МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32834— 2022

ПРОДУКЦИЯ ПИЩЕВАЯ

Метод определения остаточного содержания антигельминтиков с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

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 января 2022 г. № 147-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
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 14 марта 2022 г. № 127-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32834—2022 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 15 июня 2022 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 32834—2014

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»

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2022



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 32834—2022 Продукция пищевая. Метод определения остаточного содержания антигельминтиков с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором

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

(ИУС № 9 2022 г.)

МКС 67.050, 67.100, 67.120.10, 67.120.20, 67.120.30

Поправка к ГОСТ 32834—2022 Продукция пищевая. Метод определения остаточного содержания антигельминтиков с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 5.1, первое перечисление	- весы неавтоматического действия высокого класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой погрешности взвешивания не более ±0,03 г;	- весы высокого (II) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с поверочным интервалом (*e*) не более 0,1 г и действительной ценой деления (*d*) не более 0,01 г;
второе перечисление	- весы специального (I) класса точности с пределами допускаемой погрешности взвешивания не более ±0,3 г;	- весы специального (I) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с поверочным интервалом (*e*) не более 1 мг и действительной ценой деления (*d*) не более 0,1 мг;

(ИУС № 6 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

ПРОДУКЦИЯ ПИЩЕВАЯ

Метод определения остаточного содержания антигельминтиков с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором

Food products. Method of determination of the anthelmintics by high performance liquid chromatography mass spectrometry

Дата введения — 2022—06—15

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую продукцию — молоко и молочные продукты, яйца, жидкие яичные продукты, мясо и мясные продукты (все виды животных), мясо и субпродукты птицы, рыбу и устанавливает метод высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием (далее — ВЭЖХ-МС/МС) для определения остаточного содержания антигельминтиков.

Диапазон измерений — от 1,0 до 1000,0 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 12.4.021 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 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4288—76 Изделия кулинарные и полуфабрикаты из рубленого мяса. Правила приемки и методы испытаний

ГОСТ 5848 Реактивы. Кислота муравьиная. Технические условия

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6995 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

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

ГОСТ 7636—85 Рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные и продукты их переработки. Методы анализа

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 9805 Спирт изопропиловый. Технические условия

ГОСТ 20469 Электромясорубки бытовые. 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 29245—91 Консервы молочные. Методы определения физических и органолептических показателей

ГОСТ 31339 Рыба, нерыбные объекты и продукция из них. Правила приемки и методы отбора проб

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 ю 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 антигельминтиков из анализируемой пробы ацетонитрилом с последующим определением их методом ВЭЖХ-МС/МС в режиме мониторинга выбранных реакций.

Количественное определение остаточного содержания антигельминтиков проводят методом внутреннего стандарта. В основе этого метода лежит зависимость соотношения площадей пиков основного ион-продукта аналита и внутреннего стандарта от соотношения массовой доли аналита к массовой доле внутреннего стандарта в матричных градуировочных растворах.

4 Условия выполнения измерений и требования безопасности

4.1 При определении содержания антигельминтиков необходимо соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . .от 15 ºС до 25 ºС;
- относительная влажность воздуха. . . . . от 20 % до 80 %.

Помещения и условия окружающей среды должны быть пригодными для осуществления лабораторной деятельности и не должны оказывать негативного влияния на достоверность получаемых результатов.

4.2 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 ве-

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

ществами, установленные ГОСТ 12.1.007. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

4.3 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.

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

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

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

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

5.1 Для определения содержания антигельминтиков 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 с диапазоном измерений от 5 до 800 атомных единиц массы (а. е. м.), массовым разрешением не менее 1 а. е. м., пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,5 а. е. м., режимом получения и анализа фрагментных ионов (режим МС/МС);
- систему высокоэффективной жидкостной хроматографии, оснащенную бинарным насосом со смесителем, термостатом хроматографической колонки, обеспечивающим температуру нагрева до (40 ± 1) °С;
- колонку хроматографическую* длиной 150 мм, диаметром не более 3,0 мм, заполненную обращенно-фазовым сорбентом с диаметром частиц не более 5,0 мкм;
- компьютер с установленным программным обеспечением для управления масс-спектрометром и обработки результатов измерений;
- встряхиватель (шейкер) вибрационный для пробирок;
- центрифугу лабораторную рефрижераторную со скоростью вращения не менее 4000 об/мин и диапазоном задаваемых температур от 4 °С до 20 °С, с адаптером для пробирок вместимостью 15 $см^3$;
- микроцентрифугу лабораторную рефрижераторную со скоростью вращения не менее 15 000 об/мин и диапазоном задаваемых температур от 4 °С до 20 °С, с адаптером для микроцентрифужных пробирок вместимостью 1,5 $см^3$;
- баню ультразвуковую с рабочей частотой не менее 20 кГц и объемом не менее 1 $дм^3$;
- мясорубку бытовую по ГОСТ 4025 или электромясорубку по ГОСТ 20469 с отверстиями решетки не более 4 мм;
- измельчитель-гомогенизатор лабораторный;
- шкаф сушильный с максимальной температурой нагрева не менее 250 °С и погрешностью поддержания заданной температуры ±5 °С;
- систему получения деионизированной воды высокой чистоты с удельным сопротивлением 18 Мом · см при температуре 20 °С;
- пробы, не содержащие антигельминтики, подготовленные и проанализированные ранее в соответствии с требованиями разделов 7 и 8, в зависимости от типа анализируемой матрицы («чистые» пробы**);

---

* Например, Zorbax SB—C18. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования других колонок с аналогичными характеристиками.

** Срок хранения «чистых» проб при температуре от минус 15 ºС до минус 25 ºС — не более 6 мес.

- холодильник бытовой с рабочим диапазоном температур от 2 °С до 8 °С;
- камеру лабораторную морозильную с рабочим диапазоном температур от минус 15 °С до минус 25 °С;
- регистратор (логгер) температуры и влажности;
- пробирки полипропиленовые вместимостью 15 $см^3$ с навинчиваемыми пластмассовыми крышками;
- виалы (флаконы) стеклянные вместимостью 2 $см^3$ с навинчиваемыми крышками и тефлоновыми прокладками диаметром 9 мм;
- пробирки полипропиленовые микроцентрифужные вместимостью 1,5 $см^3$;
- фильтры нейлоновые мембранные с размером диаметра пор не более 0,2 мкм;
- дозаторы механические одноканальные переменной вместимостью 1—10 $мм^3$, 10—100 $мм^3$, 100—1000 $мм^3$, 1—5 $см^3$;
- колбы Кн-1—250(1000)—14/23 ТС по ГОСТ 25336;
- пипетки 2-2-1-10 по ГОСТ 29227;
- колбы 2-10(100)-2 по ГОСТ 1770;
- цилиндры 1—50(1000)—2 по ГОСТ 1770;
- бутыли стеклянные с горловиной под крышку с винтовой резьбой вместимостью 500 и 1000 $см^3$.

