МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34678— 2020

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ, ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ

Метод определения остаточного содержания полипептидных антибиотиков с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Всероссийский государственный Центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов» (ФГБУ «ВГНКИ»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 31 августа 2020 г. № 132-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 7 октября 2020 г. № 753-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34678—2020 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 марта 2021 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2020

В Российской Федерации 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

Поправка к ГОСТ 34678—2020 Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания полипептидных антибиотиков с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Украина	UA	Минэкономразвития Украины

(ИУС № 2 2021 г.)

Поправка к ГОСТ 34678—2020 Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания полипептидных антибиотиков с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения

(ИУС № 9 2022 г.)

Поправка к Изменению № 1 ГОСТ 34678—2020 Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания полипептидных антибиотиков с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием
(см. ИУС № 3—2024)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств:	AM, BY, KG, KZ, RU, UZ	AM, BY, KG, KZ, RU, TJ, UZ

(ИУС № 5 2024 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ, ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ

Метод определения остаточного содержания полипептидных антибиотиков с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

Food products, food raw materials. Method for determination of the residual content of polypeptide antibiotics by high performance liquid chromatography-mass spectrometry

Дата введения — 2021—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевые продукты и продовольственное сырье: мясо (животных всех видов), в том числе мясо птицы, субпродукты, мясные продукты, полуфабрикаты, молоко, молочные продукты, сыр, яйца, яичные продукты и устанавливает метод определения остаточного содержания полипептидных антибиотиков с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием (ВЭЖХ-МС/МС).

Диапазон измерений для бацитрацина А, колистина А, полимиксина В1, виргиниамицина S1, виргиниамицина М1, актиномицина D, новобиоцина — от 5 до 500 мкг/кг, для колистина В — от 3,75 до 375,00 мкг/кг, для полимиксина В2 — от 2,5 до 250,0 мкг/кг, для бацитрацина В — от 1 до 100 мкг/кг.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.018 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.2.085 Арматура трубопроводная. Клапаны предохранительные. Выбор и расчет пропускной способности

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2603 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 4025 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 5848 Реактивы. Кислота муравьиная. Технические условия

ГОСТ 7269 Мясо. Методы отбора образцов и органолептические методы определения свежести

ГОСТ 9293 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 9792 Колбасные изделия и продукты из свинины, баранины, говядины и мяса других видов убойных животных и птиц. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 20469 Электромясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 22300 Реактивы. Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 26809.1 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 1. Молоко, молочные, молочные составные и молокосодержащие продукты

ГОСТ 26809.2 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 2. Масло из коровьего молока, спреды, сыры и сырные продукты, плавленые сыры и плавленые сырные продукты

ГОСТ 29245—91 Консервы молочные. Методы определения физических и органолептических показателей

ГОСТ 31467—2012 Мясо птицы, субпродукты и полуфабрикаты из мяса птицы. Методы отбора проб и подготовка их к испытаниям

ГОСТ 31654 Яйца куриные пищевые. Технические условия

ГОСТ 31720 Пищевые продукты переработки яиц сельскохозяйственной птицы. Методы отбора проб и органолептического анализа

ГОСТ ИСО 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике*

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на извлечении полипептидных антибиотиков из анализируемой пробы подкисленным водно-метанольным раствором с последующей очисткой методом твердофазной экстракции. Идентификацию и количественное определение полипептидных антибиотиков проводят по площадям пиков ион-продуктов с использованием градуировочной характеристики, полученной при анализе матричных градуировочных растворов, методом ВЭЖХ-МС/МС в режиме мониторинга множественных реакций (MRM).

4 Требования безопасности и условия выполнения измерений

4.1 Применяемые в работе реактивы относятся к веществам 1-го и 2-го классов опасности, при работе с ними необходимо соблюдать общие требования безопасности обращения с вредными веществами, установленные ГОСТ 12.1.007. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

4.2 Помещения, в которых проводят анализ и подготовку проб, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с ГОСТ 12.4.021 и защищены от действия прямого солнечного или ультрафиолетового излучения.

4.3 Приготовление и использование градуировочных растворов проводят в вытяжном шкафу при включенной вентиляции.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

4.4 При проведении испытаний соблюдают правила безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, по ГОСТ 12.2.085.

4.5 При работе с электроприборами следует соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019, пожаровзрывобезопасности — ГОСТ 12.1.018 и инструкции по эксплуатации приборов.

4.6 К выполнению измерений допускают специалистов, имеющих высшее специальное образование, прошедших соответствующий инструктаж, владеющих техникой хромато-масс-спектрометрии и изучивших инструкции по эксплуатации используемых приборов.

4.7 При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха — от 15 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха — от 20 % до 80 %.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы, посуда и реактивы

5.1 Для определения остаточного содержания полипептидных антибиотиков применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и посуду:

