

---

---

**Молоко и молочные продукты.  
Определение хлорорганических  
пестицидов и полихлорбифенилов.  
Метод использования капиллярной  
газожидкостной хроматографии с  
электрозахватным детектированием**

*Milk and milk products — Determination of organochlorine pesticides  
and polychlorobiphenyls — Method using capillary gas-liquid  
chromatography with electron-capture detection*

ISO 8260:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/43ebb315-c340-42c5-8285-4e6481d3c877/iso-8260-2008>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R  
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочные номера  
ISO 8260:2008(R)  
IDF 130:2008(R)

© ISO и IDF 2008

**Отказ от ответственности при работе в PDF**

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или вывести на экран, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на загрузку интегрированных шрифтов в компьютер, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже

iTeh Standards  
(<https://standards.itih.ai>)  
Document Preview

ISO 8260:2008

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/43ebb315-c340-42c5-8285-4e6481d3c877/iso-8260-2008>



**ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ**

© ISO и IDF 2008

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO или IDF по соответствующему адресу, указанному ниже.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

International Dairy Federation  
Diamant Building • Boulevard Auguste Reyers 80 • B-1030 Brussels  
Tel. + 32 2 733 98 88  
Fax + 32 2 733 04 13  
E-mail [info@fil-idf.org](mailto:info@fil-idf.org)  
Web [www.fil-idf.org](http://www.fil-idf.org)

Опубликовано в Швейцарии

## Содержание

Страница

Предисловие .....	iv
Предисловие .....	v
Введение .....	vi
1 Область применения .....	1
2 Нормативные ссылки .....	1
3 Термины и определения .....	1
4 Сущность метода .....	2
5 Реактивы и материалы .....	2
6 Оборудование .....	4
7 Отбор проб .....	5
8 Подготовка пробы .....	5
8.1 Молоко .....	5
8.2 Сгущенное молоко без сахара .....	5
8.3 Сгущенное молоко с сахаром .....	5
8.4 Продукты из сухого молока .....	5
8.5 Масло и молочный жир .....	5
8.6 Сыр .....	6
8.7 Другие молочные продукты .....	6
9 Приготовление пробы для анализа .....	6
9.1 Экстракция молока .....	6
9.2 Экстракция сгущенного молока с сахаром, продуктов из сухого молока, масла, молочного жира и сыра .....	6
10 Процедура .....	6
10.1 Общее .....	6
10.2 Холостое испытание .....	6
10.3 Криогенная экстракция .....	6
10.4 Очистка .....	7
10.5 Газовая хроматография .....	7
10.6 Результат холостого испытания .....	8
11 Вычисление и выражение результатов .....	8
11.1 Вычисление фактора отклика .....	8
11.2 Выражение фактора отклика .....	9
11.3 Вычисление содержания хлорорганического соединения .....	9
11.4 Выражение результата .....	9
11.5 Относительное время удерживания .....	9
11.6 Выражение времени удерживания .....	10
12 Прецизионность .....	10
12.1 Общее .....	10
12.2 Повторяемость .....	10
12.3 Воспроизводимость .....	10
13 Протокол испытания .....	10
Приложение А (информативное) Межлабораторное испытание .....	11
Приложение В (информативное) Пример хроматограммы .....	12
Библиография .....	14

## Предисловие

**Международная организация по стандартизации (ISO)** является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. Что касается стандартизации в области электротехники, ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC).

Проекты международных стандартов разрабатываются по правилам, указанным в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Главная задача технических комитетов состоит в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Обращается внимание на возможность патентования некоторых элементов данного международного стандарта. ISO не несет ответственности за идентификацию какого-либо или всех таких патентных прав.

Международный стандарт ISO 8260|IDF 130 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 5, *Молоко и молочные продукты*, и Международной молочной федерацией (IDF). Он публикуется совместно ISO и IDF.