5.2 При определении содержания антигельминтиков применяют следующие реактивы:

- обращенно-фазовый сорбент на основе силикагеля с привитыми цепочками C_{18}, обладающий гидрофобными свойствами с диаметром частиц от 5 до 70 мкм*;
- ацетон по ГОСТ 2603, ч. д. а.;
- ацетонитрил для ВЭЖХ (HPLS);
- кислоту муравьиную по ГОСТ 5848, ч. д. а.;
- воду деионизированную для ВЭЖХ;
- метанол-яд по ГОСТ 6995, х. ч.;
- спирт этиловый по ГОСТ 5962;
- диметилсульфоксид (ДМСО) с массовой долей основного вещества не менее 99,0 %;
- натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч.;
- магния сульфат безводный, х. ч.;
- спирт изопропиловый (пропанол-2) абсолютированный по ГОСТ 9805;
- н-гексан, с массовой долей основного вещества не менее 96 %;

5.3 При определении остаточного содержания антигельминтиков применяют следующие соединения.

5.3.1 Стандартные образцы антигельминтиков** с массовой долей основного вещества не менее 85,0 %:

- альбендазол, CAS 54965-21-8;
- альбендазола сульфон, CAS 75184-71-3;
- альбендазола сульфоксид, CAS 54029-12-8;
- альбендазола аминосульфон гидрохлорид, CAS 80983-34-2;
- никлозамид, CAS 73360-56-2;
- оксибендазол, CAS 20559-55-1;
- флюбендазол, CAS 31430-15-6;
- нитроксинил, CAS 1689-89-0;
- парбендазол, CAS 14255-87-9;
- гидроксимебендазол, CAS 60254-95-7;
- оксибендазола амин солянокислый, CAS 1538624-34-8;
- оксфендазола сульфон (фенбендазола сульфон), CAS 5429-20-8;
- рафоксанид, CAS 22662-39-1;
- гидрокситиабендазол, CAS 948-71-0;
- триклабендазол, CAS 68786-66-3;

---

* Например, сорбент Bondesil-C18, Agilent Technologies. Серийный номер — 12213013. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования других сорбентов с аналогичными характеристиками.

** Допускается использование растворов смеси антигельминтиков и их метаболитов с известной концентрацией.

- триклабендазола сульфон, CAS 106791-37-1;
- триклабендазола сульфоксид, CAS 100648-13-3;
- кетотриклабендазол, CAS 1201920-88-8;
- аминофлюбендазол, CAS 82050-13-3;
- клорсулон, CAS 60200-06-8;
- морантел, CAS 26155-31-7;
- нетобимин, CAS 88254-99-3;
- камбендазол, CAS 26097-80-3;
- клозантел, CAS 57808-65-8;
- левамизола (тетрамизола) гидрохлорид, CAS 16595-80-5;
- мебендазол, CAS 31431-39-7;
- аминомебендазол, CAS 52329-60-9;
- оксиклозанид, CAS 2277-92-1;
- оксфендазол, CAS 53716-50-0;
- пирантела памоат, CAS 22204-24-6;
- празиквантел, CAS 55268-74-1;
- тиабендазол, CAS 148-79-8;
- фебантел, CAS 58306-30-2;
- фенбендазол, CAS 43210-67-9.

5.3.2 Изотопно-меченые вещества*, применяемые в качестве внутренних стандартов с массовой долей основного вещества не менее 85,0 %:

- альбендазола сульфон-Д3, CAS 1448345-60-5;
- альбендазол-Д3, CAS 54965-21-8;
- альбендазола сульфоксид-Д3, CAS 1448346-38-0;
- триклабендазол-Д3, CAS 1353867-93-2;
- тиабендазол-13С6 (номер CAS не присвоен);
- фенбендазол-Д3, CAS 1228182-47-5;
- фенбендазола сульфон-Д3, CAS 1228182-49-7;
- оксфендазол-Д3, CAS 1228182-54-4;
- оксибендазол-Д7 CAS 1173019-44-7;
- оксибендазола амин-Д7, CAS 1448346-35-7;
- флюбендазол-Д3, CAS 1173021-08-3;
- мебендазол-Д3, CAS 1173021-87-8;
- гидроксимебендазол-Д3, CAS 1173020-86-4;
- камбендазол-Д7, CAS 1228182-48-6;
- тетрамизол-Д5 солянокислый, CAS 1173021-85-6;
- фебантел-Д6, CAS 1173021-79-8;
- нитроксинил-13С6, CAS 1325559-31-6;
- клорсулон-13С6, CAS 1325559-24-7;
- оксиклозанид-13С6, CAS 1353867-74-9;
- никлозамид-13С6, CAS 1325808-64-7;
- клозантел-13С6, CAS 1325559-20-3;
- рафоксанид-13С6, CAS 1353867-98-7.

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

* Допускается использование растворов смеси антигельминтиков и их метаболитов с известной концентрацией.

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 лабораторной посуды с последующей последовательной промывкой: однократно смесью спирт этиловый/деионизированная вода в объемном соотношении 1:1, после чего дважды — деионизированной водой.

6.1.3 Рекомендуется на стадиях промывки использовать ультразвуковую баню. Окончательную сушку посуды проводят в сушильном шкафу при температуре от 100 °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 мерный цилиндр вместимостью 1000 см^3 приливают 5 см^3 муравьиной кислоты, доводят до верхней метки деионизированной водой. Полученный раствор переносят в стеклянную бутыль, перемешивают и дегазируют в ультразвуковой бане в течение 5 мин.

