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

Часть 2.

**Методы очистки экстрактов из сырья и
подтверждение**

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

Part 2: Test methods for crude extract purification and confirmation

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/07f54658-22f0-46a2-b234-4d0a8114361a/iso-3890-2-2009>

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



Ссылочные номера
ISO 3890-2:2009(R)
IDF 75-2:2009(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 Systems 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 3890-2:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/07f54658-22f0-46a2-b234-4d0a8114361a/iso-3890-2-2009>



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
Web 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
Web www.fil-idf.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Метод А: Разделение жидкость – жидкость ацетонитрилом и очистка на колонке Флорисил (Florisil)	1
4 Метод В: Разделение жидкость – жидкость диметилформамидом (DMF) и очистка на колонке с оксидом алюминия	4
5 Метод С: Разделение жидкость – жидкость диметилформамидом (DMF) и очистка на колонке Florisil	7
6 Метод D: Хроматография на колонке с оксидом алюминия точно определенной активности	9
7 Метод E: Хроматография на колонке с оксидом алюминия	11
8 Метод F: Хроматография на колонке с частично дезактивированным адсорбентом Florisil	14
9 Метод G: Хроматография на колонке с частично дезактивированным силикагелем	16
10 Метод H: Гель-проникающая хроматография	18
11 Испытания на подтверждение и методика дополнительной очистки	20
12 Процедура дополнительной очистки	29
Библиография	31

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 3890-2|IDF 75-2 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.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/07f54658-22f0-46a2-b234->

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 подтверждение*

Настоящее второе издание ISO 3890-2|IDF 75-2 отменяет и заменяет первое издание (ISO 3890-2:2000), 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 член IDF 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 заключается 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 3890-2|IDF 75-2 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*. -3890-2-2009

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 подтверждение*

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

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

Часть 2.

Методы очистки экстрактов из сырья и подтверждение

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — 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

Данная часть ISO 3890|IDF 75 устанавливает методы очистки экстрактов из сырья, полученных общими методами, приведенными в ISO 3890-1|IDF 75-1. В ней также приводятся рекомендованные методы определения остатков хлорорганических соединений в молоке и молочных продуктах наряду с испытаниями на подтверждение и методиками очистки.

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 3890-1|IDF 75-1:2009, *Молоко и молочные продукты. Определение остатков хлорорганических веществ (пестицидов). Часть 1. Общие положения и методы экстракции*

3 Метод А: Разделение жидкость – жидкость ацетонитрилом и очистка на колонке Флорисил (Florisil)¹⁾

3.1 Принцип

См. Ссылку [3].

Хлорорганические соединения наряду с жиром экстрагируют из пробы одним из методов, описанных в ISO 3890-1|IDF 75-1. Экстракт концентрируют почти досуха, затем снова растворяют в петролейном эфире, и разделяют хлорорганические соединения в ацетонитриле. После перемешивания ацетонитрила с избытком воды, разделяют хлорорганические соединения в петролейном эфире. Органическую фазу очищают хроматографическим методом на колонке Florisil¹⁾ (синтетический

1) Florisil (например, полученный из Floridin Co.) является примером подходящего 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.

силикат магния), используя в качестве растворителя для элюирования смесь петролейного эфира и диэтилового эфира. Элюаты концентрируют и затем исследуют методом газожидкостной хроматографии (GLC).

Специальный метод включен для сыра.

3.2 Реактивы

Используют только реактивы признанной аналитической чистоты, если нет иных указаний, и дистиллированную или деминерализованную воду или воду эквивалентной чистоты.

3.2.1 Петролейный эфир, температурный интервал кипения от 40 °C до 60 °C.

Перегоняют над таблетками гидроксида калия или гидроксида натрия.

3.2.2 Ацетонитрил (CH₃CN), насыщенный петролейным эфиром.

Для очистки смешивают 4 л ацетонитрила с 1 мл ортофосфорной кислоты и 30 г пентоксида фосфора в круглодонной стеклянной колбе. Добавляют стеклянных бусинок и перегоняют при температуре от 81 °C до 82 °C. Не допускается поднимать температуру выше 82 °C.

Смешивают очищенный ацетонитрил с петролейным эфиром, пока не произойдет разделение фаз.

3.2.3 Диэтиловый эфир (C₂H₅OC₂H₅), не содержащий пероксида.

Перегоняют и стабилизируют с помощью абсолютного этанола (C₂H₅OH) с объемной долей 2 %.