ISO 8260:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/43ebb315-c340-42c5-8285-4e6481d3c877/iso-8260-2008>

## Предисловие

**Международная молочная федерация (IDF)** является некоммерческой организацией, представляющей мировой молочный сектор. Членами IDF являются национальные комитеты в каждой стране-члене, а также региональные молочные ассоциации, подписавшие официальное соглашение о сотрудничестве с IDF. Все члены IDF имеют право быть представленными в постоянных комитетах IDF, выполняющих техническую работу. IDF сотрудничает с ISO в разработке стандартных методов анализа и отбора проб молока и молочных продуктов.

Проекты международных стандартов, принятые рабочими группами и постоянными комитетами, рассылаются национальным комитетам на голосование. Для их публикации в качестве международных стандартов требуется одобрение не менее 50% национальных комитетов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего международного стандарта могут быть объектом патентных прав. IDF не может нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

Международный стандарт ISO 8260 | IDF 130 был подготовлен Международной молочной федерацией (IDF) и Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 5, *Молоко и молочные продукты*. Этот стандарт публикуется совместно ISO и IDF.

Вся работа была проделана объединенной рабочей группой ISO-IDF по *Органическим загрязняющим веществам* Постоянного комитета по *Методам анализа добавок и загрязняющих веществ* при поддержке руководителя этого проекта, г-на R. De Knecht (NL).

Международный стандарт ISO 8260 | IDF 130:2008 отменяет и заменяет IDF 130A:1991, который был технически пересмотрен.

ISO 8260:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/43ebb315-c340-42c5-8285-4e6481d3c877/iso-8260-2008>

## Введение

Настоящий международный стандарт предназначен для использования в исследовании, мониторинге и контроле хлорорганических соединений в молоке и молочных продуктах путем выделения этих соединений.

Раньше полихлорированные бифенилы (PCBs) обычно определяли “эмпирическими” методами, в большинстве которых использовали “сравнение пиковых диаграмм”, применяя газожидкостную хроматографию с электронозахватным детектированием (GLC-ECD) и набивными колонками. В качестве образцовых соединений использовались смеси, полученные перхлорированием до декахлорбифенила (и GLC-ECD определения) или дехлорированием до бифенила. Определение проводили посредством высокоэффективной жидкостной хроматографии с ультрафиолетовым детектированием (HPLC-UV) или газожидкостной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием (GLC-FID).

Вышеприведенные методы имеют три важных недостатка:

- 1) При сведении информации на диаграмме PCB только до одного числа (“содержание PCB”) теряется информация о картине распределения изомеров. Эта информация, однако, чрезвычайно полезна для указания источников загрязнения и для дифференциации между фоновым и недавним загрязнением.
- 2) “Содержание PCB”, определенное методами, упомянутыми выше, можно получать многими различными способами, поэтому для большинства данных “содержание PCB” не является четко определенным. Следовательно, большинство представленных значений “содержания PCB” не могут сравниваться, что затрудняет интерпретацию данных. “Содержание PCB” не всегда определяется как сумма изомеров хлорбифенила, присутствующих в образце, что обычно ожидается.
- 3) Хлорбифенилы являются индивидуальными химическими соединениями, которые имеют различные свойства (например, биоразрушаемость, токсикологические воздействия, тенденция к накоплению). Поэтому весьма желательно определять эти соединения отдельно.

В широком смысле анализ PCBs нужен для молока и молочных продуктов в различных странах во всем мире. Для достижения этого должны быть рассмотрены следующие основные вопросы:

- a) необходимость учитывать различные ситуации в различных лабораториях, например имеющееся оборудование, квалификацию лабораторного персонала, наличный бюджет и особые задачи лаборатории;
- b) необходимость определить цель анализа, например отбраковка, мониторинг и контроль допустимых пределов примесей или научное исследование;
- c) необходимость одновременно определить содержание PCB и хлорорганических пестицидов (OCP);
- d) необходимость включить, насколько возможно, информацию о картине распределения изомеров PCB;
- e) необходимость четко определить содержание примесей, которое должно быть представлено в отчете;
- f) необходимость тщательно контролировать отделение PCBs от OCPs, для избежания интерференции.