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

6.2.1.2 Для приготовления подвижной фазы Б в мерный цилиндр вместимостью 1000 см^3 приливают 5 см^3 муравьиной кислоты, доводят до верхней метки метанолом. Полученный раствор переносят в стеклянную бутыль, перемешивают и дегазируют в ультразвуковой бане в течение 5 мин.

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

6.2.2 Приготовление смеси метанола и ДМСО в объемном соотношении 1:1

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 мерным цилиндром отмеривают 50 см^3 метанола и 50 см^3 ДМСО, перемешивают.

Используют свежеприготовленную смесь.

6.2.3 Приготовление промывочной смеси

В стеклянную бутыль вместимостью 500 см^3 мерным цилиндром отмеривают 200 см^3 ацетонитрила, 200 см^3 пропанола-2, 100 см^3 ацетона, перемешивают.

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

6.3 Приготовление матричных градуировочных растворов

6.3.1 Приготовление исходных растворов C_0 стандартов антигельминтиков массовыми концентрациями 1 мг/см^3

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

$$m_0 = \frac{m \cdot M_a \cdot P_a \cdot p}{M_c \cdot 100 \cdot C_0}, \quad (1)$$

где m — масса стандартного образца, г;

M_a — молярная масса чистого вещества, г/моль;

P_a — массовая доля основного вещества в стандартном образце, %;

p — плотность растворителя, г/см^3;

M_c — молярная масса аналита в солевой форме, г/моль;

* Допускается взятие навески стандартного образца, отличающейся от указанного диапазона в зависимости от фасовки и физико-химических свойств вещества.

100 — множитель для пересчета значения P_a из процентов в доли;

C_0 — концентрация раствора, г/см^3.

Затем растворы C_0 перемешивают и помещают в ультразвуковую баню на 5 мин.

Допускается приготовление растворов объемно-весовым методом.

Растворители для стандартных образцов антигельминтиков выбирают в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

Стандартный образец	Растворитель	Стандартный образец	Растворитель
Альбендазол	Метанол	Альбендазола сульфон	Смесь метанол/ДМСО (6.2.2)
Альбендазола сульфоксид		Мебендазол	
Альбендазола аминосульфон гидрохлорид		Оксибендазол	
Камбендазол		Оксфендазол	
Левамизола гидрохлорид		Флюбендазол	
Аминомебендазол		Клозантел	
Гидроксимебендазол		Никлозамид	
Оксибендазола амин солянокислый		Триклабендазола сульфон	
Оксфендазола сульфон (Фенбендазола сульфон)		Триклабендазола сульфоксид	
Парбендазол		Триклабендазол	
Пирантела памоат		Оксиклозанид	
Празиквантел		Рафоксанид	
Тиабендазол		Кетотриклабендазол	
Гидрокситиабендазол		Фенбендазол	
Фебантел		Клорсулон	
Аминофлюбендазол		Нитроксинил	
Морантел			
Нетобимин			

Плотность метанола, г/см^3, определяют в соответствии с таблицей 2, учитывая температуру окружающего воздуха в помещении.

Таблица 2

Температура окружающего воздуха в помещении, °С	Плотность метанола, г/см^3
15,0	0,7961
15,5	0,7956
16,0	0,7952
16,5	0,7947
17,0	0,7942
17,5	0,7938

Окончание таблицы 2

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

Для определения плотности смеси метанол/ДМСО (см. 6.2.2) в предварительно взвешенную на аналитических весах мерную колбу вместимостью 100 см^3 приливают до метки смесь метанол/ДМСО (см. 6.2.2), измеряют ее массу и вычисляют плотность p, г/см^3, по формуле

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

где m — масса смеси метанола/ДМСО, г.

Рекомендуется проводить данную процедуру при температуре (20 ± 5) °С.

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

Перед применением растворы C_0 выдерживают при температуре от 15 °С до 25 °С не менее 30 мин в воздушной среде, при необходимости используют перемешивание в ультразвуковой бане.

6.3.2 Приготовление рабочих растворов антигельминтиков C_1—C_3

Рабочие растворы C_1—C_3 готовят в мерных колбах вместимостью 10 см^3 в соответствии с рисунком 1.

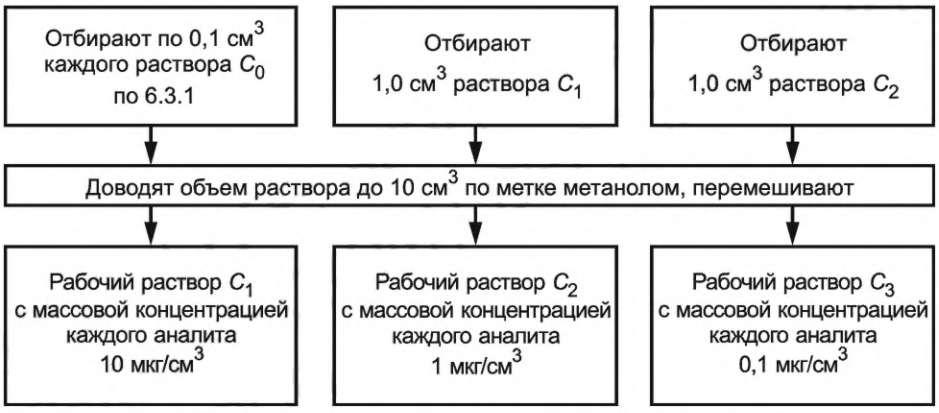


Рисунок 1 — Приготовление рабочих растворов C_1—C_3

Растворы C_1—C_2 хранят в полипропиленовых пробирках вместимостью 15 см^3 при температуре от минус 15 °С до минус 25 °С — не более 4 мес, раствор C_3 — не более одной недели.

6.3.3 Приготовление исходных растворов D_0 внутренних стандартов антигельминтиков массовыми концентрациями 1 мг/см^3

Для приготовления исходных растворов D_0 внутренних стандартов в отдельные полипропиленовые пробирки вместимостью 15 см^3 вносят по 4,0—6,0 мг* каждого стандартного образца и добавляют соответствующие растворители, массу которых вычисляют по формуле (1).

Допускается приготовление растворов внутренних стандартов объемно-весовым методом.

Растворители для внутренних стандартов антигельминтиков выбирают в соответствии с таблицей 3.

