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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
34616—
2019**

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ, ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ

Определение содержания полициклических ароматических углеводородов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с флуориметрическим 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 Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 335 «Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 ноября 2019 г. № 124-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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 4 марта 2020 г. № 111-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34616—2019 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 августа 2020 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

МКС 67.050
67.100.10
67.120.10
67.120.20

Поправка к ГОСТ 34616—2019 Продукты пищевые, продовольственное сырье. Определение содержания полициклических ароматических углеводородов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с флуориметрическим детектированием

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

(ИУС № 8 2020 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

Определение содержания полициклических ароматических углеводородов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с флуориметрическим детектированием

Food products, food raw materials. Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons content by high-performance liquid chromatography with fluorometric detection

Дата введения — 2020—08—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевые продукты и продовольственное сырье, подвергнутое копчению — мясо животных всех видов, в том числе мясо птицы, рыбу и морепродукты, консервированные мясные и рыбные продукты, сыры и устанавливает метод определения содержания полициклических ароматических углеводородов с применением высокоэффективной жидкостной хроматографии с флуориметрическим детектированием (далее — ВЭЖХ).

Диапазон измерений для бенз[а]пирена и бенз[б]флуорантена от 0,0005 до 0,0100 мг/кг, для бенз[а]антрацена и хризена от 0,001 до 0,010 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 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

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 4166 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

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

ГОСТ 8756.0—70 Продукты пищевые консервированные. Отбор проб и подготовка их к испытанию

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

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

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 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

ГОСТ 26671—2014 Продукты переработки фруктов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Подготовка проб для лабораторных анализов

Издание официальное

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

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

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

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) 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 выделении полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) из анализируемой пробы с последующим их количественным определением методом ВЭЖХ с флуориметрическим детектированием. Количественное определение проводят методом абсолютной градуировки по площади пика идентифицированного соединения относительно градуировочной кривой, полученной в аналогичных условиях при измерении градуировочных растворов.

4 Требования безопасности и условия выполнения измерений

4.1 Применяемые в работе реактивы относятся к веществам 1-го и 2-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007, при работе с ними необходимо соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005.

4.2 Помещения, в которых проводят анализ и подготовку проб, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.

4.3 Приготовление и дозирование градуировочных растворов проводят в вытяжном шкафу.

4.4 При выполнении измерений с использованием жидкостного хроматографа соблюдают правила по электробезопасности по ГОСТ 12.1.019.

4.5 К выполнению измерений допускают специалистов, имеющих высшее специальное образование, прошедших соответствующий инструктаж, владеющих техникой ВЭЖХ и изучивших инструкции по эксплуатации используемых приборов.

4.6 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 содержания ПАУ 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 не более ± 0,001 г;
- весы высокого класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,1 мг;