- весы неавтоматического действия высокого класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой погрешности взвешивания не более ± 0,03 г;
- весы специального (I) класса точности с пределами допускаемой погрешности взвешивания не более ±0,3 мг;
- масс-спектрометр, оснащенный источником ионизации с электрораспылением, квадрупольными анализаторами диапазоном измерений от 50 до 900 атомных единиц массы (а. е. м.), с массовым разрешением не менее 1 а. е. м., с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,5 а. е. м., режимом получения и анализа фрагментных ионов (режим MC/MC);
- систему высокоэффективной жидкостной хроматографии, оснащенную бинарным насосом со смесителем и термостатом хроматографической колонки, обеспечивающим температуру нагрева до (50 ± 1) °С;
- колонку хроматографическую, заполненную обращенно-фазным сорбентом С18 с диаметром частиц не более 5,0 мкм, длиной не менее 150 мм;
- компьютер с установленным программным обеспечением для управления масс-спектрометром и обработки результатов измерений;
- дозаторы механические одноканальные переменной вместимостью 10—100, 100—1000 мм^3, 1—5 см^3 с допустимой относительной погрешностью дозирования не более ±2,5 %;
- модуль термостатируемый нагревательный с системой отдувки растворителей инертным газом и температурой термостатирования от 10 °С до 200 °С;
- устройство вакуумное для твердофазной экстракции;
- картриджи для твердофазной экстракции* вместимостью не менее 6 см^3, заполненные сорбентом на основе сополимера дивинилбензола и винилпирролидона с частицами диаметром не более 50 мкм, массой 200 мг;
- баню ультразвуковую с рабочей частотой не менее 20 Гц и объемом не менее 1 дм^3;
- баню водяную лабораторную с диапазоном поддержания температуры от 5 °С до 100 °С;
- встряхиватель (шейкер) вибрационный для пробирок орбитального типа движения с амплитудой встряхивания 3 мм, диапазоном скоростей от 150 до 2500 об/мин;
- центрифугу лабораторную рефрижераторную со скоростью вращения не менее 4500 об/мин и диапазоном температур охлаждения от 4 °С до 20 °С с адаптерами для пробирок вместимостью 15 и 50 см^3;
- центрифугу лабораторную рефрижераторную со скоростью вращения не менее 15000 об/мин и диапазоном температур охлаждения от 4 °С до 20 °С с адаптером для пробирок вместимостью 1,5 см^3;
- измельчитель-гомогенизатор погружного типа;
- мясорубку бытовую по ГОСТ 4025 или электромясорубку по ГОСТ 20469 с отверстиями решетки не более 4 мм;

---

* Например, модели Waters Oasis HLB, Waters. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования других моделей с аналогичными характеристиками.

- систему получения деионизированной воды высокой чистоты с удельным сопротивлением 18 МОм · см;
- камеру лабораторную морозильную с рабочим диапазоном температур от минус 15 °С до минус 25 °С;
- холодильник бытовой с рабочим диапазоном температур от 2 °С до 8 °С;
- пробы, не содержащие полипептидные антибиотики, подготовленные и проанализированные ранее в соответствии с требованиями разделов 7 и 8, в зависимости от типа исследуемой матрицы («чистые пробы»*);
- шкаф сушильный с максимальной температурой нагрева не менее 110 °С и с погрешностью поддержания заданной температуры ±5 °С;
- фильтры нейлоновые мембранные с диаметром пор не более 0,2 мкм;
- пробирки полипропиленовые вместимостью 15 и 50 $см^3$ с навинчиваемыми крышками;
- пробирки микроцентрифужные полипропиленовые вместимостью 1,5 $см^3$;
- виалы (флаконы) для автоматического устройства ввода проб вместимостью 2 $см^3$ с навинчиваемыми крышками и тефлоновыми прокладками диаметром 9 мм;
- колбы мерные с пришлифованными пробками 2—100(500) по ГОСТ 1770;
- колбы мерные 1—10(1000)—2 по ГОСТ 1770;
- колбы П-1—500—29/32 ТС по ГОСТ 25336;
- цилиндры 1—50(500, 1000)—2 по ГОСТ 1770;
- бутыль с горловиной под крышку с винтовой резьбой вместимостью 1000 $см^3$.

5.2 При определении содержания полипептидных антибиотиков применяют следующие реактивы:

- метанол для ВЭЖХ, х. ч.;
- кислоту муравьиную по ГОСТ 5848, ч. д. а.;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, х. ч.;
- воду деионизированную для ВЭЖХ;
- азот газообразный марки 60 по ГОСТ 9293, ос. ч.;
- ацетон по ГОСТ 2603, ч. д. а.;
- эфир этиловый уксусной кислоты (этилацетат) по ГОСТ 22300, ч. д. а.

5.3 При определении содержания полипептидных антибиотиков в качестве образцов сравнения применяют следующие соединения с массовой долей основного вещества:

- бацитрацин (бацитрацина А не менее 67,5 %, бацитрацина В не менее 14,0 %), CAS 1405-87-4;
- колистина сульфат (колистина А не менее 44,6 %, колистина В не менее 33,2 %), CAS 1264-72-8;
- полимиксина В сульфат (полимиксин В1 не менее 50 %, полимиксин В2 не менее 25 %), CAS 1405-20-5;
- виргиниамицин S1 с массовой долей основного вещества не менее 90 %, CAS 23152-29-6;
- виргиниамицин M1 с массовой долей основного вещества не менее 90 %, CAS 21411-53-0;
- актиномицин D с массовой долей основного вещества не менее 90 %, CAS 50-76-0;
- новобиоцина натриевая соль с массовой долей основного вещества не менее 90 %, CAS 1476-53-5.

5.4 Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов и материалов по качеству не ниже вышеуказанных.

6 Подготовка к проведению измерений

6.1 Подготовка лабораторной посуды и реактивов

6.1.1 Мойку и сушку посуды проводят в отдельном помещении, оборудованном приточно-вытяжной вентиляцией. Для сушки лабораторной посуды и подготовки реактивов необходимо использовать отдельные сушильные шкафы.

6.1.2 Стеклянную посуду подвергают стандартной процедуре очистки с последующей последовательной промывкой органическими растворителями: этилацетатом (однократно), ацетоном (дважды).

---

* Срок хранения «чистых проб» при температуре от минус 15 °С до минус 25 °С — не более 3 мес.

6.1.3 Процедуру промывки органическими растворителями следует проводить в вытяжном шкафу. Рекомендуется на стадиях промывки использовать ультразвуковую баню. Окончательную сушку посуды проводят в сушильном шкафу, установленном в вытяжном шкафу, при температуре от 105 °С до 110 °С.

6.1.4 Каждую новую партию реактивов проверяют на отсутствие контаминации анализируемыми соединениями путем проведения холостого опыта в соответствии с процедурой анализа.

6.2 Приготовление растворов

6.2.1 Приготовление подвижных фаз А и Б

6.2.1.1 Для приготовления подвижной фазы А в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ приливают 900 $см^3$ деионизированной воды и добавляют 5 $см^3$ муравьиной кислоты, перемешивают и доводят объем раствора до метки на колбе деионизированной водой.