Таблица 3

Внутренний стандарт	Растворитель	Внутренний стандарт	Растворитель
Альбендазол-Д3	Метанол	Альбендазола сульфон-Д3	Смесь метанол/ДМСО (6.2.2)
Альбендазола сульфоксид-Д3		Оксибендазол-Д7	
Тиабендазол-13С6		Флюбендазол-Д3	
Тетрамизол-Д5 солянокислый		Триклабендазол-Д3	
Фенбендазола сульфон-Д3		Фенбендазол-Д3	
Оксфендазол-Д3		Мебендазол-Д3	
Камбендазол-Д7		Клорсулон-13С6	
Оксибендазола амин-Д7		Оксиклозанид-13С6	
Фебантел-Д6		Никлозамид-13С6	
Гидроксимебендазол-Д3		Клозантел-13С6	
		Рафоксанид-13С6	

Срок хранения растворов D_0 при температуре от минус 15 °С до минус 25 °С — не более двух лет.

Перед применением растворы D_0 выдерживают при температуре от 15 °С до 25 °С не менее 30 мин в воздушной среде, при необходимости используют перемешивание в ультразвуковой бане.

6.3.4 Приготовление рабочего раствора D_1 внутренних стандартов антигельминтиков массовыми концентрациями 10 мкг/см^3

Для приготовления рабочего раствора D_1 в мерную колбу вместимостью 10 см^3 переносят по 0,1 см^3 растворов D_0, доводят до метки метанолом и перемешивают.

6.3.5 Приготовление рабочего раствора D_2 внутренних стандартов антигельминтиков массовыми концентрациями 2 мкг/см^3

Для приготовления рабочего раствора D_2 в мерную колбу вместимостью 10 см^3 переносят 2,0 см^3 раствора D_1, доводят до метки метанолом и перемешивают.

Растворы D_1, D_2 хранят в полипропиленовых пробирках вместимостью 15 см^3 при температуре от минус 15 °С до минус 25 °С — не более 4 мес.

* Допускается взятие навески внутреннего стандарта, отличающейся от указанного диапазона в зависимости от фасовки и физико-химических свойств вещества.

6.3.6 Приготовление матричных градуировочных растворов G_1—G_6

Матричные градуировочные растворы G_1—G_6 готовят в полипропиленовых пробирках вместимостью 15 см^3 из «чистых» проб массой 1,0 г, в которые вносят рабочий раствор внутренних стандартов D_2 и рабочие растворы определяемых аналитов C_1—C_3 в соответствии с таблицей 4.

Таблица 4 — Приготовление матричных градуировочных растворов G_1—G_6

Обозначение и массовая доля матричного градуировочного раствора аналитов	Вносимый объем рабочего раствора, см^3			
	C_1	C_2	C_3	D_2
G_1 (1000 мкг/кг)	0,1	—	—	0,05
G_2 (100 мкг/кг)	—	0,10	—	0,05
G_3 (50 мкг/кг)	—	0,05	—	0,05
G_4 (10 мкг/кг)	—	—	0,10	0,05
G_5 (5 мкг/кг)	—	—	0,05	0,05
G_6 (1 мкг/кг)	—	—	0,01	0,05

Пробирки встряхивают в шейкере в течение 1—2 мин, выдерживают в темноте при температуре от 15 °С до 25 °С в течение 10 мин, добавляют 3 см^3 ацетонитрила и проводят дальнейшую обработку растворов согласно 7.2.2.

Срок хранения растворов G_1—G_6 при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 24 ч.

6.4 Установление градуировочной характеристики

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

6.4.2 Проводят измерения не менее четырех матричных градуировочных растворов, приготовленных по 6.3.6, в порядке возрастания их концентраций. Определяют времена удерживания ион-продуктов аналитов и их внутренних стандартов.

6.4.3 Вычисление площади пика проводят для каждого ион-продукта анализируемых аналитов и их внутренних стандартов. Количественное определение антигельминтиков проводят по одному, наиболее интенсивному, ион-продукту. Для подтверждения наличия антигельминтиков рассчитывают отношения площади пика двух ион-продуктов для каждого аналита в градуировочном растворе.

6.4.4 Градуировочную характеристику устанавливают в координатах «отношение площади пика наиболее интенсивного ион-продукта определяемого аналита к площади пика ион-продукта внутреннего стандарта этого аналита» — «массовая доля определяемого аналита в градуировочном растворе к массовой доле внутреннего стандарта этого аналита». При построении градуировочной характеристики используют линейную функцию вида $y = a + bx$, при этом квадрат коэффициента корреляции должен быть не менее 0,98.

Установление градуировочной характеристики проводят при каждой серии измерений.

6.4.5 При установлении градуировочной характеристики внутренние стандарты для антигельминтиков выбирают в соответствии с таблицей 5.

Таблица 5

Наименование антигельминтика	Наименование внутреннего стандарта антигельминтика
Левамизола (тетрамизола) гидрохлорид Альбендазола аминосульфон	Тетрамизол-Д5

Окончание таблицы 5

Наименование антигельминтика	Наименование внутреннего стандарта антигельминтика
Пирантел Гидрокситиабендазол Тиабендазол	Тиабендазол-13С6
Оксибендазола амин	Оксибендазола амин-Д7
Гидроксимебендазол	Гидроксимебендазол-Д3
Альбендазола сульфоксид	Альбендазола сульфоксид-Д3
Камбендазол	Камбендазол-Д7
Альбендазола сульфон	Альбендазола сульфон-Д3
Аминофлюбендазол	Флюбендазол-Д3
Оксфендазол	Оксфендазол-Д3
Оксфендазола сульфон	Фенбендазола сульфон-Д3
Парбендазол Альбендазол Морантел Нетобимин	Альбендазол-Д3
Мебендазол Аминомебендазол	Мебендазол-Д3
Флюбендазол	Флюбендазол-Д3
Фенбендазол	Фенбендазол-Д3
Фебантел Празиквантел	Фебантел-Д6
Никлозамид	Никлозамид-13С6
Триклабендазола сульфоксид Триклабендазола сульфон Триклабендазол Кетотриклабендазол	Триклабендазол-Д3
Нитроксинил	Нитроксинил-13С6
Клорсулон	Клорсулон-13С6
Оксиклозанид	Оксиклозанид-13С6
Клозантел	Клозантел-13С6
Рафоксанид	Рафоксанид-13С6

7 Отбор и подготовка 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 рыбы — по ГОСТ 31339.