3.2.4 Растворитель А для элюирования (элюент А): смесь диэтилового эфира (3.2.3) и петролейного эфира (3.2.1) (6:94 частей по объему).

Высушивают над безводным сульфатом натрия (3.2.6) массой 10 – 25 г.

3.2.5 Растворитель В, для элюирования (элюент В): смесь диэтилового эфира (3.2.3) и петролейного эфира (3.2.1) (15:85 частей по объему).

Высушивают над безводным сульфатом натрия (3.2.6) массой 10 – 25 г.

3.2.6 Сульфат натрия (Na₂SO₄), гранулированный, безводный.

Нагревают при температуре 500 °C ± 25 °C в течение 4 ч. Охлаждают и хранят в закупоренной бутылки.

3.2.7 Адсорбент: Florisil¹), от 60 до 100 меш.

Активируют путем нагревания при температуре 650 °C ± 25 °C в течение 4 ч и немедленно пересыпают адсорбент в надежно закупориваемые бутылки, которые хранят в темном месте. Перед использованием нагревают до температуры 130 °C в течение не менее 5 ч.

Адсорбент рекомендуется хранить либо при температуре 130 °C ± 2 °C, либо при комнатной температуре в эксикаторе. В последнем случае, однако, адсорбент необходимо нагревать до температуры 130 °C ± 2 °C каждые 2 дня.

Каждую партию адсорбента рекомендуется проверять время от времени следующим образом.

Пропускают 1 мл стандартного раствора гексана, содержащего 0,1 мг/л линдана, гептахлорэпоскида, альдрина и диэлдрина и 0,3 мг/л эндрина через адсорбционную колонку (см. ISO 3890-1 | IDF 75-1:2009, 9.3) Элюируют и концентрируют в соответствии с 3.4.3. Определяют методом газовой хроматографии.

Адсорбент считается удовлетворительным, если линдан, гептахлор, альдрин и гептахлорэпоксид количественно обнаруживаются в элюенте А (3.2.4), а диэldrин и эндрин в элюенте В (3.2.5).

3.2.8 Раствор хлорида натрия (NaCl), раствор с массовой долей 2 %.

Нагревают твердый хлорид натрия при температуре $500\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 4 ч, прежде чем приготовить раствор.

3.2.9 Этанол ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), абсолютный.

3.2.10 Оксалат натрия ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) или оксалат калия ($\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$).

3.3 Аппаратура

Используют обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее.

3.3.1 Хроматографические колонки, внутренним диаметром 20 мм и длиной 300 мм, с запорными кранами из политетрафторэтилена (PTFE) и дисками из спеченного стекла или пробками из стекловаты.

3.3.2 Роторный испаритель [Kuderna-Danish²⁾ или равноценный], с колбой вместимостью 500 мл и мерной пробиркой.

3.3.3 Высокоскоростной блендер.

3.3.4 Делительные воронки, вместимостью 125 мл и 1 000 мл.

3.4 Методика

3.4.1 Экстракция жира и хлорорганических соединений

3.4.1.1 Общие методы.

См. ISO 3890-1|IDF 75-1:2009, Приложение А.

3.4.1.2 Специальный метод для сыра

Помещают достаточное количество мелко нарезанной пробы (для получения 3 г жира), примерно 2 г оксалата натрия или оксалата калия (3.2.10) и 100 мл этанола (3.2.9) в высокоскоростной смеситель (3.3.3) и смешивают от 2 мин до 3 мин. (Если опыт с данным продуктом показывает, что эмульсии не разрушатся при центрифугировании, то добавляют 1 мл воды на 2 г пробы перед смешиванием.) Переливают гомогенизированную густую смесь в емкость для центрифугирования вместимостью 500 мл, добавляют 50 мл диэтилового эфира (3.2.3), и энергично встряхивают в течение 1 мин. Добавляют 50 мл петролейного эфира (3.2.1) и энергично встряхивают в течение 1 мин – 2 мин (или делят на две емкости вместимостью по 250 мл и экстрагируют каждую 25 мл петролейного эфира путем энергичного встряхивания в течение 1 мин – 2 мин). Продолжают в соответствии с ISO 3890-1|IDF 75-1:2009, А.6.3.3.