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

- хроматограф жидкостный с флуориметрическим детектором с диапазоном длин волн возбуждения не менее 256—275 нм и диапазоном волн эмиссии не менее 385—446 нм, с программным обеспечением для регистрации и обработки хроматограмм;
- колонку хроматографическую длиной 100 мм и диаметром 4,6 мм с обращенно-фазным сорбентом С18, специально предназначенную для разделения ПАУ;
- компьютер с установленным программным обеспечением для управления жидкостным хроматографом и обработки результатов измерений;
- пипетки одноканальные переменной вместимости 5—25, 20—100, 200—1000 мм^3 с допустимой относительной погрешностью дозирования не более ± 1 %;
- испаритель ротационный со скоростью вращения от 20 до 280 об/мин и температурным диапазоном нагревательной бани от 30 °С до 100 °С;
- экстрактор автоматический для ускоренной экстракции растворителями под давлением с температурой экстракции не менее 100 °С;
- измельчитель-гомогенизатор лабораторный;
- баню ультразвуковую с рабочей частотой не менее 20 Гц и объемом не менее 1 дм^3;
- систему получения деионизированной воды высокой чистоты с удельным сопротивлением 18 МОм · см;
- 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;
- шкаф сушильный с максимальной температурой нагрева не менее 200 °С и погрешностью поддержания заданной температуры ± 5 °С;
- пробы, не содержащие ПАУ, подготовленные и проанализированные ранее в соответствии с требованиями разделов 7 и 8, в зависимости от типа исследуемой матрицы («чистые» пробы*);
- виалы (флаконы) стеклянные с коническим дном вместимостью 2 см^3, с навинчиваемыми крышками и тефлоновыми прокладками 9 мм;
- флаконы стеклянные вместимостью 35 см^3, с навинчиваемыми крышками и тефлоновыми прокладками;
- ячейки экстракционные вместимостью 33 см^3;
- фильтры диаметром 2 см из бумаги фильтровальной по ГОСТ 12026;
- колбу К-1–100–14/23 ТС по ГОСТ 25336;
- колбы 1–10(100)–1 по ГОСТ 1770;
- стакан В–1–1000 ТС по ГОСТ 25336;
- емкости из темного стекла с притертыми крышками;
- эксикатор 2–250 по ГОСТ 25336;
- цилиндры 1–100 (500, 1000)–1 по ГОСТ 1770;
- ступку 3, пестик 2 по ГОСТ 9147.

5.2 При определении содержания ПАУ применяют следующие реактивы:
- азот газообразный 2-го сорта по ГОСТ 9293, ос. ч.;
- ацетон по ГОСТ 2603, ч. д. а.;
- ацетонитрил для ВЭЖХ с массовой долей основного вещества не менее 99,8 %;
- воду деионизированную для ВЭЖХ, полученную с использованием системы производства ультрачистой воды;
- н-гексан с содержанием основного вещества не менее 96,0 %;
- натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166, х. ч.;
- силикагель марки 60, для колоночной хроматографии с размером частиц от 0,063 до 0,100 мм;
- толуол с содержанием основного вещества не менее 99,95 %.

5.3 Для приготовления исходных растворов в качестве образцов сравнения применяют образцы с содержанием основного вещества не менее 95,0 %:
- бенз[а]антрацен;
- хризен;
- бенз[б]флуорантен;
- бенз[а]пирен.

---

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

5.4 Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, материалов и посуды, 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.

6 Подготовка к проведению измерений

6.1 Подготовка лабораторной посуды и материалов

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 органическими растворителями: толуолом (однократно), ацетоном (дважды).

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 Силикагель высушивают в сушильном шкафу при температуре 200 °С в течение 10—15 ч.

Хранят в герметически закрытой стеклянной емкости не более двух недель.

6.1.5 Безводный сернокислый натрий высушивают в сушильном шкафу при температуре 200 °С в течение 10—15 ч, охлаждают в эксикаторе.

Хранят в герметически закрытой стеклянной емкости не более 1 мес.

6.2 Приготовление подвижной фазы

Для приготовления подвижной фазы в стакан вместимостью 1000 см^3 наливают 700 см^3 ацетонитрила и 300 см^3 деионизированной воды, перемешивают.

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

6.3 Приготовление градуировочных растворов

6.3.1 Приготовление исходных стандартных растворов индивидуальных ПАУ с массовыми концентрациями 100 мкг/см^3 (растворы C_0)

Для приготовления исходных стандартных растворов C_0 рассчитывают необходимую массу *i*-го вещества, m_i, г, эквивалентную 10,0 мг с учетом содержания основного вещества, для каждого определяемого аналита, по формуле

$$m_i = \frac{m}{0{,}01 \cdot P_i}, \quad (1)$$

где m — масса образца сравнения ПАУ, г;

P_i — массовая доля основного вещества *i*-го образца сравнения ПАУ, %.

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 каждая по отдельности вносят рассчитанные массы исходных веществ (взвешивание проводят с точностью до четвертого десятичного знака), доводят до метки ацетонитрилом, перемешивают и помещают в ультразвуковую баню до полного растворения.