7.1.4 Отбор проб колбасных изделий и продуктов из свинины, баранины, говядины и мяса других видов убойных животных и птиц — по ГОСТ 9792, кулинарных изделий и полуфабрикатов из рубленого мяса — по ГОСТ 4288.

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

7.1.6 Отбор проб молока и молочных продуктов — по ГОСТ 26809.1.

7.1.7 Пробы, отобранные по 7.1.1—7.1.3, при отсутствии возможности анализа в день отбора замораживают и хранят при температуре от минус 15 °С до минус 25 °С до проведения анализа.

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).

Подготовку проб рыбы проводят по ГОСТ 7636—85 (раздел 2).

Подготовку проб кулинарных изделий и полуфабрикатов из рубленого мяса проводят по ГОСТ 4288—76 (пункт 2.4.2).

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

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

7.2.2 Взвешивают 1,0 г гомогенизированной пробы в полипропиленовой пробирке вместимостью 15 $см^3$, пипеточными дозаторами вносят 0,05 $см^3$ раствора внутренних стандартов D_2 (см. 6.3.5) и 3 $см^3$ ацетонитрила. Пробирку помещают в шейкер, осторожно добавляют 0,8 г безводного сульфата магния и 0,2 г хлорида натрия при непрерывном перемешивании и оставляют на 15 мин в шейкере для экстракции. Затем центрифугируют при 4000 об/мин в течение 15 мин при температуре 4 °С. Сливают надосадочный слой в новую полипропиленовую пробирку вместимостью 15 $см^3$, добавляют 3 $см^3$ *н*-гексана и помещают на 5 мин в шейкер. Центрифугируют при 4000 об/мин в течение 10 мин при температуре 20 °С и отбрасывают *н*-гексан.

Отбирают 1 $см^3$ экстракта в микроцентрифужную пробирку вместимостью 1,5 $см^3$, в которую предварительно вносят 150 мг безводного сульфата магния и 50 мг обращенно-фазового сорбента С18. Пробирку помещают на 5 мин в шейкер и затем центрифугируют при 15 000 об/мин в течение 10 мин.

Отбирают 0,5 $см^3$ верхнего слоя, фильтруют через мембранный фильтр в виалу, добавляют 0,5 $см^3$ раствора подвижной фазы А (см. 6.2.1.1) и используют для ВЭЖХ-МС/МС анализа в режиме регистрации отрицательных ионов.

Для ВЭЖХ-МС/МС анализа в режиме регистрации положительных ионов отбирают в виалу 0,3 $см^3$ раствора, предварительно подготовленного для анализа в режиме регистрации отрицательных ионов, затем добавляют 0,5 $см^3$ раствора подвижной фазы А (см. 6.2.1.1).

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.

Регистрацию положительных и отрицательных ионов осуществляют путем двух последовательных измерений.

8.1.2 Например, для колонки длиной 150 мм, диаметром не более 3,0 мм, с обращенно-фазовым сорбентом с размером частиц не более 5,0 мкм соблюдают следующие условия хроматографического анализа:

- температура колонки — 40 °С;
- скорость потока подвижной фазы — 0,2 $см^3$/мин;

- объем вводимой пробы — 10 мм^3.

8.1.3 Разделение проводят в режиме градиентного элюирования (приготовление подвижных фаз А и Б по 6.2.1). Перед началом каждого нового измерения рекомендуется проводить промывку иглы автоматического пробоотборника промывочной смесью (см. 6.2.3).

Разделение аналитов в режиме регистрации положительных ионов проводят в соответствии с таблицей 6.

Таблица 6

Время, мин	Подвижная фаза А, %	Подвижная фаза Б, %
0,0	90	10
2,0	90	10
26,0	0	100
26,1	90	10
35,0	90	10

Разделение аналитов в режиме регистрации отрицательных ионов проводят в соответствии с таблицей 7.

Таблица 7

Время, мин	Подвижная фаза А, %	Подвижная фаза Б, %
0,0	90	10
1,0	90	10
6,0	0	100
13,0	0	100
13,1	90	10
21,1	90	10

8.1.4 Общие параметры настройки масс-спектрометрического детектора:

- режим работы источника — ионизация электорспреем, ESI;
- напряжение на распыляющем капилляре (IS) — 4500 В при регистрации положительных ионов (минус 4500 В при регистрации отрицательных ионов);
- температура источника — 500 °С;
- разрешение квадруполей Q1/Q3 — единичное.

8.1.5 Значения абсолютного времени удерживания, параметры настройки масс-спектрометрического детектора для анализируемых аналитов и соответствующих внутренних стандартов приведены в таблицах 8 и 9.

Таблица 8 — Параметры настройки масс-спектрометрического детектора для регистрации положительных ионов в режиме мониторинга выбранных реакций (MRM)

Аналит	Время удерживания, мин	Ион-предшественник, *m/z*	Ион-продукт, *m/z*	Потенциал деклас-тери-зации, В	Энергия соударений, эВ	Ускоряющее напряжение на выходе из ячейки столкновений, В
Гидрокситиабендазол	10,8	218,0	191,0/147,1	90	35/45	20/21
Левамизола (тетрамизола) гидрохлорид	10,1	205,2	178,1/123,2	70	33/37	19/18

