГ по ГОСТ 6218—76.

4,4'-ДДТ, 4,4'-ДДЭ, 4,4'-ДДД и ГЕПТАХЛОР по нормативно-технической документации.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Вода питьевая по ГОСТ 2874—82.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Кальций сернокислый 2-водный ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) по ГОСТ 3210—77, ч. д. а. (гипс).

Эфир петролейный с температурой кипения  $(50 \pm 10)^\circ\text{C}$  по нормативно-технической документации.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Пункт 2.3.3. Заменить значение: 160 на 1600.

Пункт 2.3.6. Заменить значение: 1,5—2 ч на 10—12 ч.

Пункт 2.3.7 изложить в новой редакции: «2.3.7. Подготовка стандартных растворов пестицидов (4,4'-ДДТ, 4,4'-ДДД, 4,4'-ДДЭ,  $\alpha$  и  $\gamma$ -изомеров ГХЦГ и ГЕПТАХЛОРА).

Стандартный раствор пестицидов в гексане готовят следующей массовой концентрации: 0,2 мкг/см<sup>3</sup> ГХЦГ, 0,5 мкг/см<sup>3</sup> гептахлора, 0,4 мкг/см<sup>3</sup> 4,4'-ДДЭ, 0,5 мкг/см<sup>3</sup> 4,4'-ДДД и 0,5 мкг/см<sup>3</sup> 4,4'-ДДТ. Растворы хранят в сосуде с притертой пробкой при температуре  $(10 \pm 3)^\circ\text{C}$ , не более 1 мес со дня приготовления».

Пункт 2.3.10.1. Первый абзац перед словами «25 мл продукта» дополнить словами: «Первый способ:».

дополнить абзацем: «Второй способ: к 50 см<sup>3</sup> продукта прибавляют концентрированную серную кислоту 30—40 см<sup>3</sup> до полного почернения пробы. Охлажденный до  $(13 \pm 2)^\circ\text{C}$  раствор переносят в делительную воронку и экстрагируют н-гексаном два раза порциями по 25 см<sup>3</sup>. Для полного извлечения воронку встряхивают 2 мин, затем оставляют ее на несколько минут до полного разделения слоев. Если образуется эмульсия, прибавляют 1—2 см<sup>3</sup> этилового спирта. К объединенным экстрактам в делительной воронке прибавляют 10 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, насыщенной сульфатом натрия, и осторожно встряхивают несколько раз. Очистку повторяют до получения бесцветной кислоты».

Пункт 2.3.10.4 изложить в новой редакции: «2.3.10.4. Масло, молочный жир.

Первый способ: 20 г продукта при определении методом тонкослойной хроматографии или 5 г—при определении методом газожидкостной хроматографии помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, подогревают до температуры  $(40 \pm 2)^\circ\text{C}$  и растворяют в 30 см<sup>3</sup> н-гексана.

(Продолжение см. с. 302)

Второй способ: навеску масла 20 г растапливают на водяной бане в круглодонной колбе, прибавляют 50 см<sup>3</sup> ацетона, тщательно перемешивают до растворения жира, прибавляют 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и охлаждают на льду до затвердения жира (примерно 30 мин), сливают ацетоновый экстракт и процедуру повторяют три раза. Из объединенных экстрактов в круглодонной колбе ацетон отгоняют на водяной бане. Пестициды экстрагируют из оставшегося водного экстракта н-гексаном тремя порциями по 10 см<sup>3</sup> в течение 5 мин. Объединенные экстракты в делительной воронке обрабатывают серной кислотой с сернокислым натрием. Очищенный экстракт сушат и упаривают досуха.

Пункт 2.3.11.2. Заменить слова: «Экстракт сливают через воронку с безводным сульфатом натрия в колбу прибора для отгонки растворителей и отгоняют растворитель до объема 0,1—0,2 см<sup>3</sup>» на «Гексановый экстракт промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод, а затем сушат безводным сульфатом натрия. Растворитель отгоняют до объема 0,1—0,2 см<sup>3</sup>».

Пункт 2.5. Второй абзац изложить в новой редакции: «Массовую долю (X) в мг/кг или массовую концентрацию (X<sub>1</sub>) в мг/дм<sup>3</sup> пестицидов в пробе вычисляют по формулам

$$X = \frac{A}{m} \text{ или } X = \frac{A_1 \cdot S_2}{m \cdot S_1};$$

$$X_1 = \frac{A}{V} \text{ или } X_1 = \frac{A_1 \cdot S_2}{V \cdot S_1},$$

где A — масса пестицидов, определенная визуальным сравнением со стандартным раствором, мкг;

A<sub>1</sub> — масса пестицидов в стандартном растворе, мг;

S<sub>2</sub> — площадь пятна исследуемой пробы, мм<sup>2</sup>;

m — масса исследуемой пробы, г;

V — объем исследуемой пробы, дм<sup>3</sup>;

S<sub>1</sub> — площадь пятна стандартного раствора, мм<sup>2</sup>;

дополнить абзацем (перед последним): «Вычисление производят до третьего десятичного знака»;

последний абзац изложить в новой редакции: «За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми по абсолютной величине не должны превышать 20 % по отношению к среднему арифметическому. Окончательный результат округляют до второго десятичного знака».