Срок хранения при температуре от 15 °С до 25 °С — не более 1 мес.

6.2.1.2 Для приготовления подвижной фазы Б в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ приливают примерно 900 $см^3$ метанола и добавляют 5 $см^3$ муравьиной кислоты, перемешивают и доводят объем раствора до метки на колбе метанолом.

Срок хранения при температуре от 15 °С до 25 °С — не более 1 мес.

6.2.2 Приготовление смеси метанола и деионизированной воды в объемном соотношении 5:4

В стеклянную бутыль вместимостью 1000 $см^3$ вносят 500 $см^3$ метанола и 400 $см^3$ деионизированной воды, перемешивают.

Срок хранения при температуре от 15 °С до 25 °С — не более 3 мес.

6.2.3 Приготовление 0,5 %-ного раствора муравьиной кислоты в метаноле

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ приливают 450 $см^3$ метанола, добавляют 2,5 $см^3$ муравьиной кислоты, доводят объем раствора до метки на колбе метанолом и перемешивают.

Срок хранения при температуре от 15 °С до 25 °С — не более 1 мес.

6.2.4 Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрацией 5 моль/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят 50 $см^3$ деионизированной воды, осторожно добавляют 28,5 $см^3$ концентрированной серной кислоты. Доводят объем раствора до метки на колбе деионизированной водой и перемешивают.

Срок хранения при температуре от 15 °С до 25 °С — не более 3 мес.

6.2.5 Приготовление смеси метанола и деионизированной воды в объемном соотношении 1:9

В колбу вместимостью 500 $см^3$ вносят 50 $см^3$ метанола и 450 $см^3$ деионизированной воды, перемешивают.

Срок хранения при температуре от 15 °С до 25 °С — не более 3 мес.

6.2.6 Приготовление смеси метанола и деионизированной воды в объемном соотношении 1:1

В колбу вместимостью 500 $см^3$ вносят 250 $см^3$ метанола и 250 $см^3$ деионизированной воды, перемешивают.

Срок хранения при температуре от 15 °С до 25 °С — не более 3 мес.

6.2.7 Приготовление 0,05 %-ного раствора муравьиной кислоты в смеси метанола и деионизированной воды с объемным соотношением 1:1

В колбу вместимостью 500 $см^3$ вносят 499,75 $см^3$ смеси метанола и деионизированной воды (см. 6.2.6), 0,25 $см^3$ муравьиной кислоты и перемешивают.

Срок хранения при температуре от 15 °С до 25 °С — не более 3 мес.

6.3 Приготовление матричных градуировочных растворов

6.3.1 Приготовление исходных растворов C_0 полипептидных антибиотиков с массовыми концентрациями бацитрацина А, колистина А, полимиксина В1, виргиниамицина S1, виргиниамицина М1, актиномицина D, новобиоцина — 1 мг/$см^3$, бацитрацина В — 0,2 мг/$см^3$, колистина В — 0,75 мг/$см^3$, полимиксина В2 — 0,5 мг/$см^3$

Для приготовления исходных растворов C_0 в отдельные полипропиленовые пробирки вместимостью 15 $см^3$ вносят по 4,0—6,0 мг каждого образца сравнения и добавляют соответствующие растворители, массу которых m_0, мг, вычисляют по формуле

$$m_0 = \frac{m \cdot M_a \cdot P_a \cdot p}{M_c \cdot 100 \cdot c}, \quad (1)$$

где m — масса образца сравнения, г;
M_a — молярная масса чистого вещества, г/моль;
P_a — массовая доля основного вещества в образце сравнения, %;
ρ — плотность растворителя, г/см^3;
M_c — молярная масса аналита в солевой форме, г/моль;
c — концентрация раствора аналита C_0, г/см^3.

Допускается приготовление растворов объемно-весовым методом.

Растворители для образцов сравнения полипептидных антибиотиков выбирают в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

Наименование аналита	Наименование растворителя
Бацитрацин	0,05 %-ный раствор муравьиной кислоты (см. 6.2.7)
Колистин	Смесь метанол/деионизированная вода в объемном соотношении 1:1 (см. 6.2.6)
Полимиксин В	
Виргиниамицин S1	Метанол
Виргиниамицин M1	
Актиномицин D	
Новобиоцин	

Плотность метанола ρ, г/см^3, определяют в соответствии с таблицей 2, с учетом температуры окружающего воздуха в помещении.

Таблица 2

Температура окружающего воздуха в помещении, °С	Плотность метанола, г/см^3	Температура окружающего воздуха в помещении, °С	Плотность метанола, г/см^3
15,0	0,7961	20,5	0,7909
15,5	0,7956	21,0	0,7905
16,0	0,7952	21,5	0,7900
16,5	0,7947	22,0	0,7895
17,0	0,7942	22,5	0,7891
17,5	0,7938	23,0	0,7886
18,0	0,7933	23,5	0,7881
18,5	0,7928	24,0	0,7877
19,0	0,7924	24,5	0,7872
19,5	0,7919	25,0	0,7867
20,0	0,7914		

Для определения плотности смеси метанол/деионизированная вода (см. 6.2.6) и 0,05 %-ного раствора муравьиной кислоты (см. 6.2.7) в предварительно взвешенные мерные колбы вместимостью 10 см^3 приливают по отдельности до меток вышеуказанные растворы, измеряют их массу и вычисляют плотность ρ, г/см^3, по формуле

$$\rho = \frac{m}{10}, \quad (2)$$

где m — масса смеси метанол/деионизированная вода (см. 6.2.6) или 0,05 %-ного раствора муравьиной кислоты (см. 6.2.7), г.

Срок хранения растворов C_0 при температуре от минус 15 °С до минус 25 °С — не более 6 мес.

Перед применением растворы C_0 выдерживают на водяной бане при температуре от 20 °С до 22 °С не менее 30 мин.

