

---

---

**Молоко и молочные продукты.  
Определение остатков  
хлорорганических соединений  
(пестицидов).**

Часть 1.

**Общие положения и методы  
экстракции**

*Milk and milk products – Determination of residues of organochlorine  
compounds (pesticides) –*

*Part 1: General considerations and extraction methods*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09c13ceb-6ed7-4a51-be4f-1663ab51f9bd/iso-3890-1-2009>

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



Ссылочные номера  
ISO 3890-1:2009(R)  
IDF 75-1:2009(R)

### 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 смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, 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 Sistemas Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике Общее 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 STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 3890-1:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09c13ceb-6ed7-4a51-be4f-1663ab51f9bd/iso-3890-1-2009>



### ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO и IDF 2009

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, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

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
1 Область применения.....	1
2 Нормативные ссылки .....	1
3 Термины и определения.....	2
4 Принцип .....	2
5 Требования к реактивам и материалам.....	2
6 Требования к аппаратуре .....	4
7 Отбор проб .....	6
8 Подготовка пробы для испытания.....	6
8.1 Молоко .....	6
8.2 Сгущенное молоко.....	6
8.3 Сгущенное молоко с сахаром .....	7
8.4 Порошкообразные молочные продукты.....	7
8.5 Масло и молочный жир .....	7
8.6 Сыр.....	7
8.7 Другие молочные продукты.....	7
9 Методика.....	7
9.1 Общие положения .....	7
9.2 Экстракция.....	8
9.3 Очистка .....	8
10 Предварительные испытания .....	8
11 Количественное определение .....	8
12 Испытания на подтверждение .....	9
13 Оценка результатов .....	9
13.1 Расчет результатов .....	9
13.2 Представление и выражение результатов .....	9
14 Прецизионность.....	10
14.1 Оценка прецизионности .....	10
14.2 Повторяемость .....	10
14.3 Воспроизводимость.....	10
14.4 Предел определения.....	11
15 Протокол испытания.....	11
Приложение А (нормативное) Экстракция жира и хлорорганических соединений и определение содержания жира .....	13
Приложение В (информативное) Анализ в присутствии полихлорбифенилов (PCB).....	17
Библиография .....	18

## 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 ISO, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO непосредственно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам электротехнической стандартизации.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные 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.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 3890-1|IDF 75-1 разработан Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 5, *Молоко и молочные продукты*, и Международной федерацией молочной промышленности (IDF). Этот стандарт должен быть опубликован совместно ISO и IDF.

ISO 3890|IDF 75 состоит из следующих частей под общим названием *Молоко и молочные продукты. Определение остатков хлороорганических соединений (пестицидов)*:

- *Часть 1. Общие положения и методы экстракции*
- *Часть 2. Методы очистки экстрактов из сырья и подтверждения*

Настоящее второе издание ISO 3890-1|IDF 75-1 отменяет и заменяет первое издание (ISO 3890-1:2000), которое было подвергнуто незначительному пересмотру.

## Предисловие

**Международная федерация по молочному животноводству (IDF)** является некоммерческой организацией, представляющей всемирное молочное животноводство. Членами IDF являются Национальные комитеты каждой страны-члена, а также региональные ассоциации по молочному животноводству, которые имеют подписанное официальное соглашение о совместной деятельности с IDF. Каждый национальный комитет имеет право быть представленным в Постоянных комитетах IDF, осуществляющих техническую работу. IDF сотрудничает с ISO по вопросам разработки стандартных методов анализа и отбора проб молока и молочных продуктов.

Основная задача Постоянных комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые Рабочими группами и Постоянными комитетами, рассылаются Национальным комитетам для голосования. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения не менее 50 % Национальных комитетов IDF, принимающих участие в голосовании.

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

ISO 3890-1|IDF 75-1 подготовлен Международной федерацией молочной промышленности (IDF) и Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 5, *Молоко и молочные продукты*. Этот стандарт должен быть опубликован совместно IDF и ISO.