Пункт 3.1. Первый абзац после слова «азота» дополнить словом: «аргона»; второй-четвертый абзацы изложить в новой редакции: «Метод предназначен для количественного определения хлорорганических пестицидов и применяется при разногласиях в оценке качества молока и молочных продуктов».

Минимальная концентрация остаточных количеств хлорорганических пестицидов, определяемая указанным методом, для 4,4'-ДДТ, 4,4'-ДДД и 4,4'-ДДЭ составляет 0,005 мг/кг (мг/дм<sup>3</sup>) с абсолютной суммарной погрешностью 0,0025 мг/кг (мг/дм<sup>3</sup>) при доверительной вероятности P=0,95, для α и γ-изомеров ГХЦГ — 0,008 мг/кг (мг/дм<sup>3</sup>) с абсолютной суммарной погрешностью 0,004 мг/кг (мг/дм<sup>3</sup>), для ГЕПТАХЛОРА — 0,005 мг/кг (мг/дм<sup>3</sup>) с абсолютной суммарной погрешностью 0,0025 мг/кг (мг/дм<sup>3</sup>)».

Пункт 3.2. Первый абзац. Заменить слово: «газовый» на «газожидкостный»; третий абзац дополнить словами: «или другой модификации»;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «Баня водяная с термообогревом, обеспечивающая нагрев до температуры 45 °С»;

пятый абзац после слов «по ГОСТ 15866—70» дополнить словами: «SE-30, SE-301, ДС-550, СКТФТ-50, ОУ-17, СЕ-ХЕ-60 или другие аналогичные фазы»;

шестой абзац дополнить словами: «Целит-545, хромсорб W».

восьмой абзац после слова «Эксикатор» дополнить словами: «исполнения 2»;

одиннадцатый-тринадцатый абзацы изложить в новой редакции: «Колбы мерные исполнения 2, номинальной вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74».

(Продолжение см. с. 303)

Стаканы стеклянные лабораторные типа В или Н, исполнения 1 или 2, номинальной вместимостью 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры мерные исполнения 1, номинальной вместимостью 50, 100 и 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770—74»;

четырнадцатый абзац после слов «по ГОСТ 1770—74» дополнить словом: «номинальной»;

пятнадцатый, шестнадцатый абзацы изложить в новой редакции: «Колбы типа К, исполнения 1, со взаимозаменяемыми конусами, номинальной вместимостью 250 или 500 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336—82.

Пипетки исполнения 2, 1-го класса точности, номинальной вместимостью 5 и 10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 20292—74».

Пункт 3.3.4 после слов «сорбентом» дополнить словами: «и присоединяют к прибору, не присоединяя к детектору. Кондиционирование колонки проводят в течение четырех дней, постепенно (в течение 6 ч) повышая температуру от 50 до 220 °С».

Пункты 3.3.5, 3.3.6 изложить в новой редакции: «3.3.5. Температурные режимы хроматографа

Температура испарителя (220±10) °С, колонок — (190±5) °С, детектора — (210±20) °С.

3.3.6. Скорость подачи газа-носителя — (60—75) мм<sup>3</sup>/мин».

Пункт 3.7. Второй абзац изложить в новой редакции: «Массовую долю ( $X_2$ ) в мг/кг или массовую концентрацию ( $X_3$ ) в мг/дм<sup>3</sup> пестицидов в пробе вычисляют по формулам

(Продолжение см. с. 304)

$$X_2 = \frac{A \cdot S_2 \cdot V_2}{S_1 \cdot V_1 \cdot m} \text{ или } X_2 = \frac{A \cdot H_2 \cdot V_2}{H_1 \cdot V_1 \cdot m} ;$$

$$X_3 = \frac{A \cdot S_3 \cdot V_3}{S_1 \cdot V_1 \cdot V_3} \text{ или } X_3 = \frac{A \cdot H_3 \cdot V_3}{H_1 \cdot V_1 \cdot V_3} ,$$

где  $A$  — масса пестицидов в стандартном растворе, введенном в хроматограф;

$S_2$  или  $H_2$  — площадь или высота пика в исследуемой пробе, мм<sup>2</sup> или мм;

$V_2$  — общий объем экстракта после упаривания, см<sup>3</sup>;

$S_1$  или  $H_1$  — площадь или высота пика стандартного раствора пестицидов, введенных в хроматограф, мм<sup>2</sup> или мм;

$V_1$  — объем пробы, введенной в хроматограф, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса исследуемой пробы, г;

$V_3$  — объем исследуемой пробы, дм<sup>3</sup>;

предпоследний, последний абзацы изложить в новой редакции: «Вычисление производят до четвертого десятичного знака».

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми по абсолютной величине не должны превышать 10 % по отношению к среднему арифметическому. Окончательный результат округляют до третьего десятичного знака».

(ИУС № 9 1986 г.)