Продолжение таблицы 8

Аналит	Время удерживания, мин	Ион-предшественник, *m/z*	Ион-продукт, *m/z*	Потенциал декластеризации, В	Энергия соударений, эВ	Ускоряющее напряжение на выходе из ячейки столкновений, В
Тетрамизол-Д5* солянокислый	10,1	210,1	183,0	50	31	10
Альбендазола аминосульфон	11,5	240,1	198,1/133,2	80	26/39	21/14
Пирантела памоат	11,3	207,1	150,2/136,2	90	37/41	22/19
Тиабендазол	11,8	202,1	175,1/131,2	80	35/44	25/19
Тиабендазол-13С6*	11,8	208,1	181,1/137,2	84	34/36	19
Альбендазола сульфоксид	14,5	282,2	240,1/208,1	68	19/33	26/22
Альбендазола сульфоксид-Д3*	14,5	285,1	243,1	63	18	25
Морантел	13,3	221,1	164,2/123,1	100	38/51	17
Аминомебендазол	16,0	238,2	105,1/77,1	120	34/51	14/18
Альбендазола сульфон	16,1	298,1	266,3/159,2	100	38/80	12/24
Альбендазола сульфон-Д3*	16,1	301,2	159,2	87	50	17
Оксибендазола амин	16,3	92,2	150,2/108,1	56	29/43	21/14
Оксибендазола амин-Д7*	16,3	199,1	151,2	110	32	22
Гидроксимебендазол	16,1	298,1	266,1/79,2	100	31/54	28/33
Гидроксимебендазол-Д3*	16,1	301,2	220,2	100	61	23
Аминофлюбендазол	16,9	256,1	123,1/95,1	66	38/56	27/28
Камбендазол	16,8	303,0	261,1/217,1	72	25/38	15/23
Камбендазол-Д7	16,8	310,0	262,1	70	27	15
Оксфендазол	16,5	316,2	191,0/159,2	80	30/46	28/23
Оксфендазол-Д3*	16,5	319,1	194,1	100	31	26
Оксибендазол	17,2	250,2	218,1/176,0	70	25/38	23/19
Оксибендазол Д7*	17,2	257,1	225,2	97	28	24
Оксфендазола сульфон	18,5	332,2	300,2/159,2	60	32/55	32/17
Фенбендазола сульфон-Д3*	18,5	335,1	300,1	70	33	32
Нетобимин	19,4	421,1	389,1/213,2	115	23/30	31/12
Мебендазол	19,5	296,1	264,1/105,1	80	29/45	28/14

Продолжение таблицы 8

Аналит	Время удерживания, мин	Ион-предшественник, *m/z*	Ион-продукт, *m/z*	Потенциал деклaстеризации, В	Энергия соударений, эВ	Ускоряющее напряжение на выходе из ячейки столкновений, В
Мебендазол-Д3*	19,5	299,1	264,1	70	31	28
Флюбендазол	20,0	314,1	282,1/123,1	96	30/49	16/18
Флюбендазол-Д3*	20,0	317,1	282,1	106	33	16
Альбендазол	19,6	266,1/288,2	191,1/240,1	70	26/42	25/21
Альбендазол-Д3*	19,6	269,2	191,0	70	44	11
Парбендазол	18,2	248,2	216,1/173,2	90	26/43	23/18
Фенбендазол	22,0	300,0	268,1/159,2	86	49/30	18/29
Фенбендазол-Д3*	22,0	303,0	268,1	86	32	28
Празиквантел	24,0	313,2	203,1/83,2	80	23/33	22/21
Фебантел	26,0	447,1	415,1/383,0	80	19/28	40/44
Фебантел-Д6	26,0	453,1	383,1	135	28	22

* Внутренний стандарт.

Примечание — Выдержка — 40 мс.

Таблица 9 — Параметры настройки масс-спектрометрического детектора для регистрации отрицательных (–) ионов в режиме мониторинга выбранных реакций (MRM)

Аналит	Время удерживания, мин	Ион-предшественник, *m/z*	Ион-продукт, *m/z*	Потенциал деклас-теризации, В	Энергия соударений, эВ	Ускоряющее напряжение на выходе из ячейки столкновений, В
Клорсулон	11,4	377,9/379,9	341,9/343,9	–60	–15,0/–13,0	–13
Клорсулон-13С6*	11,4	386,0	350,1	–60	–21,0	–17
Нитроксинил	10,7	288,9	162,9/126,8	–56	–31,0/–29,0	–12/–16
Нитроксинил-13С6*	10,7	295,0	126,4	–60	–23,0	–16
Кетотриклабендазол	13,2	327,1	182,0/146,0	–120	–33,1/–23,7	–18/–22
Триклабендазола сульфоксид	13,4	373,1	358,0/212,9	–54	–28,0/–45,0	–27/–21
Триклабендазола сульфон	13,4	391,0/389,0	312,1/309,9	–88	–38,0/–37,0	–25/–31
Оксиклозанид	13,0	399,9	175,9/201,9	–100	–34,0/–30,0	–15/–23
Оксиклозанид-13С6*	13,0	403,9 /406,2	175,9/370,0	–80/–120	–34,0/–25,0	–9/–18
Триклабендазол	14,3	357,1	341,9 /212,0	–80	–32,0/–35,0	–26/–20
Триклабендазол-Д3*	14,3	362,1	344,0/197,0	–60	–33,0/–47,0	–35/–23

Окончание таблицы 9

Аналит	Время удерживания, мин	Ион-предшественник, *m/z*	Ион-продукт, *m/z*	Потенциал деклас-теризации, В	Энергия соударений, эВ	Ускоряющее напряжение на выходе из ячейки столкновений, В
Никлозамид	14,0	325,0	289,0 /171,0	–62	–24,0/–40,0	–22/–16
Никлозамид-13С6*	14,0	331,0	177,0	–120	–41,0	–16
Клозантел	13,9	661,0	344,9 /315,0	–60	–50,0/–48,0	–20/–20
Клозантел-13С6*	13,9	666,6	126,9/351,1	–40	–65,0/–47,0	–17/–13
Рафоксанид	15,2	623,8	344,9 /126,9	–90	–46,0/–69,0	–36/–16
Рафоксанид-13С6*	15,2	629,8	351,0	–90	–47,0	–15

* Внутренний стандарт.

Примечание — Выдержка — 50 мс.

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

8.1.6 Относительное отклонение времени удерживания антигельминтиков в анализируемых пробах от градуировочных данных не должно превышать 2,5 %.

8.2 ВЭЖХ-МС/МС измерение

8.2.1 Для измерения остаточного содержания антигельминтиков проводят ВЭЖХ-МС/МС анализ в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации применяемого оборудования в условиях хроматографических измерений с параметрами, указанными в 8.1.

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

- подвижную фазу А (см. 6.2.1.1);
- «чистую» пробу (см. 5.1);
- матричные градуировочные растворы (см. 6.3.6);
- экстракты анализируемых проб, приготовленных по 7.2.

8.2.3 Определяют и регистрируют на хроматограмме времена удерживания пиков двух ион-продуктов каждого аналита, соответствующие времени удерживания, найденному при измерении градуировочных растворов по 8.1.3.