Вся работа была проведена под руководством совместной ISO-IDF Группы экспертов (E12 — *Остатки пестицидов*), которая в настоящее время входит в состав совместной ISO-IDF Рабочей группы по *Органическим загрязнителям и ветеринарным остаткам*, Постоянного комитета по *Аналитическим методам определения добавок и загрязнителей*.

ISO 3890|IDF 75 состоит из следующих частей под общим названием *Молоко и молочные продукты. Определение остатков хлорорганических соединений (пестицидов)*:

- *Часть 1. Общие положения и методы экстракции*
- *Часть 2. Методы очистки экстрактов из сырья и подтверждения*

Настоящее издание ISO 3890-1|IDF 75-1 вместе с ISO 3890-2|IDF 75-2 отменяет и заменяет стандарт IDF 75C:1991, который был подвергнут незначительному пересмотру.



# Молоко и молочные продукты. Определение остатков хлорорганических соединений (пестицидов).

## Часть 1.

### Общие положения и методы экстракции

**ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ** — Применение настоящей части ISO 3890|IDF 75 может включать использование опасных материалов, операций и оборудования. В этой части ISO 3890|IDF 75 не ставится цель решить все проблемы безопасности, связанные с её применением. Пользователь этой части ISO 3890|IDF 75 сам несет ответственность за обеспечение охраны здоровья и техники безопасности, а также определение применимости регламентных ограничений до её использования.

## 1 Область применения

В настоящей части ISO 3890|IDF 75 приведены общие соображения и установлены методы экстракции для определения остатков хлорорганических пестицидов в молоке и молочных продуктах.

В Приложении А установлен метод для продуктов с высоким содержанием жиров.

В Приложении В приведено руководство по проведению анализов в присутствии полихлорбифенилов (PCB).

Данные методы применимы к следующим веществам:  $\alpha$ -HCH;  $\beta$ -HCH;  $\gamma$ -HCH; альдрин/диэльдрин; гептахлор или гептахлорэпоксид; изомеры DDT, DDE, TDE; хлордан и оксихлордан; и эпдрин. Некоторые методы применимы к  $\delta$ -кетозндрину и HCB.

## 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 3890-2|IDF 75-2, *Молоко и молочные продукты. Определение остатков хлорорганических соединений (пестицидов). Часть 2. Методы очистки экстрактов из сырья и подтверждения*

ISO 5725-1, *Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения*

ISO 5725-2, *Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения*

### 3 Термины и определения

Применительно к этому документу используются следующие термины и определения.

**3.1 содержание хлорорганических соединений  
contents of organochlorine compounds**  
массовая доля веществ, определенная по методикам, установленным в данной части ISO 3890|IDF 75

**ПРИМЕЧАНИЕ** Она выражается в миллиграммах на килограмм, в расчете либо на массу жиров, либо на массу продукта (для продуктов с низкой жирностью).

### 4 Принцип

**ПРИМЕЧАНИЕ** Описанные методы основаны на четырехстадийном процессе; две из этих стадий иногда можно частично или полностью объединить.

Присутствующие в субстрате пробы остаточные вещества экстрагируют подходящими растворителями, чтобы добиться максимально эффективной экстракции остатков и минимальной соэкстракции любых веществ, которые могут помешать анализу.

Мешающие вещества удаляют из экстракта и получают раствор экстрагированного остатка в растворителе, подходящем для количественного анализа выбранным методом.

Содержание хлорорганических соединений определяют газожидкостной хроматографией (GLC) с электрозахватным детектором.

Индивидуальность найденных остаточных пестицидов подтверждают, особенно в случаях, когда есть подозрение о превышении максимально допустимого уровня содержания.

Мешающее действие PCB и пестицидов – хорошо известная проблема при использовании насадочных колонок и в меньшей степени – колонок капиллярного типа. В случае сравнительно высокого содержания PCB рекомендуется определять PCB в соответствии с ISO 8260|IDF 130<sup>[8]</sup>.

