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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34889— 2022

МЕД НАТУРАЛЬНЫЙ

Определение массовой доли инсектицидов методом газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

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 августа 2022 г. № 153-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
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Институт стандартизации Молдовы
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 сентября 2022 г. № 1028-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34889—2022 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 марта 2023 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»

© 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 34889—2022 Мед натуральный. Определение массовой доли инсектицидов методом газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(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

МЕД НАТУРАЛЬНЫЙ

Определение массовой доли инсектицидов методом газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

Natural honey. Determination of insecticides by gas chromatography/mass spectrometry

Дата введения — 2023—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на натуральный мед и устанавливает метод газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием для определения массовой доли амитраза, кумафоса, т-флувалината, ацетамиприда, тиаклоприда, тиаметоксама в диапазоне измерений каждого инсектицида от 0,01 до 1,00 мг/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 12.2.007.0 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

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

ГОСТ 19792—2017 Мед натуральный. Технические условия

ГОСТ 28311 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ ИСО 5725-1* Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

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

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002.

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002.

Издание официальное

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 инсектицидов из анализируемой пробы меда ацетонитрилом с последующей очисткой методом дисперсионной твердофазной экстракции, концентрировании экстракта и количественном определении инсектицидов газожидкостной хроматографией с масс-спектрометрическим детектором.

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

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

4.4 При работе с электроприборами следует соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.2.007.0, правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением — по ГОСТ 12.2.085 и инструкции по эксплуатации прибора.

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

4.6 При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . от 15 °С до 30 °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . от 20 % до 80 %.

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

5.1 Для определения массовой доли инсектицидов применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование и посуду:

- весы лабораторные специального или высокого класса точности с ценой деления не более 0,1 мг;
- дозаторы механические одноканальные переменной вместимости 1—10, 10—100, 100—1000 мм^3, 1—5 см^3 по ГОСТ 28311;
- хромато-масс-спектрометр высокого или низкого разрешения, позволяющий вести регистрацию отдельных ионов с заданными массами в диапазоне от 50 до 850 а. е. м. при ионизации пробы в режиме электронного удара или химической ионизации, оборудованный автоинжектором;
- колонку хроматографическую* длиной не менее 30 м, диаметром 0,25 мм с неподвижной полярной фазой толщиной 0,25 мкм;

* Например, колонку типа DB-5. Указанный тип колонки является рекомендуемым. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования других типов с аналогичными характеристиками.

- компьютер с установленным программным обеспечением для управления хромато-масс-спектрометром и обработки результатов измерений;
- модуль термостатируемый нагревательный с системой отдувки растворителей инертным газом и температурой термостатирования от 10 °С до 200 °С;
- 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 адаптерами для пробирок вместимостью 15 и 50 $см^3$;
- систему получения деионизированной воды высокой чистоты с удельным сопротивлением не более 18,2 МОм · см при температуре 20 °С;
- холодильник бытовой с рабочим диапазоном температур от 2 °С до 8 °С;
- регистратор (логгер) температуры и влажности;
- виалы для хроматографа с коническим дном вместимостью 1,5 $см^3$, с навинчиваемыми крышками и тефлоновыми прокладками;
- пробирки полипропиленовые вместимостью 15 и 50 $см^3$;
- колбы 2—10—2 по ГОСТ 1770;
- цилиндр 1—10—2 по ГОСТ 1770;
- емкости из темного стекла с притертыми крышками.

5.2 Для определения массовой доли инсектицидов применяют следующие материалы и реактивы:

- пробы меда, не содержащие инсектицидов, подготовленные и проанализированные ранее в соответствии с требованиями разделов 7 и 8, («чистые» пробы*);
- магния сульфат безводный с массовой долей основного вещества не менее 95,0 %;
- натрия ацетат с массовой долей основного вещества не менее 99,0 %;
- обращенно-фазовый сорбент С18;
- сорбент PSA для ионообменной хроматографии;
- гелий газообразный (сжатый) марки 6.0, высокой чистоты;
- азот газообразный марки 60 по ГОСТ 9293, ос. ч.;
- ацетонитрил для высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) (HPLS);
- воду деионизированную для ВЭЖХ.