6.3.2 Приготовление рабочего раствора смеси определяемых аналитов C_1

В мерную колбу вместимостью 10 см^3 отбирают по 0,1 см^3 каждого раствора C_0, доводят объем раствора до метки метанолом и перемешивают.

Массовая концентрация бацитрацина А, колистина А, полимиксина В1, виргиниамицина S1, виргиниамицина М1, актиномицина D и новобиоцина в приготовленном растворе составляет 10 мкг/см^3.

Массовая концентрация бацитрацина В — 2 мкг/см^3, колистина В — 7,5 мкг/см^3, полимиксина В2 — 5 мкг/см^3.

Срок хранения раствора C_1 при температуре от минус 15 °С до минус 25 °С — не более 6 мес.

6.3.3 Приготовление рабочего раствора смеси определяемых аналитов C_2

В мерную колбу вместимостью 10 см^3 отбирают 1,0 см^3 раствора C_1, доводят объем раствора до метки метанолом и перемешивают.

Массовая концентрация бацитрацина А, колистина А, полимиксина В1, виргиниамицина S1, виргиниамицина М1, актиномицина D и новобиоцина в приготовленном растворе составляет 1 мкг/см^3.

Массовая концентрация бацитрацина В — 0,2 мкг/см^3, колистина В — 0,75 мкг/см^3, полимиксина В2 — 0,5 мкг/см^3.

Срок хранения раствора C_2 при температуре от минус 15 °С до минус 25 °С — не более 3 мес.

Перед применением растворы C_1—C_2 выдерживают на водяной бане при температуре от 20 °С до 22 °С в течение 30 мин.

6.3.4 Приготовление матричных градуировочных растворов G_1—G_5

Матричные градуировочные растворы G_1—G_5 готовят в полипропиленовых пробирках вместимостью 50 см^3 из «чистых проб» массой (5,0 ± 0,05) г, в которые вносят 18 см^3 смеси метанол/деионизированная вода в объемном соотношении 5:4 (см. 6.2.2), гомогенизируют погружным гомогенизатором, добавляют 2 см^3 серной кислоты и вносят рабочие растворы смеси определяемых аналитов C_1, C_2 в соответствии с таблицей 3.

Таблица 3

Обозначение матричного градуировочного раствора	Вносимый объем рабочего раствора, см^3	
	C_1	C_2
G_1	—	0,025
G_2	—	0,050
G_3	0,025	—
G_4	0,050	—
G_5	0,250	—

Дальнейшую обработку матричных градуировочных растворов проводят в соответствии с 7.2.2 и 7.2.3.

Растворы G_1—G_5 используют свежеприготовленными.

Массовые концентрации полипептидных антибиотиков в матричных градуировочных растворах G_1—G_5 и приписанные им массовые доли аналитов в чистых образцах, в которые добавили рабочие растворы смеси определяемых аналитов C_1 или C_2, представлены в таблицах 4 и 5 соответственно.

Таблица 4

Обозначение матричного градуировочного раствора	Массовая концентрация аналитов в матричных градуировочных растворах, нг/см^3									
	Бацитрацин А	Бацитрацин В	Колистин А	Колистин В	Полимиксин В1	Полимиксин В2	Актиномицин D	Виргиниамицин М1	Виргиниамицин S1	Новобиоцин
G_1	25	5	25	18,75	25	12,5	25	25	25	25
G_2	50	10	50	37,50	50	25,0	50	50	50	50
G_3	250	50	250	187,50	250	125,0	250	250	250	250
G_4	500	100	500	375,00	500	250,0	500	500	500	500
G_5	2500	500	2500	1875,00	2500	1250,0	2500	2500	2500	2500

Таблица 5

Обозначение матричного градуировочного раствора	Приписанные массовые доли аналитов в чистых образцах, в которые добавили рабочие растворы C_1 или C_2, мкг/кг									
	Бацитрацин А	Бацитрацин В	Колистин А	Колистин В	Полимиксин В1	Полимиксин В2	Актиномицин D	Виргиниамицин М1	Виргиниамицин S1	Новобиоцин
G_1	5	1	5	3,75	5	2,5	5	5	5	5
G_2	10	2	10	7,5	10	5	10	10	10	10
G_3	50	10	50	37,5	50	25	50	50	50	50
G_4	100	20	100	75	100	50	100	100	100	100
G_5	500	100	500	375	500	250	500	500	500	500

6.4 Построение градуировочной характеристики

6.4.1 Построение и расчет градуировочной характеристики проводят в каждой серии анализов с использованием программного обеспечения хромато-масс-спектрометрической системы.

6.4.2 Проводят измерения не менее четырех матричных градуировочных растворов, приготовленных по 6.3.4, в порядке возрастания их концентраций. Если результат испытаний образца превышает верхнюю границу градуировочного графика по одному или нескольким аналитам, то данный образец следует переделать в следующей серии с дополнительной точкой градуировки. Определяют времена удерживания аналитов.

6.4.3 Вычисление площади пика проводят для каждого ион-продукта анализируемых соединений. Количественное определение полипептидных антибиотиков проводят по одному (наиболее интенсивному) ион-продукту.

6.4.4 Градуировочную характеристику строят в координатах «площадь пика определяемого соединения» — «концентрация определяемого соединения». При построении градуировочной характеристики используют линейную функцию вида $y = a \pm bx$, при этом квадрат коэффициента корреляции должен быть не менее 0,98.

Построение градуировочной характеристики проводят при каждой серии измерений заново.

6.4.5 Построение линейного градуировочного графика и расчет концентрации полипептидных антибиотиков в анализируемых пробах выполняется системой обработки данных в автоматическом режиме.

7 Отбор, подготовка и обработка проб

7.1 Отбор проб

7.1.1 Отбор проб мяса, субпродуктов — по ГОСТ 7269.

7.1.2 Отбор проб мяса птицы, пищевых субпродуктов и полуфабрикатов из мяса птицы — по ГОСТ 31467.

