ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(EACC)
EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(EASC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34515— 2019

МОЛОКО, МОЛОЧНАЯ ПРОДУКЦИЯ, СОЕВЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение массовой доли меламина

Издание официальное

Зарегистрирован
№ 14497
1 февраля 2019 г.

Минск
Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок 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 республиканским унитарным предприятием «Научно-практический центр гигиены»

2 ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования в АИС МГС (протоколом от 30 января 2019 г. №115-П)

За принятие стандарта 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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Настоящий стандарт разработан на основе МВИ.МН 3287—2009 «Определение содержания меламина в молоке, детском питании на молочной основе, молочных и соевых продуктах»

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 (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных (государственных) органов по стандартизации.

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

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств.

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МОЛОКО, МОЛОЧНАЯ ПРОДУКЦИЯ, СОЕВЫЕ ПРОДУКТЫ
Определение массовой доли меламина

Milk, dairy products, baby food based on milk, soy products
Determination of melamine

Дата введения

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на молоко, молочную продукцию, соевые продукты и устанавливает метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения массовой доли меламина.

Диапазон измерений массовой доли меламина от 0,5 до 10,0 мг/кг продукта.

Предел количественного определения (LOQ) меламина составляет 0,5 мг/кг.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7031—75 Песок кварцевый для тонкой керамики

ГОСТ 24147—80 Аммиак водный особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по каталогу, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

Если ссылочные стандарты заменены (изменены), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться действующими взамен стандартами. Если ссылочные стандарты отменены без замены, то положение, в котором дана ссылка на них, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **предел количественного определения; LOQ:** Наименьшее значение массовой концентрации определяемого соединения в анализируемой пробе, которое может быть измерено с установленной точностью в соответствии с настоящим стандартом.

3.2 **диапазон измерений:** Область значений массовой концентрации соединения в пробе, определяемая по настоящему стандарту.

---

* На территории Республики Беларусь действует СТБ ИСО 5725-6-2002.

Издание официальное

4 Принцип метода

Метод основан на экстракции меламина 5%-ной смесью раствора трихлоруксусной кислоты (ТХУ) с ацетонитрилом с помощью ультразвука, очистке и концентрировании полученного экстракта методом твердофазной экстракции и определении его содержания с использованием высокоэффективной жидкостной хроматографии.

Детектирование осуществляется с помощью спектрофотометрического или диодно-матричного детектора.

5 Условия проведения измерений

При проведении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха 18 °С – 23 °С;
- относительная влажность воздуха 25 % – 75 %;
- приготовление градуировочных растворов и растворов проб проводят при температуре (20 ± 2) °С.

6 Реактивы, оборудование и материалы

6.1 Реактивы

Для проведения испытаний используются следующие реактивы:

6.1.1 Меламин с содержанием основного вещества более 99,8 %.

6.1.2 Лимонная кислота, ос. ч.

6.1.3 Метанол для жидкостной хроматографии, оптическая плотность относительно дистиллированной воды при 200 нм не более 0,025, массовая доля воды не более 0,03 %.

6.1.4 Ацетонитрил для жидкостной хроматографии, оптическая плотность относительно дистиллированной воды при 200 нм не более 0,025, массовая доля воды не более 0,03 %.

6.1.5 Натрия октансульфонат, ос. ч.

6.1.6 Аммиак водный 25%-ный по ГОСТ 24147, ос. ч.

6.1.7 Кислота трихлоруксусная (ТХУ), ч.

6.1.8 Гексан, х. ч.

6.1.9 Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а.

6.1.10 Вода по ГОСТ 6709.

6.2 Оборудование

Для проведения испытаний используется следующее оборудование:

6.2.1 Хроматограф жидкостный, снабженный программным обеспечением для сбора и обработки данных, с диодно-матричным или УФ-спектрофотометрическим детектором.

6.2.2 Колонка хроматографическая, заполненная сорбентом на основе селикагеля с привитыми углеводородными радикалами типа C_8, C_{18} [1)].

6.2.3 Колонка защитная (предколонка), заполненная тем же сорбентом, что и колонка хроматографическая.