5.3 При определении массовой доли инсектицидов в качестве образцов сравнения применяют следующие соединения с массовой долей основного вещества не менее 95,0 %:

- амитраз, CAS 33089-61-1;
- кумафос, CAS 56-72-4;
- т-флувалинат, CAS 102851-06-9;
- ацетамиприд, CAS 160430-64-8;
- тиаклоприд, CAS 111988-49-9;
- тиаметоксам, CAS 153719-23-4.

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

6 Подготовка к проведению измерений

6.1 Приготовление рабочих растворов стандартов инсектицидов

6.1.1 Приготовление исходных растворов C_0 стандартов анализируемых соединений с массовыми концентрациями 1 мг/$см^3$

Для приготовления исходных растворов C_0 массы стандартов инсектицидов m_i, мг, эквивалентные 10,0 мг, с учетом содержания основного вещества для каждого определяемого аналита, вычисляют по формуле

* Срок хранения «чистых» проб при температуре от 2 °С до 8 °С не ограничен.

$$m_i = \frac{10}{P_i} \cdot 100, \quad (1)$$

где P_i — массовая доля основного вещества в i-м образце стандарта, %.

Взвешивание образцов стандартов с вычисленными массами проводят с точностью до первого десятичного знака. В отдельные мерные колбы вместимостью 10 см^3 каждая вносят вычисленные массы соответствующих образцов стандартов, приливают по 5 см^3 ацетонитрила, перемешивают до полного растворения. После чего доводят объемы растворов до метки ацетонитрилом.

Срок хранения растворов в плотно закрывающихся стеклянных емкостях при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 6 мес.

Перед применением растворы выдерживают в воздушной среде при температуре от 15 °С до 30 °С не менее 10 мин.

6.1.2 Приготовление рабочего раствора C_1 инсектицидов с массовой концентрацией каждого аналита 10 мкг/см^3

Для приготовления рабочего раствора C_1 в мерную колбу вместимостью 10 см^3 при помощи соответствующего дозатора отбирают по 0,1 см^3 растворов C_0, доводят объем раствора ацетонитрилом до метки и перемешивают.

6.1.3 Приготовление рабочего раствора C_2 инсектицидов с массовой концентрацией каждого аналита 1 мкг/см^3

Для приготовления рабочего раствора C_2 в мерную колбу вместимостью 10 см^3 при помощи соответствующего дозатора отбирают 1,0 см^3 раствора C_1, доводят объем раствора ацетонитрилом до метки и перемешивают.

Срок хранения растворов C_1 и C_2 в плотно закрывающихся стеклянных емкостях при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 6 мес.

6.2 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 меда массой (1,00 ± 0,05) г, в которые вносят рабочие растворы определяемых аналитов C_1 и C_2 в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

Обозначение матричного градуировочного раствора	Вносимый объем рабочего раствора, см^3		Массовая доля матричного градуировочного раствора, мг/кг
	C_1	C_2	
G_1	—	0,010	0,01
G_2	—	0,050	0,05
G_3	—	0,100	0,10
G_4	0,02	—	0,20
G_5	0,10	—	1,00

Пробирки выдерживают в воздушной среде при температуре от 15 °С до 30 °С в течение 10 мин и проводят дальнейшую обработку растворов согласно 7.2.

Срок хранения растворов G_1—G_5 при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 1 мес.

7 Отбор, подготовка и обработка проб меда

7.1 Отбор проб меда — по ГОСТ 19792, подготовка проб меда по ГОСТ 19792—2017 (подраздел 7.2).

7.2 Обработка проб меда

7.2.1 Экстракция инсектицидов

Взвешивают (1,00 ± 0,05) г подготовленной пробы меда в полипропиленовой пробирке вместимостью 50 см^3 и приливают пипеточным дозатором 1 см^3 деионизированной воды, встряхивают до полно-

го растворения меда. Приливают 10 см^3 ацетонитрила и помещают в шейкер на 15 мин. В полученный экстракт вносят 6 г сульфата магния* и 1,5 г ацетата натрия*, помещают в шейкер на 15 мин. Затем центрифугируют в течение 15 мин при 4000 об/мин. Отбирают 7 см^3 надосадочной жидкости, переносят в полипропиленовую пробирку вместимостью 15 см^3 и используют для дисперсионной твердофазной экстракции по 7.2.2.