3.4.2 Разделение жидкость – жидкость

Взвешивают с точностью до 0,01 г от 1 г до 3 г экстрагированного жира в делительную воронку вместимостью 125 мл (3.3.4) и растворяют в 15 мл петролейного эфира (3.2.1). Добавляют 30 мл ацетонитрила, насыщенного петролевым эфиром (3.2.2), и энергично встряхивают в течение 1 мин – 2 мин. После разделения фаз сливают нижний слой ацетонитрила в делительную воронку

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

вместимостью 1 000 мл (3.3.4), содержащую 700 мл раствора хлорида натрия (3.2.8) и 100 мл петролейного эфира (3.2.1). Энергично встряхивают слой петролейного эфира, оставшийся в делительной воронке вместимостью 125 мл, три раза, добавляя порции по 30 мл ацетонитрила (3.2.2).

Объединяют ацетонитриловые экстракты в делительной воронке вместимостью 1 000 мл и осторожно встряхивают. Сливают нижний водный слой во вторую делительную воронку вместимостью 1000 мл и встряхивают ее в течение 12 с со 100 мл петролейного эфира. Объединяют фазы петролейного эфира из двух делительных воронок вместимостью 1 000 мл. Дважды промывают порциями по 100 мл воды или раствора хлорида натрия (3.2.8). Сушат над сульфатом натрия (3.2.6) и фильтруют в колбу роторного испарителя вместимостью 500 мл (3.3.2) с присоединенной градуированной трубкой. Споласкивают сульфат натрия три раза порциями по 10 мл петролейного эфира (3.2.1). Затем концентрируют раствор петролейного эфира до 10 мл, используя роторный испаритель (3.3.2).

3.4.3 Очистка на адсорбенте Florisil¹⁾

Добавляют в хроматографическую колонку (3.3.1) слой адсорбента (3.2.7) высотой 100 мм. Сверху помещают слой высотой 10 мм сульфата натрия (3.2.6) и промывают 40 мл – 50 мл петролейного эфира (3.2.1). Пипеткой наливают 10 мл концентрата петролейного эфира (3.4.2) в колонку (3.3.1), дважды сполоснув контейнер порциями приблизительно по 5 мл петролейного эфира. Элюируют в колбу испарителя (3.3.2) с градуированной трубкой, используя 200 мл растворителя А для элюирования (3.2.4). Скорость элюирования не должна превышать 5 мл/мин. Меняют приемники и элюируют аналогичным образом, используя 200 мл растворителя В для элюирования (3.2.5).

Концентрируют два элюата по отдельности до требуемого меньшего объема с помощью роторного испарителя (3.3.2). Исследуют каждый элюат на газожидкостном хроматографе. Если требуется дальнейшая очистка, ее можно выполнить на второй свежеприготовленной колонке с адсорбентом или в соответствии с ISO 3890-1|IDF 75-1:2009, Приложение А.

Первый элюат содержит НСВ, изомеры НСН, гептахлор, гептахлорэпоксид, альдрин, DDE, TDE и DDT. Второй элюат содержит диэлдрин и эндрин.

3.5 Газовая хроматография

См. ISO 3890-1|IDF 75-1:2009, 6.2. В отношении предварительных испытаний, и т.д., см. ISO 3890-1|IDF 75-1:2009, Разделы с 10 по 14.

4 Метод В: Разделение жидкость – жидкость диметилформамидом (DMF) и очистка на колонке с оксидом алюминия

4.1 Принцип

См. Ссылки [4] и [5].

Хлорорганические соединения наряду с жиром экстрагируют из пробы для испытания одним из методов, описанных в ISO 3890-1|IDF 75-1:2009, Раздел А.6, затем остаток, разделяют с помощью диметилформамида. После добавления раствора сульфата натрия хлорорганические соединения разделяют в *n*-гексане. Органическую фазу очищают хроматографическим методом на колонке с нейтральным оксидом алюминия, используя в качестве растворителя для элюирования *n*-гексан. Элюат концентрируют и затем исследуют методом газожидкостной хроматографии (GLC).

Специальные методы описаны для молока и сливочного масла.

4.2 Реактивы

Используют только реактивы признанной аналитической чистоты, если нет иных указаний, и дистиллированную или деминерализованную воду или воду равноценной чистоты.

4.2.1 *n*-Гексан [CH₃(CH₂)₄CH₃], температурный интервал кипения от 68 °С до 70 °С.

Исследуют чистоту с помощью газовой хроматографии в рабочих условиях колонки. Перегоняют над гидроксидом калия, если необходимо.