Применимость различных методов приводится в Таблице 1.

### 5 Требования к реактивам и материалам

#### 5.1 Общие положения

Используют только реактивы признанного аналитического качества, если не указано иное, и дистиллированную либо деминерализованную воду или воду с такой же степенью чистоты. Перегоняют используемые воду и растворители и проверяют их чистоту (см. 5.2). Предельно допустимое содержание примесей в любом используемом реактиве не должно превышать предел определения, указанный в 14.4. Однако суммарное содержание примесей во всех реактивах, используемых в каком-либо методе, может быть выше этого предела. Проводят очистку и периодическое активирование адсорбентов в соответствии с требованиями соответствующих аналитических методов. Проверяют их чистоту (см. 5.2.5).

Следует принять все возможные меры предосторожности против загрязнения воды, растворителей, адсорбентов и т.д. пластмассовыми и резиновыми материалами.

Хранят все очищенные реактивы, адсорбенты и т.п. в стеклянных бутылках со стеклянными пробками или с пробками из политетрафторэтилена (PTFE) и крышками. После очистки не оставляют их в



контакте с атмосферой. Во многих случаях промытая ацетоном алюминиевая фольга обеспечивает приемлемую защиту.

## 5.2 Проверка чистоты реактивов.

**5.2.1 Растворители.** Концентрируют растворители в количество раз, необходимое в используемом методе. Проверяют их чистоту методом газожидкостной хроматографии (GLC) (см. 6.2). На хроматограмме не должно быть никаких мешающих примесей, концентрация которых превышает предел обнаружения, определенный в 14.4. Экстрагируют или концентрируют такой объем ацетонитрила, диметилформамида (DMF) и дихлорметана, какой используется в данном методе, и анализируют полученный раствор методом газовой хроматографии.

Таблица 1 — Применимость методов к различным соединениям

Метод	$\alpha$ -НСН <sup>a</sup>	$\beta$ -НСН <sup>a</sup>	$\gamma$ -НСН <sup>a</sup>	Алдрин/ диэлд- рин	Гептахлор Гептахлор- эпоксид	DDT <sup>b</sup> DDE <sup>c</sup> TDE <sup>d</sup> изомер- ы	Хлордан Окси- хлордан	Эндрин	$\delta$ - Кето- эндрин	НСВ <sup>e</sup>
A	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-
B	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-
C	+	+	+	+	+	+	+	+	-	+
D	+	+	+	+	+	+	+	+	-	+
E	+	+	+	+	+	+	+	+	-	+
F	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
G	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
H	+	+	+	+	+	+	+	+	-	+

Обозначение: + применим  
- не применим

<sup>a</sup> НСН = 1,2,3,4,5,6-гексахлорциклогексан

<sup>b</sup> DDT = 1,1,1-трихлор-2,2-бис(4-хлорфенил)этан

<sup>c</sup> DDE = 1,1-дихлор-2,2-бис(4-хлорфенил)этилен

<sup>d</sup> TDE = 1,1-дихлор-2,2-бис(4-хлорфенил)этан

<sup>e</sup> НСВ = гексахлорбензол

**5.2.2 Вода.** Экстрагируют 10 объемных частей воды 1 объемной частью *n*-гексана или петролейного эфира. Отделяют органическую фазу. Концентрируют в количество раз, необходимое для используемого метода, и проверяют чистоту методом GLC (см. 6.2). На хроматограмме не должно быть никаких мешающих примесей, концентрация которых превышает предел обнаружения, определенный в 14.4.

**5.2.3 Неорганические соли.** Экстрагируют неорганические соли (например, хлорид натрия) после очистки согласно требованиям различных аналитических методов и любые используемые водные растворы *n*-гексаном или петролевым эфиром. Концентрируют экстракты в количество раз, необходимое для используемого метода, и проверяют чистоту методом GLC (см. 6.2). На хроматограмме не должно быть никаких мешающих примесей, концентрация которых превышает предел обнаружения, определенный в 14.4.