Если одному аналиту соответствуют два иона-предшественника с различным отношением массы к заряду, что обусловлено химической структурой этих соединений, то количественная оценка проводится по наиболее интенсивному MRM-переходу ион-предшественник/ион-продукт. Второй MRM-переход является подтверждающим.

9 Обработка результатов измерений

9.1 В соответствии с данными, полученными при измерении градуировочных растворов, проводят количественную обработку хроматограмм с использованием программного обеспечения. Метод обработки хроматограмм — внутренний стандарт.

9.2 Вычисления содержания аналита выполняются системой обработки данных в автоматическом режиме.

9.3 Вычисление площади пика проводят по ион-продукту с более интенсивным сигналом для каждого антигельминтика. Отклонения относительных ионных интенсивностей ионов в анализируемой пробе (отношение пика площади менее интенсивного иона-продукта к пику площади более интенсивного иона-продукта, выраженное в процентах) от относительных ионных интенсивностей ионов, полученных при анализе градуировочных растворов, не должны превышать значений, указанных в таблице 10.

Таблица 10 — Допустимые отклонения относительных ионных интенсивностей

Относительная ионная интенсивность (% от основного ион-продукта)	Максимально допустимые отклонения для ВЭЖХ-МС/МС детектирования, %
Св. 50	±20
Св. 20 до 50 включ.	±25
Св. 10 до 20 включ.	±30
Менее 10 включ.	±50

9.4 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений анализируемой пробы, выраженное в микрограммах на килограмм (мкг/кг). Для этого выполняют минимум по одной инжекции для каждого параллельного измерения.

Полученные среднеарифметические значения двух параллельных измерений анализируемой пробы округляют:

- в диапазоне значений от 1 до 100 мкг/кг включительно — до первого десятичного знака после запятой;
- в диапазоне значений от 100 до 1000 мкг/кг включительно — до целого числа.

10 Метрологические характеристики

Установленный в настоящем стандарте метод обеспечивает выполнение измерений массовой доли антигельминтиков с относительной расширенной неопределенностью результатов аналитических измерений, указанной в таблице 11 (при коэффициенте охвата $k = 2$).

Таблица 11

Аналит	Диапазон измерений содержания аналитов, мкг/кг	Значение относительной расширенной неопределенности U_i, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное стандартное отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Предел повторяемости r, %
Левамизола (тетрамизола) гидрохлорид	От 1,0 до 10,0 включ.	33	5	15	14
	Св. 10 до 100 включ.	24	3	12	8
	Св. 100 до 1000 включ.	13	2	7	6
Альбендазола аминосульфон	От 1,0 до 10,0 включ.	35	4	17	11
	Св. 10 до 100 включ.	25	3	13	8
	Св. 100 до 1000 включ.	11	2	6	6
Гидрокситиабендазол	От 1,0 до 10,0 включ.	35	4	17	11
	Св. 10 до 100 включ.	20	3	15	8
	Св. 100 до 1000 включ.	10	2	5	6

Продолжение таблицы 11

Аналит	Диапазон измерений содержания аналитов, мкг/кг	Значение относительной расширенной неопределенности U_i, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное стандартное отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Предел повторяемости r, %
Пирантел	От 1,0 до 10,0 включ.	35	6	17	17
	Св. 10 до 100 включ.	12	3	6	8
	Св. 100 до 1000 включ.	10	2	5	6
Амино-мебендазол	От 1,0 до 10,0 включ.	35	5	17	14
	Св. 10 до 100 включ.	20	4	10	11
	Св. 100 до 1000 включ.	8	3	4	8
Тиабендазол	От 1,0 до 10,0 включ.	30	6	15	17
	Св. 10 до 100 включ.	18	4	9	11
	Св. 100 до 1000 включ.	18	3	9	8
Альбендазола сульфон	От 1,0 до 10,0 включ.	38	6	19	17
	Св. 10 до 100 включ.	35	4	17	11
	Св. 100 до 1000 включ.	11	3	5,5	8
Оксибендазол	От 1,0 до 10,0 включ.	35	12	17	33
	Св. 10 до 100 включ.	20	10	10	28
	Св. 100 до 1000 включ.	14	6	7	17
Альбендазол	От 1,0 до 10,0 включ.	29	4	14	11
	Св. 10 до 100 включ.	20	4	10	11
	Св. 100 до 1000 включ.	15	3	7	8

Продолжение таблицы 11

Аналит	Диапазон измерений содержания аналитов, мкг/кг	Значение относительной расширенной неопределенности U_i, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное стандартное отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Предел повторяемости r, %
Альбендазола сульфоксид	От 1,0 до 10,0 включ.	40	7	20	19
	Св. 10 до 100 включ.	20	6	10	17
	Св. 100 до 1000 включ.	13	5	7	14
Амино-флюбендазол	От 1,0 до 10,0 включ.	43	7	22	19
	Св. 10 до 100 включ.	30	11	15	30
	Св. 100 до 1000 включ.	20	5	10	14
Оксфендазол	От 1,0 до 10,0 включ.	35	11	17	30
	Св. 10 до 100 включ.	30	7	15	19
	Св. 100 до 1000 включ.	22	5	11	14
Мебендазол	От 1,0 до 10,0 включ.	40	10	20	28
	Св. 10 до 100 включ.	30	9	15	25
	Св. 100 до 1000 включ.	20	7	10	19
Флюбендазол	От 1,0 до 10,0 включ.	33	11	16	30
	Св. 10 до 100 включ.	28	6	11	17
	Св. 100 до 1000 включ.	20	4	10	11
Фенбендазол	От 1,0 до 10,0 включ.	38	7	19	19
	Св. 10 до 100 включ.	28	6	14	17
	Св. 100 до 1000 включ.	23	3	12	8