4.2.2 Ацетон (CH₃COCH₃), общего назначения, аналитической чистоты.

4.2.3 Диметилформамид (DMF).

Исследуют полученный с помощью *n*-гексана экстракт разбавленного водного раствора на мешающие пики методом газожидкостной хроматографии. Снова перегоняют растворитель, если необходимо, и собирают фракцию с интервалом кипения от 152 °С до 154 °С.

4.2.4 *n*-Гексан, насыщенный диметилформамидом.

4.2.5 Диметилформамид, насыщенный *n*-гексаном.

4.2.6 Песок, промытый кислотой.

Нагревают при температуре 500 °С в течение 4 ч, затем охлаждают и хранят в закупоренном сосуде.

4.2.7 Сульфат натрия (Na₂SO₄), гранулированный, безводный.

Нагревают при температуре 500 °С в течение 4 ч, затем охлаждают и хранят в закупоренном сосуде.

4.2.8 Оксид алюминия (Al₂O₃), нейтральный, активированный.

Нагревают оксид алюминия при температуре 500 °С в течение 4 ч, затем охлаждают. Осторожно добавляют 7 частей воды к 93 частям оксида алюминия (массовая доля) и тщательно перемешивают полученное вещество в закрытом сосуде в течение не менее 90 мин. Хранят сосуд в плотно закупоренном состоянии и используют оксид алюминия в течение 10 дней.

4.2.9 Раствор сульфата натрия, раствор с массовой долей 2 %.

4.3 Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура и, в частности, следующая.

4.3.1 Экстрактор Сокслета.

4.3.2 Роторный испаритель [Kuderna-Danish²) или равноценный], с колбой вместимостью 500 мл и мерной пробиркой.

4.3.3 Высокоскоростной блендер.

4.3.4 Хроматографические колонки, внутренним диаметром 12 мм и длиной 300 мм, с запорными кранами из PTFE.

4.3.5 Колонки микро-Шнайдер³⁾.

3) Пример подходящего оборудования, имеющегося в продаже. Эта информация дается для удобства пользователей данной части ISO 3890|IDF 75 и не означает поддержки этого оборудования со стороны ISO или IDF.

4.4 Методика

4.4.1 Экстракция жира и хлорорганических соединений

4.4.1.1 Общие методы

См. ISO 3890-1 | IDF 75-1:2009, Приложение А.

4.4.1.2 Специальные методы

4.4.1.2.1 Молоко

Переносят в следующей последовательности: 40 мл хорошо перемешанного молока, 80 мл ацетона (4.2.2) и 80 мл *n*-гексана (4.2.1) в стакан вихревого смесителя вместимостью 250 мл. Гомогенизируют смесь в течение 3 мин. Сразу же переносят смесь в пробирку для центрифугирования вместимостью 250 мл, промывают лопасти мешалки 10 мл *n*-гексана, затем 5 мл воды и добавляют промывные воды в пробирку.

Центрифугируют пробирку в центрифуге с частотой вращения 2 500 мин⁻¹ в течение 5 мин. Отделяют слой растворителя *n*-гексана и пропускают его через короткую колонку с безводным сульфатом натрия (4.2.7). Промывают содержимое пробирки два раза порциями по 25 мл *n*-гексана и пропускают промывные воды через колонку. Концентрируют объединенные экстракты до объема равного примерно 15 мл в роторном испарителе (4.3.2). Переносят раствор в делительную воронку вместимостью 100 мл с меткой на 25 мл и доводят объем до 25 мл. (См. также 7.4.1.2.2 для молока.)

4.4.1.2.2 Сливочное масло

Растворяют 5 г осветленного молочного жира (расплавленного и декантированного через фильтр) в 10 мл *n*-гексана. Переносят раствор в делительную воронку вместимостью 100 мл тремя последовательными порциями по 5 мл *n*-гексана.

4.4.2 DMF-разделение жира и хлорорганических соединений

Экстрагируют жир из 25 мл раствора гексана (4.4.1) с помощью 10 мл диметилформамида (DMF), насыщенного *n*-гексаном (4.2.5), путем встряхивания в делительной воронке. Спустя 2 – 3 мин, спускают нижний слой DMF во вторую делительную воронку вместимостью 100 мл (оставляя всю межфазную эмульсию в первой делительной воронке). Повторяют экстракцию раствора *n*-гексана двумя порциями по 10 мл DMF (4.2.5). Соединяют экстракты DMF и промывают их 10 мл *n*-гексана, насыщенного DMF (4.2.4).