**5.2.4 Хлопковая вата, стекловата и кварцевое волокно.** Экстрагируют эти материалы *n*-гексаном и ацетоном в экстракторе Сокслета, пока они не станут достаточно чисты от мешающих веществ.

**5.2.5 Адсорбенты.** Элюируют такое количество адсорбента, какое используется в данном аналитическом методе для соответствующего типа и объема смеси растворителей. Концентрируют элюат, как указано в данном аналитическом методе, и проверяют чистоту методом GLC (см. 6.2). На хроматограмме не должно быть никаких мешающих примесей, концентрация которых превышает предел обнаружения, определенный в 14.4. Регулярно проверяют активность адсорбентов.

**5.2.6 Стандартные растворы.** При приготовлении стандартных растворов для анализа на остаточное содержание пестицидов используют вещества не менее 95 %-ной чистоты (массовая доля).

При хранении при  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  они, как правило, стабильны в течение 1–2 лет. Основные растворы с концентрацией 1 мг/мл при хранении в холодильнике при температуре около  $4\text{ }^{\circ}\text{C}$  обычно стабильны в течение 2-3 месяцев. Разбавленные растворы готовят ежедневно и используют свежеприготовленными.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Изменение объема из-за испарения растворителя, например, через поры между стеклянной пробкой и горлом колбы, может являться источником погрешностей.

Хранят стандартные растворы в стеклянных бутылках в холодильнике и принимают все возможные меры предосторожности, чтобы избежать возможности их загрязнения пластиками или резиной. Не подвергают стандартные растворы длительному действию солнечного или ультрафиолетового света. Для проверки аналитических стандартов на наличие примесей можно использовать масс-спектрометрию и газожидкостную хроматографию. Как показал опыт, ошибки при приготовлении, транспортировке и хранении стандартов и стандартных растворов являются главным источником погрешностей.

## 6 Требования к аппаратуре

**6.1 Общие положения.** Тщательно очищают всю стеклянную посуду, используемую для анализа остатков. Для очистки можно использовать горячий раствор серной кислоты, содержащий хроматы. После использования этого раствора, перед высушиванием тщательно промывают посуду дистиллированной водой и ацетоном. Непосредственно перед использованием, снова промывают стеклянную посуду тем растворителем, который будет использоваться.

Не используют обычных пластмассовых пробок [например, из поливинилхлорида (PVC)] для сосудов, предназначенных для хранения стандартов, так как они могут вызвать загрязнение. Необходимы стеклянные пробки или пробки из PTFE. Аналогично, не используют делительные воронки с пластмассовыми пробками или кранами. Промывалки должны быть полностью стеклянными. Заменяют обычные пробки стеклянными или пробками из PTFE.

В большинстве методов описаны специальные хроматографические колонки, которые должны специально изготавливаться и иметь стеклянные краны или краны из PTFE. Верх таких колонок должен быть оборудован шлифованными соединениями для присоединения сосуда с растворителем или переходника для подачи давления. В некоторых случаях, может быть полезно шлифованное соединение снизу от крана для подключения разрежения через подходящую колбу Бюхнера.

Можно использовать два типа испарителей для растворителя. Во-первых, это испаритель Kuderna-Danish<sup>1)</sup> (или аналогичный) (см. Ссылку [13]), используемый с дефлегматором или без него и нагреваемый на паровой бане. Во-вторых, различные типы пленочных роторных испарителей (производимых промышленностью), которые требуют источников вакуума, предпочтительно водоструйного насоса, и которые можно нагревать до температур выше  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Если используются

---

1) Приведен пример пригодного продукта, имеющегося в продаже. Эта информация дается для удобства пользователей данной части ISO 3890|IDF 75 и не означает поддержки этого продукта со стороны ISO или IDF.