7.1.3 Отбор проб колбасных изделий и продуктов из свинины, баранины, говядины, мяса других видов убойных животных и птиц — по ГОСТ 9792.

7.1.4 Отбор проб молока и молочных продуктов — по ГОСТ 26809.1, сыра — по ГОСТ 26809.2.

7.1.5 Отбор проб яиц — по ГОСТ 31654, жидких и сухих яичных продуктов — по ГОСТ 31720.

7.1.6 Пробы, отобранные по 7.1.1, 7.1.2, при отсутствии возможности анализа в день отбора замораживают и хранят при температуре от минус 15 °С до минус 25 °С до проведения анализа, но не более 90 сут.

7.2 Подготовка проб

7.2.1 Мышечную ткань предварительно очищают от грубой соединительной ткани. Мясо, субпродукты, мясные продукты измельчают на мясорубке дважды.

Подготовку мяса птицы, пищевых субпродуктов и полуфабрикатов из мяса птицы проводят по ГОСТ 31467—2012 (раздел 6).

Яйца отделяют от скорлупы и перемешивают на гомогенизаторе, жидкие и сухие яичные продукты тщательно перемешивают.

Подготовку проб молока и молочных продуктов проводят по ГОСТ 26809.1. Сухие молочные продукты восстанавливают по ГОСТ 29245—91 (пункт 3.4).

Подготовку проб сыра проводят по ГОСТ 26809.2.

7.2.2 Взвешивают (5,0 ± 0,05) г подготовленной пробы в полипропиленовой пробирке вместимостью 50 $см^3$, вносят 18 $см^3$ смеси метанол/деионизированная вода (см. 6.2.2) и гомогенизируют погружным гомогенизатором (тщательно промывают гомогенизатор после измельчения каждой пробы). Добавляют 2 $см^3$ раствора серной кислоты (см. 6.2.4) и помещают в шейкер на 10 мин для перемешивания, затем центрифугируют со скоростью вращения 4500 об/мин при температуре 4 °С в течение 15 мин.

Сливают надосадочный слой в новую полипропиленовую пробирку вместимостью 50 $см^3$ и добавляют 18 $см^3$ деионизированной воды.

Полученный экстракт очищают методом твердофазной экстракции по 7.2.3.

7.2.3 Картриджи для твердофазной экстракции предварительно кондиционируют, последовательно пропуская 5 $см^3$ метанола и 5 $см^3$ деионизированной воды (вакуум или избыточное давление не применяют). Затем пропускают через картридж экстракт, полученный в соответствии с 7.2.2. После этого картридж промывают два раза порциями по 4 $см^3$ смеси метанол/деионизированная вода в объемном соотношении 1:9 (см. 6.2.5) и сушат под вакуумом в течение 5 мин. Элюируют определяемые вещества в новую полипропиленовую пробирку вместимостью 15 $см^3$ с использованием 5 $см^3$ раствора 0,5 %-ной муравьиной кислоты в метаноле (см. 6.2.3). Упаривают элюат до 0,3—0,4 $см^3$ в токе азота при температуре 40 °С, добавляют 0,5 $см^3$ подвижной фазы А, перемешивают и переносят в полипропиленовую микроцентрифужную пробирку. Доводят объем раствора до метки 1 $см^3$ подвижной фазой А и центрифугируют со скоростью вращения 15000 об/мин при температуре 4 °С в течение 10 мин. Затем фильтруют через мембранный фильтр в виалу вместимостью 2 $см^3$ и используют для ВЭЖХ-МС/МС анализа.

8 Порядок выполнения анализа

8.1 Условия хроматографического разделения

8.1.1 Хромато-масс-спектрометр включают в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации и устанавливают параметры рабочих режимов масс-спектрометрического детектирования и хроматографического разделения.

8.1.2 Например, для колонки длиной 150 мм с обращенно-фазным сорбентом С18 с размером частиц не более 5,0 мкм соблюдают следующие условия хроматографического анализа:

- температура колонки — 40 °С;
- скорость потока подвижной фазы — 250 $мм^3$/мин;
- объем вводимой пробы — 15 $мм^3$.

Разделение проводят в режиме градиентного элюирования (приготовление подвижных фаз А и Б — по 6.2.1) в соответствии с таблицей 6.

Таблица 6 — Условия градиентного элюирования при регистрации положительных ионов

Время, мин	Подвижная фаза А, %	Подвижная фаза Б, %
0,0	100	0
1,0	90	10
20,0	0	100
23,0	0	100
23,1	100	0
30,0	100	0

8.1.3 Общие параметры настройки масс-спектрометрического детектора:
- режим работы источника — ионизация электроспреем, ESI;
- напряжение на распыляющем капилляре (IS) — 5500 В при регистрации положительных ионов;
- температура источника — от 450 °С до 500 °С;
- разрешение квадруполей Q1/Q3 — единичное;
- давление газа для фрагментации (CAD) — 6 кПа.

8.1.4 Параметры мониторинга множественных реакций (MRM) в положительном режиме ионизации при измерении полипептидных антибиотиков приведены в таблице 7.

Таблица 7

Наименование аналита	Ион-предшественник, *m/z*	Ион-продукт, *m/z*	Время удерживания, мин	Энергия столкновений, эВ	Потенциал декластеризации, В
Бацитрацин А	475,1	199,0	14,6	32	15
		227,0		28	15
Бацитрацин В	470,3	199,0	14,1	16	12
		356,1		23	15
Колистин А	390,8	101,0	11,9	21	15
		241,0		19	15
Колистин В	386,1	101,0	11,2	23	12
		227,0		18	14
Полимиксин В1	402,1	100,8	12,3	23	12
		390,5		18	12
Полимиксин В2	397,4	391,5	11,6	16	13
		385,6		18	15
Виргиниамицин S1	824,3	205,0	17,7	54	12
		663,2		34	8
Виргиниамицин М1	526,1	355,0	16,7	25	7
		508,2		18	11

Окончание таблицы 7

Наименование аналита	Ион-предшественник, *m/z*	Ион-продукт, *m/z*	Время удерживания, мин	Энергия столкновений, эВ	Потенциал декластеризации, В
Актиномицин D	628,4	300,0	20,3	23	18
		578,9		20	15
Новобиоцин	613,2	189,1	20	35	12
		396,1		20	12

Примечание — Приведенные выше параметры хроматографического разделения и масс-спектрометрического детектирования могут отличаться в зависимости от используемого оборудования.