Продолжение таблицы 11

Аналит	Диапазон измерений содержания аналитов, мкг/кг	Значение относительной расширенной неопределенности U_i, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное стандартное отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Предел повторяемости r, %
Гидрокси-мебендазол	От 1,0 до 10,0 включ.	35	8	17	22
	Св. 10 до 100 включ.	29	6	14	17
	Св. 100 до 1000 включ.	15	4	7	11
Парбендазол	От 1,0 до 10,0 включ.	35	12	19	33
	Св. 10 до 100 включ.	30	9	15	25
	Св. 100 до 1000 включ.	17	6	8	17
Камбендазол	От 1,0 до 10,0 включ.	28	10	14	28
	Св. 10 до 100 включ.	20	6	10	17
	Св. 100 до 1000 включ.	20	5	10	14
Морантел	От 1,0 до 10,0 включ.	31	10	16	28
	Св. 10 до 100 включ.	19	6	8	17
	Св. 100 до 1000 включ.	14	4	7	11
Нетобимин	От 1,0 до 10,0 включ.	29	9	14	25
	Св. 10 до 100 включ.	18	5	9	14
	Св. 100 до 1000 включ.	18	4	9	11
Празиквантел	От 1,0 до 10,0 включ.	35	11	17	30
	Св. 10 до 100 включ.	20	8	10	22
	Св. 100 до 1000 включ.	16	5	8	14

Продолжение таблицы 11

Аналит	Диапазон измерений содержания аналитов, мкг/кг	Значение относительной расширенной неопределенности U_i, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное стандартное отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Предел повторяемости r, %
Оксибендазола амин	От 1,0 до 10,0 включ.	34	11	17	30
	Св. 10 до 100 включ.	16	6	8	17
	Св. 100 до 1000 включ.	12	4	6	11
Оксфендазола сульфон	От 1,0 до 10,0 включ.	40	10	10	28
	Св. 10 до 100 включ.	20	6	10	17
	Св. 100 до 1000 включ.	18	4	9	11
Фебантел	От 1,0 до 10,0 включ.	30	9	14	25
	Св. 10 до 100 включ.	18	7	9	19
	Св. 100 до 1000 включ.	16	5	8	14
Триклабендазола сульфон	От 1,0 до 10,0 включ.	29	6	15	17
	Св. 10 до 100 включ.	20	5	10	14
	Св.100 до 1000 включ.	16	5	8	14
Триклабендазола сульфоксид	От 1,0 до 10,0 включ.	42	10	21	28
	Св. 10 до 100 включ.	18	6	9	17
	Св. 100 до 1000 включ.	16	5	8	14
Никлозамид	От 1,0 до 10,0 включ.	36	16	18	44
	Св. 10 до 100 включ.	20	8	10	22
	Св. 100 до 1000 включ.	11	5	6	14

Продолжение таблицы 11

Аналит	Диапазон измерений содержания аналитов, мкг/кг	Значение относительной расширенной неопределенности U_i, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное стандартное отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Предел повторяемости r, %
Оксиклозанид	От 1,0 до 10,0 включ.	35	14	18	39
	Св. 10 до 100 включ.	25	11	13	30
	Св. 100 до 1000 включ.	23	8	12	22
Триклабендазол	От 1,0 до 10,0 включ.	40	11	20	30
	Св. 10 до 100 включ.	26	9	13	25
	Св. 100 до 1000 включ.	23	5	12	14
Клозантел	От 1,0 до 10,0 включ.	40	11	20	30
	Св. 10 до 100 включ.	25	9	14	25
	Св. 100 до 1000 включ.	20	5	10	14
Кетотрикла-бендазол	От 1,0 до 10,0 включ.	33	10	17	28
	Св. 10 до 100 включ.	26	9	13	25
	Св. 100 до 1000 включ.	20	5	10	14
Клорсулон	От 1,0 до 10,0 включ.	39	14	20	39
	Св. 10 до 100 включ.	26	12	13	33
	Св. 100 до 1000 включ.	18	6	9	17
Нитроксинил	От 1,0 до 10,0 включ.	39	13	19	36
	Св. 10 до 100 включ.	29	11	15	30
	Св. 100 до 1000 включ.	20	5	10	14

Окончание таблицы 11

Аналит	Диапазон измерений содержания аналитов, мкг/кг	Значение относительной расширенной неопределенности U_i, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное стандартное отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Предел повторяемости r, %
Рафоксанид	От 1,0 до 10,0 включ.	43	13	22	36
	Св. 10 до 100 включ.	29	10	14	28
	Св. 100 до 1000 включ.	24	6	12	17
Примечание — Значения относительной расширенной неопределенности соответствуют границам относительной погрешности результатов измерений при P = 0,95.					

11 Оформление результатов измерений

Массовую долю i-го антигельминтика, мкг/кг, при P = 0,95 представляют в виде

$$\overline{X}_i \pm 0{,}01 \cdot U_i \cdot \overline{X}_i, \quad (3)$$

где $\overline{X}_i$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений массовой доли i-го антигельминтика в анализируемой пробе, мкг/кг;

U_i — значение относительной расширенной неопределенности массовой доли i-го антигельминтика для соответствующего диапазона измерений, % (см. таблицу 11).

12 Контроль стабильности результатов измерений

Контроль стабильности результатов измерений в пределах лаборатории рекомендуется осуществлять по ГОСТ ИСО 5725-6-2003 (пункт 6.2.3) в ходе анализа каждой серии с использованием контрольных карт Шухарта.

УДК 637:614.3:006.354

МКС 67.050
67.100
67.120.10
67.120.20
67.120.30

Ключевые слова: пищевая продукция, антигельминтики, метод определения содержания с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

Редактор *З.А. Лиманская*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 15.03.2021. Подписано в печать 24.03.2021. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,77.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Поправка к ГОСТ 32834—2022 Продукция пищевая. Метод определения остаточного содержания антигельминтиков с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором

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

(ИУС № 9 2022 г.)

МКС 67.050, 67.100, 67.120.10, 67.120.20, 67.120.30

Поправка к ГОСТ 32834—2022 Продукция пищевая. Метод определения остаточного содержания антигельминтиков с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 5.1, первое перечисление	- весы неавтоматического действия высокого класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой погрешности взвешивания не более ±0,03 г;	- весы высокого (II) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с поверочным интервалом (*e*) не более 0,1 г и действительной ценой деления (*d*) не более 0,01 г;
второе перечисление	- весы специального (I) класса точности с пределами допускаемой погрешности взвешивания не более ±0,3 г;	- весы специального (I) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с поверочным интервалом (*e*) не более 1 мг и действительной ценой деления (*d*) не более 0,1 мг;

(ИУС № 6 2024 г.)

gost.e-ecolog.ru