Срок хранения растворов в стеклянных флаконах вместимостью 35 см^3 при температуре от минус 15 °С до минус 25 °С — не более 3 мес.

Перед применением растворы выдерживают при комнатной температуре в темном месте не менее 30 мин.

6.3.2 Приготовление рабочего стандартного раствора массовой концентрацией каждого ПАУ 1 мкг/см^3 (раствор C_1)

В мерную колбу вместимостью 10 см^3 отбирают по 0,01 см^3 каждого раствора C_0, доводят ацетонитрилом объем раствора до 10 см^3 по метке, перемешивают.

Срок хранения раствора C_1 в плотно закрытом стеклянном флаконе вместимостью 35 см^3 при температуре от минус 15 °С до минус 25 °С — не более 3 мес.

Перед применением раствор выдерживают при комнатной температуре в темном месте не менее 30 мин.

6.3.3 Приготовление рабочего стандартного раствора массовой концентрацией каждого ПАУ 0,1 мкг/см^3 (раствор C_2)

В виалу вместимостью 2 см^3 вносят 0,9 см^3 ацетонитрила, 0,1 см^3 раствора C_1, перемешивают.

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

Перед применением растворы выдерживают при комнатной температуре в темном месте не менее 30 мин.

6.3.4 Приготовление матричных градуировочных растворов (растворы G_1—G_5)

Матричные градуировочные растворы G_1—G_5 готовят в виалах вместимостью 2 см^3 из «чистых» проб массой 1,0 г, в которые вносят рабочий стандартный раствор C_2 (6.3.3) в соответствии с таблицей 1 и доводят объем до 1 см^3 ацетонитрилом.

Таблица 1 — Приготовление матричных градуировочных растворов G_1—G_5

Обозначение и массовая концентрация приготовляемого матричного градуировочного раствора	Вносимый объем рабочего стандартного раствора C_2, см^3
G_1 (10 нг/см^3)	0,100
G_2 (5 нг/см^3)	0,050
G_3 (2 нг/см^3)	0,020
G_4 (1 нг/см^3)	0,010
G_5 (0,5 нг/см^3)	0,005

Затем проводят дальнейшую обработку растворов согласно разделу 7.

Растворы G_1—G_5 используют свежеприготовленными.

7 Отбор и подготовка проб

7.1 Отбор проб

7.1.1 Отбор проб мясных продуктов — по ГОСТ 9792.

7.1.2 Отбор проб консервированных мясных и рыбных продуктов — по ГОСТ 8756.0.

7.1.3 Отбор проб копченых сыров — по ГОСТ 26809.2.

7.1.4 Отбор проб рыбы и морепродуктов — по ГОСТ 31339.

7.2 Подготовка проб

Мышечную ткань предварительно очищают от грубой соединительной ткани. Подготовка проб рыбы и морепродуктов — по ГОСТ 7636—85 (раздел 2). Подготовка проб консервированных рыбных продуктов — по ГОСТ 8756.0—70 (пункт 4.2), консервированных мясных продуктов — по ГОСТ 26671—2014 (пункт 6.2).

100 г анализируемой пробы измельчают на гомогенизаторе. В фарфоровую ступку взвешивают 1,00 г гомогенизированной анализируемой пробы, добавляют 4—5 г безводного сернокислого натрия (6.1.5) и тщательно растирают. Полученную смесь помещают в экстракционную ячейку вместимостью 33 см^3, заполненную следующим образом:

- бумажный фильтр;
- подготовленная проба;
- силикагель (6.1.4) — 10 г;
- бумажный фильтр.