роторные испарители этого типа, следует периодически проверять, как они влияют на потери летучих пестицидов. Для уменьшения потерь пестицидов можно применять "стабилизатор" (пропиленгликоль, *n*-ундекан или гексадекан).

Если используются гомогенизаторы, необходимо принять меры предосторожности, чтобы они были защищены от загрязнения. Проверяют измельчители с приводом через дно на отсутствие течи вокруг привода. Различные уплотнения могут быть источником загрязнения.

Для окончательного концентрирования требуются конические пробирки со стандартным шлифом на 14 мм и вместимостью около 15 мл (т.е. длиной 80-90 мм). Они могут быть снабжены микроколонками Снайдера<sup>1)</sup> (см. Ссылку [14]). Растворы часто доводят до конечного малого объема пропусканием над ними пара, воздуха или азота. Не используют трубки из резины или PVC для этой цели: трубки из PTFE или нейлона обычно менее опасны в плане загрязнения.

Может оказаться необходимым экстрагировать бумажные фильтры растворителем.

Требуются также паровые и водяные бани с соответствующими приспособлениями для используемой в них аппаратуры.

Иногда могут потребоваться центрифуги, способные обрабатывать несколько сотен миллилитров эмульсии при скорости вращения от 2 000 мин<sup>-1</sup> до 4 000 мин<sup>-1</sup>.

**6.2 Аппаратура для газо-жидкостной хроматографии.** Следует использовать подходящую GLC систему, оборудованную отдельными нагревателями для шприца, детектора и термостата колонки. Приспособления, позволяющие впрыскивать образец непосредственно в GLC колонку, обычно обладают рядом преимуществ. Хотя выбор компонентов для GLC системы определяется опытом аналитика, даются следующие рекомендации.

- a) Электрозахватные детекторы (<sup>3</sup>H, <sup>63</sup>Ni) показали себя наиболее полезными для определения хлорорганических соединений. Настраивают детекторы согласно указаниям производителя. Периодически проверяют, как изменяется чувствительность детектора, путем верификации линейности калибровочных графиков по стандартным растворам пестицидов (см. 5.2.6). Не используют <sup>3</sup>H детекторы, если требуются температуры выше 225 °C.
- b) Предпочтительно использовать колонки из плавленого кварца или стекла длиной от 1,5 м до 3 м и внутренним диаметром 2 мм - 6 мм.
- c) Используют подходящие доброкачественные носители. [Успешно использовались такие носители, как Gas Chrom Q<sup>2)</sup>, Chromosorb W-HP<sup>2)</sup>, Anachrom Q<sup>2)</sup> размером 60/80, 80/100 and 100/120 меш.]
- d) Успешно использовались разнообразные стационарные фазы и их смеси в зависимости от количества и типа хлорорганических пестицидов, в том числе:

— углеводородные:	Apiezon L <sup>2)</sup>
— метилсиликоновые:	DC-11 <sup>2)</sup> , DC-200 <sup>2)</sup> , OV-1 <sup>2)</sup> , QC-101 <sup>2)</sup> , SP-2100 <sup>2)</sup> , SE-30 <sup>2)</sup>
— метилфенилсиликоновые:	OV-17 <sup>2)</sup> , OV-61 <sup>2)</sup> , OV-25 <sup>2)</sup> , SP-2250 <sup>2)</sup> , SE-52 <sup>2)</sup>
— трифторпропилметилсиликоновые:	QF-1 <sup>2)</sup> , OV-210 <sup>2)</sup> , SP-2401 <sup>2)</sup>
— фенилцианопрпилметилсиликоновые:	OV-225 <sup>2)</sup> , XE-60 <sup>2)</sup>

2) Приведен пример пригодного продукта, имеющегося в продаже. Эта информация дается для удобства пользователей данной части ISO 3890|IDF 75 и не означает поддержки этого продукта со стороны ISO или IDF.