7.2.2 Очистка экстракта методом дисперсионной твердофазной экстракции

В полипропиленовую пробирку вместимостью 15 см^3, содержащую 7 см^3 экстракта, вносят 100 мг сорбента С18**, 300 мг сульфата магния**, 100 мг сорбента PSA** и помещают в шейкер на 15 мин. Затем центрифугируют при 4000 об/мин в течение 15 мин. В зависимости от чувствительности хромато-масс-спектрометра от 1,0 до 6,5 см^3 надосадочной жидкости переносят в новую полипропиленовую пробирку вместимостью 15 см^3, упаривают досуха в токе азота или воздуха, затем перерастворяют в 0,1 см^3 ацетонитрила и переносят в виалу для хроматаграфирования вместимостью 1,5 см^3. Полученный экстракт используют для анализа.

Срок хранения подготовленных для анализа экстрактов — до 30 сут при температуре от 2 °С до 8 °С.

Для исключения ложноположительных результатов, параллельно с исследуемыми пробами экстрагируют и очищают холостой образец, где вместо навески меда используют 1 см^3 ацетонитрила.

8 Порядок выполнения измерений

Идентификацию инсектицидов и измерение их массовой доли проводят с использованием хромато-масс-спектрометра с ионизацией пробы электронным ударом.

8.1 Параметры хроматографических измерений

8.1.1 Хромато-масс-спектрометрическую систему готовят к работе в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации и устанавливают параметры, рекомендуемые изготовителем капиллярных колонок.

8.1.2 Например, для хроматографической колонки типа DB-5 длиной 30 м, диаметром 0,25 мм, с неподвижной полярной фазой толщиной не более 0,25 мкм устанавливают следующие параметры:

а) хроматографическая программа:
   1) режим инжектора — без деления потока,
   2) температура инжектора — 270 °С,
   3) газ носитель — гелий,
   4) скорость потока газа носителя — 0,8 см^3/мин,
   5) инжектируемый объем — 1,0 мм^3;

б) программирование температуры:
   1) начальная температура — 80 °С, 2 мин,
   2) программируемый нагрев до температуры 180 °С со скоростью 20,0 °С/мин,
   3) программируемый нагрев до температуры 250 °С со скоростью 10,0 °С/мин,
   4) программируемый нагрев до температуры 290 °С со скоростью 4,0 °С/мин,
   5) изотерма при температуры 290 °С — 3 мин;

в) режим масс-спектрометра:
   1) температура интерфейса — 280 °С,
   2) температура ионного источника — 240 °С,
   3) режим сканирования — MRM.

Значения отношения масса/заряд регистрируемых ионов инсектицидов приведены в таблице 2.

---

* Допускается использовать набор для твердофазной экстракции, включающий в себя 6 г сульфата магния и 1,5 г ацетата натрия, например Supelco 55234-U, США. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

** Допускается использовать набор для твердофазной экстракции, включающий в себя 50 мг сорбента С-18, 150 мг сульфата магния, 50 мг сорбента PSA, например, Supelco 55288-U, США. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

Таблица 2

Аналит	Ион-предшественник, m/z	Ион-продукт, m/z	Энергия соударения, эВ
Тиаметоксам	212,0 247,0	139,0 182,1	12 10
Амитраз	121,0 131,9	106,1 117,7	10 16
Ацетамиприд	126,0 152,0	90,0 116,0	8 16
Кумафос	209,9 226,0	182,0 163,0	10 18
т-Флувалинат	250,0 250,0	55,1 199,9	16 18
Тиаклоприд	101,0 126,0	59,0 90,1	15 5

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

Для повышения чувствительности масс-спектрометра детектирование MRM переходов ионов разбивают на несколько временных сегментов, в течение которых масс-спектрометр регистрирует ионы инсектицидов, входящих в данный промежуток времени.

8.1.3 Определение времен удерживания

Времена удерживания аналитов определяют при установлении градуировочной зависимости. Времена удерживания зависят от типа колонки и условий работы. Ориентировочные времена удерживания аналитов приведены в таблице 3.

Таблица 3

Аналит	Время удерживания, мин
Тиаметоксам	19,67
Ацетамиприд	26,59
Амитраз	27,95
Кумафос	30,48
т-Флувалинат	34,91 (пик 1) 35,07 (пик 2)
Тиаклоприд	35,97

8.2 Построение градуировочной характеристики

8.2.1 Построение и расчет градуировочной характеристики проводят в каждой серии анализов в автоматическом режиме при помощи программного обеспечения. Метод обработки данных — внешний стандарт.