Заполненную ячейку помещают в экстрактор, устанавливая параметры экстракции ПАУ в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2

Параметр	Условия
Температура, °С	100
Время нагревания, мин	5
Количество циклов	3
Растворитель	*н*-гексан
Давление, МПа	15
Время термостатирования, мин	10
Объем растворителя от вместимости ячейки, %	60
Вместимость ячейки, $см^3$	33
Время продувки азотом, с	120

Полученный экстракт количественно переносят из приемного флакона экстрактора в круглодонную колбу вместимостью 100 $см^3$ и упаривают на ротационном испарителе при температуре от 35 °С до 37 °С до объема от 0,3 до 0,5 $см^3$, а затем досуха на воздухе или в токе азота. Сухой остаток растворяют в 1 $см^3$ ацетонитрила и используют для определения содержания ПАУ методом ВЭЖХ.

Для исключения ложноположительных результатов параллельно с анализируемыми пробами проводят подготовку не менее двух холостых проб (экстракционные ячейки заполняют согласно приведенной выше схеме, используя вместо подготовленных проб сернокислый натрий).

8 Порядок выполнения анализа

8.1 Условия хроматографического разделения

8.1.1 ВЭЖХ с флуоресцентным детектором включают в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации и устанавливают параметры, указанные в 8.1.2.

8.1.2 Например, для колонки диаметром 4,6 мм, длиной 100 мм, с обращенно-фазным сорбентом С18 соблюдают следующие условия хроматографирования:

- температура колонки — 35 °С;
- скорость потока подвижной фазы — 1,2 $см^3$/мин;
- объем вводимой пробы — 10 $мм^3$.

Разделение проводят в изократическом режиме элюирования (приготовление подвижной фазы по 6.2). Детекцию осуществляют на флуоресцентном детекторе при длинах волн возбуждения и эмиссии в соответствии с таблицей 3. Время анализа — 30 мин.

Таблица 3 — Параметры настройки флуориметрического детектора

Аналит	Длина волны возбуждения, нм	Длина волны эмиссии, нм
Бенз[а]пирен	260	410
Бенз[а]антрацен	275	385
Хризен	275	385
Бенз[б]флуорантен	256	446

8.2 Построение градуировочной характеристики

Градуировочные кривые строят заново в каждой серии анализов. Построение и расчет градуировочной характеристики проводят с помощью программного обеспечения.

8.2.1 Проводят однократное измерение не менее трех градуировочных растворов, приготовленных по 6.3.4, в порядке возрастания их массовых концентраций в условиях по 8.1.

8.2.2 Градуировочную кривую строят в координатах «Площадь пика определяемого вещества в градуировочном растворе» — «Массовая концентрация определяемого вещества в градуировочном растворе» методом внешнего стандарта. При построении градуировочной зависимости используют линейную регрессию вида $y = a + bx$, при этом коэффициент корреляции должен быть не менее 0,98.

8.2.3 Количественное определение проводят по площади пика идентифицированного ПАУ относительно градуировочной зависимости, полученной при анализе градуировочных растворов в аналогичных условиях.

8.2.4 Построение градуировочной кривой, расчеты коэффициентов градуировочной характеристики, расчет содержания ПАУ и площадей пиков выполняется системой обработки данных в автоматическом режиме.

8.2.5 Индивидуальные ПАУ идентифицируют по абсолютным значениям времен удерживания. Ориентировочные времена удерживания в условиях 8.1.2 и порядок выхода пиков соединений приведены в приложении А.

8.3 Измерение методом ВЭЖХ

8.3.1 Для определения содержания ПАУ проводят измерение методом ВЭЖХ в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации применяемого оборудования.

8.3.2 Измерение методом ВЭЖХ выполняют в виде последовательности однократных измерений, включающей следующие образцы:

- холостую пробу;
- градуировочные растворы (6.3.4);
- экстракты анализируемых проб, приготовленных по 7.2.

8.3.3 Определяют и регистрируют на хроматограмме время удерживания пика каждого соединения, соответствующее времени удерживания, найденному при измерении градуировочных растворов по 8.1.2.

9 Обработка результатов измерений

9.1 В соответствии с данными, полученными при анализе градуировочных растворов, создают таблицу пиков с использованием программного обеспечения. Метод обработки хроматограммы — внешний стандарт.