# Молоко и молочные продукты. Определение хлорорганических пестицидов и полихлорбифенилов. Метод использования капиллярной газожидкостной хроматографии с электронозахватным детектированием

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** — Лица, использующие этот международный стандарт, должны быть знакомы с обычной лабораторной практикой. Настоящий стандарт не касается всех проблем безопасности, если таковые имеются, связанные с его использованием. Пользователь сам должен устанавливать соответствующие меры по безопасности и защите здоровья и обеспечивать соответствие национальным регламентам.

## 1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод для определения содержания отдельных хлорорганических пестицидов (OCPs) и полихлорированных бифенилов (PCBs) в молоке, сгущенном молоке с сахаром и без сахара, сухих молочных продуктах, масле и молочном жире, сыре и других молочных продуктах.

Данным методом можно определять нижние уровни содержания специфических OCPs вплоть до 5 мкг OCP на килограмм жира и нижние уровни содержания специфических PCBs вплоть до 2,5 мкг PCB на килограмм жира, используя капиллярную газожидкостную хроматографию с электронозахватным детектированием (GLC-ECD).

ISO 8260:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/43ebb315-c340-42c5-8285-4e6481d3c877/iso-8260-2008>

## 2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 14156 | IDF 172, Молоко и молочные продукты. Методы экстракции липидов и липорастворимых соединений

## 3 Термины и определения

Применительно к этому документу используются следующие термины и определения.

### 3.1

#### содержание OCP и PCB OCP and PCB contents

массовые доли хлорорганических пестицидов и полихлорированных бифенилов, определенные методом, установленным в этом международном стандарте.

**ПРИМЕЧАНИЕ 1** Для продуктов, содержащих более 2 % жира, содержание хлорорганических соединений выражается в микрограммах или миллиграммах на килограмм жира.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Для продуктов низкой жирности, содержащих 2 % жира или меньше, содержание хлорорганических соединений выражается в микрограммах или миллиграммах на килограмм жира

## 4 Сущность метода

Жирные и хлорорганические соединения экстрагируют из испытательного образца. Хлорорганические соединения выделяют методом криогенной экстракции и очищают в двух последовательных операциях, используя патроны C18 и Florisil SPE (для твердофазной экстракции) соответственно.

Элюат концентрируют и растворяют в подходящем объеме *n*-гексана. Хлорорганические соединения идентифицируют и измеряют посредством капиллярной газожидкостной хроматографии, используя транс-нонахлор в качестве внутреннего стандарта.

## 5 Реактивы и материалы

Все реактивы должны быть признанной аналитической чистоты и подходящими для определения остаточного содержания пестицидов. Вода должна быть дистиллированной или по крайней мере эквивалентной чистоты, подходящей для определения остаточного содержания пестицидов.

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** — Некоторые растворители, используемые в этом международном стандарте, являются весьма летучими, токсичными и/или легковоспламеняемыми. Необходимо соблюдать существующие меры предосторожности для работы с ними, использования и удаления.

5.1 Ацетонитрил ( $\text{CH}_3\text{CN}$ ).

5.2 Метиленхлорид ( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ).

5.3 Петролейный эфир, с температурой кипения от 40 °C до 60 °C, при необходимости очищенный прямой перегонкой с использованием колонки Рашига длиной не менее 500 мм.

5.4 Диэтиловый эфир [ $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}$ ].

5.5 *n*-Гексан ( $\text{C}_6\text{H}_{14}$ ), при необходимости очищенный прямой перегонкой с использованием колонки Рашига длиной не менее 500 мм, или **изооктан** ( $\text{C}_8\text{H}_{18}$ ).

5.6 Сульфат натрия ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ).

5.7 Оксалат натрия ( $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ).

5.8 Ацетон ( $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ ).

5.9 Метанол ( $\text{CH}_3\text{OH}$ ).

5.10 Додекан ( $\text{C}_{12}\text{H}_{26}$ ).

5.11 Элюирующие растворители, а именно:

5.11.1 Смесь ацетонитрила/метиленхлорида, пропорция 3:1.