8.1.5 Контроль чувствительности хромато-масс-спектрометра осуществляют введением в инжектор хроматографа 15 мм^3 матричного градуировочного раствора G_1 (см. 6.3.5). Полученное соотношение сигнал/шум для каждого аналита должно быть не менее 10.

8.2 ВЭЖХ-МС/МС измерение

8.2.1 Для измерения содержания полипептидных антибиотиков проводят ВЭЖХ-МС/МС анализ в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации применяемого оборудования. Для каждой пробы проводят два параллельных измерения.

8.2.2 Анализ выполняют в виде серии измерений, включающей следующие образцы:

- подвижную фазу А;
- «чистую пробу»;
- матричные градуировочные растворы (см. 6.3.5);
- экстракты анализируемых проб, приготовленных по 7.2.

8.2.3 Определяют и регистрируют на хроматограмме время удерживания пиков двух ион-продуктов каждого аналита, которое должно соответствовать времени удерживания, найденному при измерении градуировочных растворов.

9 Обработка результатов измерений

9.1 В соответствии с данными, полученными при измерении градуировочных растворов, проводят количественную обработку хроматограмм с использованием программного обеспечения, получая значения массовой концентрации полипептидных антибиотиков в двух параллельных измерениях анализируемой пробы.

9.2 Содержание *i*-го аналита X_i, мкг/кг, представляют в виде

$$X_i = C_i, \quad (3)$$

где C_i — массовая доля аналита в анализируемой пробе, найденная по градуировочному графику, мкг/кг.

9.3 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений анализируемой пробы, если выполняется условие приемлемости по ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункт 5.2.2).

10 Метрологические характеристики

Установленный в настоящем стандарте метод обеспечивает выполнение определения содержания полипептидных антибиотиков с относительной расширенной неопределенностью результатов аналитических измерений при коэффициенте охвата $k = 2$ и доверительной вероятности $P = 0,95$, указанной в таблицах 8—11.

Таблица 8 — Показатели точности метода при определении содержания полипептидных антибиотиков в субпродуктах

Наименование аналита	Диапазон измерений содержания аналита, мкг/кг	Значение относительной расширенной неопределенности U_i, %	Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное стандартное отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Предел повторяемости, r, %
Бацитрацин А	От 5 до 50 включ.	48	14	22	39
	Св. 50 до 500 включ.	22	7	10	19
Бацитрацин В	От 1 до 20 включ.	58	18	28	50
	Св. 20 до 100 включ.	30	5	14	14
Колистин А	От 5 до 100 включ.	43	7	21	19
	Св.100 до 500 включ.	21	5	10	14
Колистин В	От 3,75 до 15,00 включ.	49	11	24	30
Полимиксин В1	От 5 до 100 включ.	41	7	20	19
	Св. 100 до 500 включ.	29	4	14	11
Полимиксин В2	От 2,5 до 10,0 включ.	70	14	34	39
	Св.10,0 до 250,0 включ.	37	7	18	19
Виргиниамицин S1	От 5 до 50 включ.	50	16	24	44
	Св. 50 до 500 включ.	41	5	20	14
Виргиниамицин М1	От 5 до 500 включ.	46	7	22	19
Актиномицин D	От 5 до 70 включ.	51	15	25	42
	Св. 70 до 500 включ.	29	5	14	14
Новобиоцин	От 5 до 100 включ.	42	17	20	47
	Св.100 до 500 включ.	31	9	15	25

Таблица 9 — Показатели точности метода при определении содержания полипептидных антибиотиков в мясе (включая мясо птицы)

Наименование аналита	Диапазон измерений содержания аналита, мкг/кг	Значение относительной расширенной неопределенности U_i, %	Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное стандартное отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Предел повторяемости r, %
Бацитрацин А	От 5 до 50 включ.	49	11	24	30
	Св. 50 до 500 включ.	37	8	18	22
Бацитрацин В	От 1 до 10 включ.	52	9	24	25
	Св.10 до 100 включ.	37	7	18	19
Колистин А	От 5 до 50 включ.	44	11	21	30
	Св.50 до 500 включ.	37	5	18	14
Колистин В	От 3,75 до 15,00 включ.	43	13	21	36
	Св.15,00 до 375,00 включ.	37	10	18	28
Полимиксин В1	От 5 до 100 включ.	52	11	25	30
	Св. 100 до 500 включ.	33	5	16	14
Полимиксин В2	От 2,5 до 25,0 включ.	60	13	28	36
	Св.25,0 до 250,0 включ.	35	7	17	19
Виргиниамицин S1	От 5 до 70 включ.	45	14	22	39
	Св. 70 до 500 включ.	33	8	16	22
Виргиниамицин М1	От 5 до 50 включ.	46	10	22	28
	Св. 50 до 500 включ.	33	6	16	17
Актиномицин D	От 5 до 50 включ.	45	11	22	30
	Св. 50 до 500 включ.	35	5	17	14
Новобиоцин	От 5 до 100 включ.	52	16	25	44
	Св. 100 до 500 включ.	34	5	16	14

Таблица 10 — Показатели точности метода при определении содержания полипептидных антибиотиков в молоке и молочных продуктах