8.2.2 Проводят измерения не менее трех матричных градуировочных растворов, приготовленных по 6.2, обязательно включая раствор G_1. При установлении градуировочной зависимости используют линейную функцию вида

$$y = a + bx.$$

8.2.3 Градуировочная зависимость считается приемлемой, если рассчитанное программным обеспечением значение квадрата коэффициента корреляции для калибровочной кривой каждого инсектицида не менее 0,98.

8.3 Проведение измерения

8.3.1 Для проверки чистоты хромато-масс-спектрометрической системы в инжектор хроматографа вводят 1 мм^3 ацетонитрила. Оценивают общий фон, наличие эффектов «памяти» и артефактов. В случае обнаружения артефактов проводят очистку хромато-масс-спектрометра, которая включает один или несколько следующих этапов: кондиционирование хроматографической колонки, замена лайнера и септы в инжекторе, очистка ионного источника.

8.3.2 Для оценки чувствительности системы вводят 1 мм^3 матричного градуировочного раствора G_1 (см. 6.2). Соотношение сигнал/шум для анализируемых соединений больше или равно 10.

8.3.3 В инжектор хроматографа вводят анализируемый экстракт в условиях указанных в 8.1.2. Регистрируют масс-хроматограммы для MRM переходов указанных в таблице 2. Масс-хроматограмма матричных градуировочных растворов приведена в приложении А.

8.3.4 Идентификацию инсектицидов проводят на основании времени удерживания и соотношения MRM переходов ион-предшественник/ион-продукт. Вычисляют отношение площадей пиков на масс-хроматограммах MRM переходов любого градуировочного раствора, используемого для построения градуировочной характеристики, и анализируемой пробы.

Инсектицид в анализируемой пробе считается идентифицированным, если выполнены следующие условия:

- время удерживания идентифицированного пика совпадает со временем его удерживания, полученным при установлении градуировочной зависимости или отличается от него не более чем на 0,02 мин;
- соотношение площадей пиков иона-предшественника и соответствующего ему иона-продукта в анализируемой пробе имеет расхождение с данным соотношением площадей пиков в любом градуировочном растворе не более ±15 %;
- соотношение сигнал/шум идентифицированного пика больше или равно 10.

9 Обработка результатов измерений

Вычисления площади пика и массовой доли идентифицированных инсектицидов выполняют при помощи программы обработки данных в автоматическом режиме. Для вычисления используют площадь пика иона, имеющего наибольшую интенсивность (для т-флувалината при вычислении концентрации используют площадь пика 1 или пика 2, либо суммарную площадь двух пиков (см. таблицу 3) в градуировочных растворах и анализируемых растворах соответственно). При использовании одного пика для вычисления концентрации т-флувалината используют наиболее интенсивный пик.

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{2 \cdot | X_1 - X_2 |}{X_1 + X_2} \cdot 100 \leq r, \qquad (2)$$

где X_1, X_2 — результаты параллельных определений массовой доли инсектицидов, мг/кг;

r — значение предела повторяемости, указанное в таблице 4.

Результаты измерений содержания инсектицидов округляют до третьего десятичного знака и выражают в мг/кг.

10 Метрологические характеристики

Установленный в настоящем стандарте метод обеспечивает выполнение измерений массовой доли инсектицидов с относительной расширенной неопределенностью результатов аналитических измерений, указанной в таблице 4, при коэффициенте охвата $k = 2$.

Таблица 4

Аналит	Диапазон измерений содержания аналитов, мг/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, %
Амитраз	От 0,01 до 0,10 включ.	51	16	24	44
	Св. 0,1 до 1,0 включ.	29	8	12	22
Кумафос	От 0,01 до 0,10 включ.	46	10	20	28
	Св. 0,1 до 1,0 включ.	36	10	16	28
т-Флувалинат	От 0,01 до 0,10 включ.	41	7	18	19
	Св. 0,1 до 1,0 включ.	29	5	13	14
Ацетамиприд	От 0,01 до 0,10 включ.	50	15	23	42
	Св. 0,1 до 1,0 включ.	40	12	19	33
Тиаклоприд	От 0,01 до 1,00 включ.	39	12	18	33
Тиаметоксам	От 0,01 до 0,10 включ.	51	15	23	42
	Св. 0,1 до 1,0 включ.	34	11	16	30

Примечание — Значения относительной расширенной неопределенности, указанные в таблице, соответствуют границам относительной погрешности результатов измерений при $P = 0,95$.