Смешивают 3 объема ацетонитрила (5.1) с 1 объемом метиленхлорида (5.2).

5.11.2 Смесь петролейного эфира/диэтилового эфира I, пропорция 1:1.

Смешивают 50 объемов петролейного эфира (5.3) с 50 объемами диэтилового эфира (5.4).

5.11.3 Смесь петролейного эфира/диэтилового эфира II, пропорция 98:2.

Смешивают 98 объемов петролейного эфира (5.3) с 2 объемами диэтилового эфира (5.4).

#### 5.11.4 Смесь петролейного эфира/диэтилового эфира II, пропорция 85:15.

Смешивают 85 объемов петролейного эфира (5.3) с 15 объемами диэтилового эфира (5.4).

**5.12 Патрон C18 SPE**, вместимостью 6 мл, содержащий 1 г фильтровального материала с размером частиц 150 мкм, размером пор 60 Å (например, Mega Bond Elut<sup>1)</sup>).

**5.13 Патрон Florisil<sup>1)</sup> SPE**, вместимостью 6 мл, содержащий 1 г фильтровального материала с размером частиц 45 мкм, размером пор от 150 мкм до 250 мкм.

#### 5.14 Растворы внутреннего стандарта, а именно:

**5.14.1 Исходный раствор транс-нонахлора**,  $c(C_{10}H_5Cl_9) = 10$  мкг/мл.

**5.14.2 Рабочий раствор внутреннего стандарта**, содержащий 1 000 нг/мл транс-нонахлора.

Пипеткой вводят 5 мл исходного раствора внутреннего стандарта транс-нонахлора (5.14.1) в мерную колбу с одной меткой вместимостью 50 мл. Разбавляют до метки *n*-гексаном (или изооктаном) (5.5) и перемешивают.

Концентрации указываются только как руководство и их можно регулировать соответственно различным требованиям.

Если плотности раствора и растворителя известны, растворы могут также быть приготовлены гравиметрически.

#### 5.15 Стандартные растворы ОСР и РСВ, а именно:

**5.15.1 Исходные стандартные растворы**, содержащие 10 мкг/мл каждого соединения.

Готовят отдельные исходные растворы для каждого из следующих соединений, растворяя 100 мкг каждого в *n*-гексане (или изооктане) (5.5) в мерной колбе с одной меткой вместимостью 10 мл, разбавляя до метки *n*-гексаном (или изооктаном) и перемешивая.

НСВ ( $C_6Cl_6$ ); эндрин ( $C_{12}H_8Cl_6O$ );  $\alpha$ -HCH ( $C_6H_6Cl_6$ ); *pp'*-TDE ( $C_{14}H_{10}Cl_4$ );  $\beta$ -HCH ( $C_6H_6Cl_6$ ); *op'*-DDT ( $C_{14}H_9Cl_5$ );  $\gamma$ -HCH ( $C_6H_6Cl_6$ ); *pp'*-DDT ( $C_{14}H_9Cl_5$ ); гептахлор ( $C_{10}H_5Cl_7$ ); *op'*-дикофол ( $C_{14}H_9Cl_5O$ ); альдрин ( $C_{12}H_8Cl_6$ ); дикофол ( $C_{14}H_9Cl_5O$ ); гептахлор эпексид ( $C_{10}H_5Cl_7O$ ); оксихлордан ( $C_{10}H_4Cl_8O$ );  $\gamma$ -хлордан ( $C_{10}H_6Cl_8$ ); *op'*-DDE ( $C_{14}H_8Cl_4$ );  $\alpha$ -эндосульфат ( $C_9H_6Cl_6O_3S$ );  $\alpha$ -хлордан ( $C_{10}H_6Cl_8$ ); *pp'*-DDE ( $C_{14}H_8Cl_4$ ); дизальдрин ( $C_{12}H_8Cl_6O$ ); *op'*-TDE ( $C_{14}H_{10}Cl_4$ ); 2,4,4'-трихлорбифенил ( $C_{12}H_7Cl_3$ , IUPAC No. 28); 2,5,2',5'-тетрахлорбифенил ( $C_{12}H_6Cl_4$ , IUPAC No. 52); 2,4,5,2',5'-пентахлорбифенил ( $C_{12}H_5Cl_5$ , IUPAC No. 101); 2,3',4,4',5-пентахлорбифенил ( $C_{12}H_5Cl_5$ , IUPAC No. 118); 2,4,5,2',4',5'-гексахлорбифенил ( $C_{12}H_4Cl_6$ , IUPAC No. 153); 2,3,4,2',4',5'-гексахлорбифенил ( $C_{12}H_4Cl_6$ , IUPAC No. 138); 2,3,4,5,2',4',5'-гептахлорбифенил ( $C_{12}H_3Cl_7$ , IUPAC No. 180).