Наименование аналита	Диапазон измерений содержания аналита, мкг/кг	Значение относительной расширенной неопределенности U_i, %	Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное стандартное отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Предел повторяемости, r, %
Бацитрацин А	От 5 до 50 включ.	52	20	25	55
	Св. 50 до 500 включ.	25	6	10	17
Бацитрацин В	От 1 до 10 включ.	63	18	30	50
	Св.10 до 100 включ.	22	7	10	19
Колистин А	От 5 до 50 включ.	48	11	23	30
	Св.50 до 500 включ.	22	7	10	19
Колистин В	От 3,75 до 15,00 включ.	42	11	20	30
	Св.15,00 до 375,00 включ.	33	7	16	19
Полимиксин В1	От 5 до 100 включ.	42	11	20	30
	Св. 100 до 500 включ.	21	7	10	19
Полимиксин В2	От 2,5 до 25,0 включ.	53	25	25	69
	Св.25,0 до 250,0 включ.	37	6	18	17
Виргиниамицин S1	От 5 до 70 включ.	62	20	30	55
	Св. 70 до 500 включ.	42	12	20	33
Виргиниамицин М1	От 5 до 50 включ.	52	20	25	55
	Св. 50 до 500 включ.	22	6	10	17
Актиномицин D	От 5 до 500 включ.	57	18	27	50
Новобиоцин	От 5 до 500 включ.	31	10	15	28

Таблица 11 — Показатели точности метода при определении содержания полипептидных антибиотиков в яйцах и яичных продуктах

Наименование аналита	Диапазон измерений содержания аналита, мкг/кг	Значение относительной расширенной неопределенности U_i, %	Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное стандартное отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Предел повторяемости r, %
Бацитрацин А	От 5 до 50 включ.	42	8	20	22
	Св. 50 до 500 включ.	38	7	18	19
Бацитрацин В	От 1 до 10 включ.	51	8	23	22
	Св.10 до 100 включ.	35	6	17	17
Колистин А	От 5 до 50 включ.	46	13	22	36
	Св. 50 до 500 включ.	33	9	16	25
Колистин В	От 3,75 до 15,00 включ.	45	12	20	33
	Св. 15,00 до 375,00 включ.	35	11	17	30
Полимиксин В1	От 5 до 100 включ.	54	13	26	36
	Св. 100 до 500 включ.	35	7	16	19
Полимиксин В2	От 2,5 до 25,0 включ.	65	25	31	69
	Св. 25,0 до 250,0 включ.	42	9	20	25
Виргиниамицин S1	От 5 до 70 включ.	43	13	21	36
	Св. 70 до 500 включ.	33	8	15	22
Виргиниамицин М1	От 5 до 500 включ.	35	7	16	19
Актиномицин D	От 5 до 50 включ.	46	11	22	30
	Св. 50 до 500 включ.	37	7	18	19
Новобиоцин	От 5 до 100 включ.	45	15	21	42
	Св. 100 до 500 включ.	37	7	18	19

11 Оформление результатов измерений

Содержание *i*-го аналита, мкг/кг, представляют в виде

$$\overline{X}_i \pm 0{,}01 \cdot U_i \cdot \overline{X}_i \text{ при } P = 0{,}95, \quad (4)$$

где $\overline{X}_i$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений содержания *i*-го аналита в анализируемой пробе, мкг/кг (см. 9.3);

U_i — значение относительной расширенной неопределенности содержания *i*-го аналита для соответствующего диапазона измерений, % (в соответствии с таблицами 8—11);

$0{,}01 \cdot U_i \cdot \overline{X}_i$ — значение расширенной неопределенности в абсолютных единицах, мкг/кг.

Числовое значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение расширенной неопределенности, содержащее не более трех значащих цифр и выраженное в микрограммах на килограмм (мкг/кг).

12 Контроль стабильности результатов измерений

Контроль стабильности результатов измерений в пределах лаборатории осуществляют по ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункт 6.2.3) с использованием контрольных карт Шухарта.

УДК 637.07:006.354

МКС 67.050
67.100
67.120.10
67.120.20

Ключевые слова: пищевые продукты, продовольственное сырье, полипептидные антибиотики, метод определения содержания с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

БЗ 11—2020

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 08.10.2020. Подписано в печать 14.10.2020. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,86.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

МКС 67.050
67.100
67.120.10
67.120.20

Изменение № 1 ГОСТ 34678—2020 Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания полипептидных антибиотиков с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 167-П от 17.11.2023)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 17216

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AM, BY, KG, KZ, RU, UZ [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Раздел 1. Второй абзац после слов «для бацитрацина А» дополнить словом: «(бацитрацина)».

Раздел 2 дополнить ссылкой: «ГОСТ 28311 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний».

Пункт 5.1. Третье перечисление изложить в новой редакции:

«- масс-спектрометр, оснащенный источником ионизации с электрораспылением, квадрупольными анализаторами, с диапазоном измерений от 25 до 1050 атомных единиц массы (а. е. м.) и относительным средним квадратическим отклонением выходного сигнала по площади пика не более 10 %, с режимом получения и анализа фрагментных ионов (режим MC/MC)»;

пятое перечисление после слова «хроматографическую» дополнить знаком сноски — *;

дополнить сноской *;

«———————

* Допускается применение хроматографических колонок, заполненных обращенно-фазным сорбентом С8 или С18 с диаметром частиц не более 5 мкм, длиной не менее 50 мм»;

седьмое перечисление изложить в новой редакции:

«- дозаторы механические одноканальные переменной вместимости 10—100, 20—200, 100—1000 мм^3, 1—5 см^3 по ГОСТ 28311»;

восьмое перечисление. Заменить значения: «от 10 °С до 200 °С» на «до 50 °С»;

десятое перечисление. Заменить слова: «картриджи для твердофазной экстракции*» на «картриджи готовые или набивные*»;

тринадцатое перечисление изложить в новой редакции:

«- встряхиватель (шейкер) для пробирок вибрационного, ротационного, линейного или орбитального типа»;

шестнадцатое перечисление изложить в новой редакции:

«- измельчитель-гомогенизатор лабораторный»;

двадцать второе перечисление изложить в новой редакции:

«- шкаф сушильный»;

дополнить перечислением:

«- систему получения инертного газа для концентрирования жидкостей».