9.2 Расчеты содержания ПАУ X_i, мг/кг, по площади пика выполняются системой обработки данных в автоматическом режиме по формуле

$$X_i = \frac{M_i}{M_1} \cdot V, \qquad (2)$$

где M_i — массовая концентрация определяемого ПАУ в анализируемой пробе, нг/см^3;

M_1 — масса анализируемой пробы, г;

V — объем раствора, из которого взята аликвота для анализа, см^3.

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

10 Метрологические характеристики

Установленный в настоящем стандарте метод обеспечивает выполнение измерений содержания ПАУ с расширенной неопределенностью результатов аналитических измерений при коэффициенте охвата $k = 2$ и доверительной вероятностью $P = 0,95$, указанной в таблице 4.

Таблица 4 — Показатели точности метода при проведении измерений содержания ПАУ

Аналит	Диапазон измерений содержания аналита, мг/кг	Значение относительной расширенной неопределенности $\pm U_i$, %, при коэффициенте охвата $k = 2$	Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное стандартное отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Предел повторяемости r, %
Бенз[а]антрацен	От 0,0010 до 0,0100 включ.	32	9	15	25
Хризен	От 0,0010 до 0,0020 включ.	50	16	24	44
	Св. 0,0020 до 0,0100 включ.	26	6	12	17
Бенз[б]флуорантен	От 0,0005 до 0,0020 включ.	74	25	36	69
	Св. 0,0020 до 0,0100 включ.	38	9	18	25
Бенз[а]пирен	От 0,0005 до 0,0020 включ.	52	16	25	44
	Св. 0,0020 до 0,0100 включ.	30	7	14	19

11 Оформление результатов измерений

Результат измерений суммы ПАУ, мг/кг, представляют в виде

$$\sum \bar{X}_i \pm \sqrt{\frac{\sum (U_i \cdot \bar{X}_i)^2}{100}} \text{ при } P = 0{,}95, \quad (3)$$

где $\bar{X}_i$ — среднеарифметическое значение вычислений двух параллельных измерений содержания ПАУ в анализируемой пробе, мг/кг (9.3);

U_i — значение относительной расширенной неопределенности для соответствующего диапазона измерений i-го аналита, % (в соответствии с таблицей 4).

Результат измерений содержания бенз[а]пирена, мг/кг, представляют в виде

$$\bar{X} \pm \frac{U_i \cdot \bar{X}}{100} \text{ при } P = 0{,}95. \quad (4)$$

Результат измерений округляют до третьего десятичного знака и выражают в мг/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.

Приложение А
(справочное)