**ПРИМЕЧАНИЕ** Используемые концентрации даются только для руководства.

Если плотности раствора и растворителя известны, растворы могут также быть приготовлены гравиметрически.

**5.15.2 Рабочие стандартные растворы I** (1 мкг/мл).

1) Mega Bond Elut<sup>®</sup> и Florisil<sup>®</sup> являются названиями подходящих продуктов, имеющихся в продаже. Эта информация дается только для удобства пользователей настоящего международного стандарта и не является поддержкой данного продукта со стороны ISO или IDF.

Пипеткой вводят по 5 мл каждого из исходных стандартных растворов (5.15.1) в отдельные мерные колбы с одной меткой вместимостью 50 мл. Разбавляют каждую до метки *n*-гексаном (или изооктаном) (5.5) и перемешивают.

#### 5.15.3 Рабочие стандартные растворы II (10 нг/мл).

Пипеткой вводят по 1 мл каждого из исходных стандартных растворов (5.15.1) в отдельные мерные колбы с одной меткой вместимостью 50 мл. Разбавляют каждую до метки *n*-гексаном (или изооктаном) (5.5) и перемешивают.

ПРИМЕЧАНИЕ Эти рабочие растворы используются только в целях идентификации.

Если плотности раствора и растворителя известны, растворы могут также быть приготовлены гравиметрически.

#### 5.15.4 Рабочие стандартные растворы III (10 нг каждого соединения/мл).

Приготавливают рабочие растворы III, смешивая все рабочие растворы I (5.15.2) и все рабочие растворы внутреннего стандарта транс-нонахлора (5.14.2) следующим образом:

Пипеткой вводят 1 мл каждого рабочего раствора I (5.15.2) в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 мл. Добавляют 1 мл рабочего раствора внутреннего стандарта транс-нонахлора (5.14.2) и перемешивают. Разбавляют до метки *n*-гексаном (или изооктаном) (5.5) и снова тщательно перемешивают.

ПРИМЕЧАНИЕ Рабочий стандартный раствор III используется только для количественного определения.

Если плотности раствора и растворителя известны, растворы могут также быть приготовлены гравиметрически.

## 6 Оборудование

Используется обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее:

**6.1 Аналитические весы**, обеспечивающие взвешивание с точностью до 1 мг, считываемость до 0,1 мг.

**6.2 Водяная баня**, поддерживающая температуру от 35 °C до 40 °C.

**6.3 Водяная баня**, поддерживающая температуру от 40 °C до 60 °C.

**6.4 Контейнеры** различных размеров с герметическими крышками для использования при гомогенизации проб (see 8.2 to 8.4).

**6.5 Охлаждаемая центрифуга**, обеспечивающая создание радиального ускорения 1 200 *g* при –15 °C, снабженная центрифужными пробирками объемом не менее 5 мл.

**6.6 Ротационный испаритель**, обеспечивающий выпаривание при температуре от 35 °C до 40 °C, снабженный вакуумным насосом, конденсатором и испарительными колбами.

**6.7 Пипетки** различных размеров.

**6.8 Газовый хроматограф**, снабженный электронозахватным детектором, подходящий для определения OCPs и PCBs.