Пункт 5.2. Пятое перечисление изложить в новой редакции:

«- азот газообразный технический 1-го сорта по ГОСТ 9293».

Пункт 6.2.7 (кроме наименования) изложить в новой редакции:

«В мерную колбу вместимостью 500 см^3 приливают 200—300 см^3 смеси метанола и деионизированной воды (см. 6.2.6), 0,25 см^3 муравьиной кислоты, доводят объем раствора до метки на колбе этой же смесью и перемешивают».

Пункт 7.2.1. Третий абзац изложить в новой редакции:

«Подготовка проб яиц, яичных продуктов, восстановление сухих яичных продуктов — по ГОСТ 31720».

———————

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2024—03—15.

Пункт 7.2.3 перед значением «40 °С» дополнить словами: «не более».

Раздел 10. Таблица 9. Наименование после слов «в мясе» дополнить словами: «и мясных продуктах».

Раздел 11 дополнить абзацем:

«В случае необходимости допускается представление результата измерений в мг/кг путем деления значения содержания *i*-го аналита, полученного в соответствии с 9.2, и значения расширенной неопределенности $0{,}01U_i \cdot \overline{X}_i$ в абсолютных единицах (мкг/кг) на 1000 (с сохранением количества значащих цифр)».

Раздел 12 (кроме наименования) изложить в новой редакции:

«Контроль стабильности результатов измерений осуществляют в соответствии с документами, утвержденными в лаборатории. Рекомендуется использование контрольных карт Шухарта в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6».

(ИУС № 3 2024 г.)

Поправка к Изменению № 1 ГОСТ 34678—2020 Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания полипептидных антибиотиков с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием
(см. ИУС № 3—2024)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств:	AM, BY, KG, KZ, RU, UZ	AM, BY, KG, KZ, RU, TJ, UZ

(ИУС № 5 2024 г.)

МКС 67.050
67.100
67.120.10
67.120.20

Изменение № 1 ГОСТ 34678—2020 Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания полипептидных антибиотиков с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 167-П от 17.11.2023)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 17216

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AM, BY, KG, KZ, RU, UZ [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Раздел 1. Второй абзац после слов «для бацитрацина А» дополнить словом: «(бацитрацина)».

Раздел 2 дополнить ссылкой: «ГОСТ 28311 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний».

Пункт 5.1. Третье перечисление изложить в новой редакции:

«- масс-спектрометр, оснащенный источником ионизации с электрораспылением, квадрупольными анализаторами, с диапазоном измерений от 25 до 1050 атомных единиц массы (а. е. м.) и относительным средним квадратическим отклонением выходного сигнала по площади пика не более 10 %, с режимом получения и анализа фрагментных ионов (режим MC/MC)»;

пятое перечисление после слова «хроматографическую» дополнить знаком сноски — *;

дополнить сноской *;

«———————

* Допускается применение хроматографических колонок, заполненных обращенно-фазным сорбентом С8 или С18 с диаметром частиц не более 5 мкм, длиной не менее 50 мм»;

седьмое перечисление изложить в новой редакции:

«- дозаторы механические одноканальные переменной вместимости 10—100, 20—200, 100—1000 мм^3, 1—5 см^3 по ГОСТ 28311»;

восьмое перечисление. Заменить значения: «от 10 °С до 200 °С» на «до 50 °С»;

десятое перечисление. Заменить слова: «картриджи для твердофазной экстракции*» на «картриджи готовые или набивные*»;

тринадцатое перечисление изложить в новой редакции:

«- встряхиватель (шейкер) для пробирок вибрационного, ротационного, линейного или орбитального типа»;

шестнадцатое перечисление изложить в новой редакции:

«- измельчитель-гомогенизатор лабораторный»;

двадцать второе перечисление изложить в новой редакции:

«- шкаф сушильный»;

дополнить перечислением:

«- систему получения инертного газа для концентрирования жидкостей».

Пункт 5.2. Пятое перечисление изложить в новой редакции:

«- азот газообразный технический 1-го сорта по ГОСТ 9293».

Пункт 6.2.7 (кроме наименования) изложить в новой редакции:

«В мерную колбу вместимостью 500 см^3 приливают 200—300 см^3 смеси метанола и деионизированной воды (см. 6.2.6), 0,25 см^3 муравьиной кислоты, доводят объем раствора до метки на колбе этой же смесью и перемешивают».

Пункт 7.2.1. Третий абзац изложить в новой редакции:

«Подготовка проб яиц, яичных продуктов, восстановление сухих яичных продуктов — по ГОСТ 31720».

———————

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2024—03—15.

Пункт 7.2.3 перед значением «40 °С» дополнить словами: «не более».

Раздел 10. Таблица 9. Наименование после слов «в мясе» дополнить словами: «и мясных продуктах».

Раздел 11 дополнить абзацем:

«В случае необходимости допускается представление результата измерений в мг/кг путем деления значения содержания *i*-го аналита, полученного в соответствии с 9.2, и значения расширенной неопределенности $0{,}01U_i \cdot \overline{X}_i$ в абсолютных единицах (мкг/кг) на 1000 (с сохранением количества значащих цифр)».

Раздел 12 (кроме наименования) изложить в новой редакции:

«Контроль стабильности результатов измерений осуществляют в соответствии с документами, утвержденными в лаборатории. Рекомендуется использование контрольных карт Шухарта в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6».

(ИУС № 3 2024 г.)

Поправка к ГОСТ 34678—2020 Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания полипептидных антибиотиков с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Украина	UA	Минэкономразвития Украины

(ИУС № 2 2021 г.)

Поправка к ГОСТ 34678—2020 Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания полипептидных антибиотиков с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения

(ИУС № 9 2022 г.)

gost.e-ecolog.ru