11 Оформление результатов измерений

Массовую долю i-го инсектицида, мг/кг, представляют в виде

$$X_i \pm \Delta_i, \quad (3)$$

где X_i — среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений признанных приемлемыми в соответствии с разделом 9, мг/кг;

Δ_i — значение погрешности определения содержания i-го инсектицида, вычисленное по формуле

$$\Delta_i = X_i \cdot U_i \cdot 0,01, \quad (4)$$

где U_i — значение относительной расширенной неопределенности содержания i-го инсектицида для соответствующего диапазона измерений, указанное в таблице 4, %.

12 Контроль качества результатов измерений при реализации метода в лаборатории

12.1 Оценку прецизионности результатов испытаний в условиях повторяемости и воспроизводимости проводят в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-1, ГОСТ ИСО 5725-2.

12.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух отдельных независимых измерений, полученными одним и тем же методом на одной лабораторной пробе, в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором на одном и том же экземпляре оборудования в течение короткого промежутка времени, не должно превышать предела повторяемости r, указанного в таблице 4, более чем в 5 % случаев.

12.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух отдельных измерений, полученными одним и тем же методом на одной лабораторной пробе, в разных лабораториях разными операторами на различных экземплярах оборудования, не должно превышать показателя воспроизводимости σ_R, указанного в таблице 4, более чем в 5 % случаев.

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в документах системы менеджмента качества.

Приложение А
(справочное)

Порядок выхода пиков инсектицидов

А.1 Пример выхода пиков инсектицидов градуировочного раствора G_3 на хроматограмме, полученной при анализе в условиях 8.1, приведен на рисунке А.1.

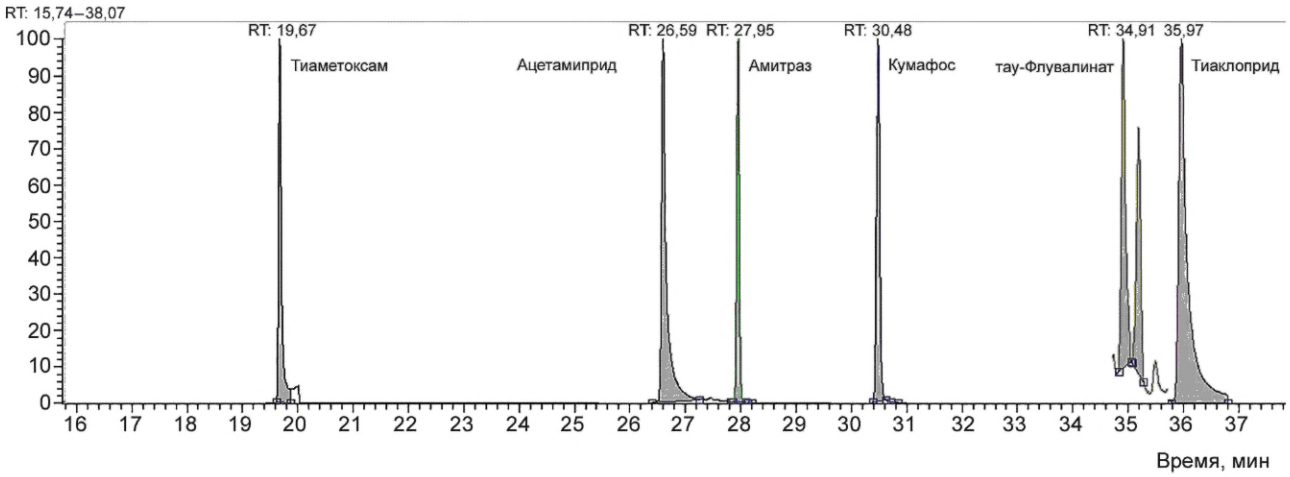

Рисунок А.1 — Хроматограмма градуировочного раствора инсектицидов G_3

УДК 638.162.3:006.354 МКС 67.180.10

Ключевые слова: мед натуральный, инсектициды, метод определения массовой доли инсектицидов методом газожидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

Редактор *Е.В. Якубова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 30.09.2022. Подписано в печать 06.10.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.

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 34889—2022 Мед натуральный. Определение массовой доли инсектицидов методом газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 6 2024 г.)

gost.e-ecolog.ru