Отделяют 10 мл *n*-гексана и промывают еще 10 мл DMF (4.2.5). Отбрасывают *n*-гексан и добавляют промывные воды в исходный экстракт диметилформамида объемом 30 мл в делительной воронке вместимостью 500 мл (или предпочтительно 350 мл). Добавляют 6 мл *n*-гексана (4.2.1) и энергично встряхивают в течение 2 мин 200 мл раствора сульфата натрия (4.2.9).

Выдерживают в течение 20 мин для разделения. Собирают *n*-гексановую фазу путем осторожного вращения с образованием завихрения. Сливают водный слой и отбрасывают, сушат делительную воронку фильтровальной бумагой и сливают *n*-гексан в мерную емкость с горлышком на шлифе, которая содержит 15 мл растворителя. Споласкивают делительную воронку небольшими порциями *n*-гексана и добавляют промывные воды в емкость.

Соединяют емкость с колонкой микро-Шнайдер³) (4.3.5) и концентрируют *n*-гексановый экстракт примерно до 2 мл.

4.4.3 Очистка на оксиде алюминия *n*-гексаном

Переливают суспензию из 5 г приготовленного оксида алюминия (4.2.8) в *n*-гексане (4.2.1) в хроматографическую колонку (4.3.4) с пробкой из промытой растворителем хлопковой ваты (ISO 3890-1|IDF 75-1:2009, A.5.15). Дают оксиду алюминия осесть и покрывают 30 –миллиметровым слоем безводного сульфата натрия (4.2.7). Сливают *n*-гексан, пока мениск не достигнет верхней части слоя сульфата натрия. Добавляют *n*-гексановый экстракт (4.4.2) и смывают в колонку с помощью порций *n*-гексана объемом 2 мл.

Элюируют 50 мл *n*-гексана (4.2.1) со скоростью потока, не превышающей 5 мл/мин, собирая элюат в роторном испарителе (4.3.2). Концентрируют элюат до объема приблизительно равного 5 мл. Отсоединяют мерную пробирку, прикрепляют колонку Микро-Шнайдер³) (4.3.5) и концентрируют элюат до 1 мл.

4.5 Газовая хроматография

См. ISO 3890-1|IDF 75-1:2009, 6.2. В отношении предварительных испытаний, и т.д., см. ISO 3890-1|IDF 75-1:2009, Разделы 10 – 14.

5 Метод С: Разделение жидкость – жидкость диметилформамидом (DMF) и очистка на колонке Florisil¹⁾

5.1 Принцип

См. Ссылку [6].

Хлорорганические соединения наряду с жиром экстрагируют из пробы методом, описанным в 5.4.1. Экстракт концентрируют почти досуха, затем снова растворяют в петролейном эфире. Разделяют хлорорганические соединения в диметилформамиде. После добавления раствора сульфата натрия хлорорганические соединения далее разделяют в петролейном эфире.

Органическую фазу очищают хроматографическим методом на колонке Florisil¹⁾, используя в качестве растворителя для элюирования смесь петролейного эфира с диэтиловым эфиром. Элюаты концентрируют и затем исследуют методом газожидкостной хроматографии (GLC).

5.2 Реактивы

Используют только реактивы признанной аналитической чистоты, если нет иных указаний, и дистиллированную или деминерализованную воду или воду равноценной чистоты.

5.2.1 Петролейный эфир, температурный интервал кипения от 30 °С до 40 °С, повторной перегонки.

5.2.2 Диэтиловый эфир (C₂H₅OC₂H₅), не содержащий пероксидов.

5.2.3 Петролейный эфир, температурный интервал кипения от 60 °С до 80 °С, повторной перегонки.

5.2.4 Растворитель для элюирования, смесь диэтилового эфира (5.2.2) и петролейного эфира (5.2.1) (6:94 частей по объему).

5.2.5 Адсорбент: Флорисил¹⁾, от 60 до 100 меш.

Нагревают адсорбент при температуре 650 °С в течение 2 ч в муфельной печи. Охлаждают до температуры 130 °С и выдерживают в течение 5 ч при этой температуре в сушильном шкафу. После этого дают остыть до комнатной температуры в эксикаторе и затем переносят в воздухонепроницаемый, плотно закупоренный сосуд. Добавляют 5 частей дистиллированной воды к