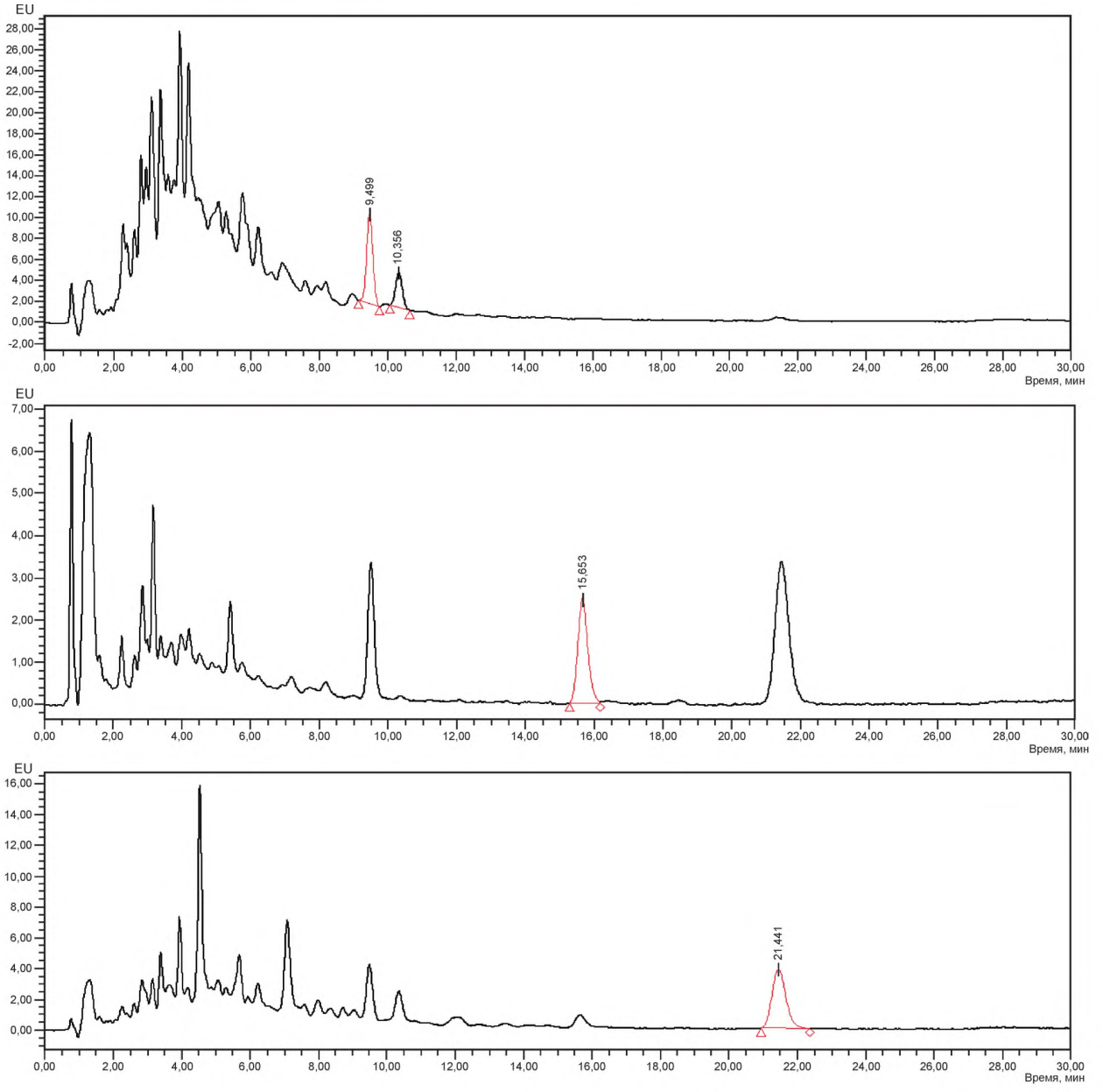
Времена удерживания и порядок выхода пиков ПАУ

А.1 Ориентировочные времена удерживания ПАУ приведены в таблице А.1.

Таблица А.1

Аналит	Время удерживания, мин.
Бенз[а]антрацен	9,5
Хризен	10,4
Бенз[б]флуорантен	15,7
Бенз[а]пирен	21,4

А.2 Пример выхода пиков ПАУ градуировочного раствора G_2 на хроматограмме, полученной при анализе в условиях 8.1, приведен на рисунке А.1



9,499 мин — пик бенз[а]антрацена, 10,356 мин — пик хризена, 15,653 мин — пик бенз[б]флуорантена, 21,441 мин — пик бенз[а]пирена

Рисунок А.1 — Выход пиков ПАУ градуировочного раствора G_2 на хромаграмме, полученной при анализе в условиях 8.1

УДК 637.07:614.3:006.354

МКС 67.050
67.100.10
67.120.10
67.120.20

Ключевые слова: продукты пищевые, продовольственное сырье, остаточное содержание ПАУ, метод определения содержания с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с флуориметрическим детектированием

БЗ 12—2019/36

Редактор *Е.В. Зубарева*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 10.03.2020. Подписано в печать 20.03.2020. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,49.
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

gost.e-ecolog.ru