6.2.4 Весы лабораторные электронные специального класса точности по ГОСТ OIML R 76-1, с пределом допускаемой погрешности не более 0,000 5 г.

6.2.5 Центрифуга лабораторная любой марки, обеспечивающая фактор разделения (g-фактор) не менее 1 000.

6.2.6 Термостат жидкостный, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима от 20 °С с погрешностью ±1,0 °С.

6.2.7 Установка для твердофазной экстракции.

6.2.8 Ультразвуковая баня емкостью 5,6 дм^3, мощностью 240 Вт, частотой ультразвука 35 Гц.

6.2.9 Испаритель ротационный

6.2.10 Система фильтрации и дегазации жидкостей.

[1)] Например, хроматографическая колонка Zorbax RX-C_8 (4,6 × 250 мм) компании Agilent, снабженная защитной колонкой (предколонкой) Zorbax RX-C_8 (10 × 4,6 мм). Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является поддержкой указанного продукта.

6.3 Материалы

Для проведения испытаний используются следующие материалы:

6.3.1 Пипетки градуированные 1-2-2-1, 1-2-2-2, 1-2-2-5, 1-2-2-10 или других типов и исполнений по ГОСТ 29227.

6.3.2 Цилиндры мерные 1-100-2 или других исполнений по ГОСТ 1770.

6.3.3 Колбы мерные 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-200-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

6.3.4 Колбы плоскодонные П-2-100-29, П-2-250-29 или других типов и исполнений по ГОСТ 25336.

6.3.5 Стакан В-1-1000 по ГОСТ 25336

6.3.6 Колбы грушевидные Гр-25-14/23 ТС или других типов и исполнений по ГОСТ 25336.

6.3.7 Пробирки с пришлифованной пробкой П4-10-14/23ХС или других типов и исполнений по ГОСТ 25336.

6.3.8 Воронки делительные Вд-1-100-ХС или других типов и исполнений по ГОСТ 25336.

6.3.9 Картриджи для твердофазной экстракции, заполненные сорбентом, обладающие сильными катионообменными свойствами [2)].

6.3.10 Пробирки центрифужные с завинчивающимися крышками вместимостью от 10 до 50 $см^3$.

6.3.11 Виалы вместимостью от 1,0 до 2,0 $см^3$.

6.3.12 Фильтры мембранные из регенерированной целлюлозы с размером пор 0,2 мкм, диаметром 25 мм.

6.3.13 Фильтры мембранные из регенерированной целлюлозы с размером пор 0,45 мкм, диаметром 47 мм.

6.3.14 Песок кварцевый по ГОСТ 7031.

6.3.15 Фильтр «синяя лента» диаметром 70 мм.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками не хуже вышеуказанных и вспомогательного оборудования, реактивов и материалов с техническими характеристиками не хуже вышеуказанных.

7 Методика измерения

7.1 Подготовка измерительной аппаратуры

Включают хроматограф согласно инструкции по эксплуатации. Устанавливают рабочие режимы для блока насосов и детектора. Проводят стабилизацию работы хроматографа на рабочих режимах в течение 40–60 мин.

7.2 Приготовление растворов

7.2.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия

Взвешивают 4,0 г гидроокиси натрия, помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 50 $см^3$ дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения щелочи, охлаждают до комнатной температуры и доводят дистиллированной водой до метки. Получен раствор гидроокиси натрия 1 моль/$дм^3$. Раствор хранят в склянке, закрытой притертой полимерной пробкой при комнатной температуре. Раствор стабилен в течение 1 года.

7.2.2 Приготовление 5,0%-ного раствора трихлоруксусной кислоты (ТХУ)

В коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ помещают 5,0 г ТХУ и добавляют 95,0 г дистиллированной воды, перемешивают. Раствор хранят в склянке с притертой пробкой при комнатной температуре. Раствор стабилен в течение 6 мес.

7.2.3 Приготовление раствора аммиака в метаноле

В коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ помещают 5,0 $см^3$ аммиака водного и добавляют 95,0 $см^3$ метанола, перемешивают. Получен раствор аммиака в метаноле концентрацией 0,125 г/$дм^3$. Раствор хранят в склянке с притертой пробкой при комнатной температуре. Раствор стабилен в течение 1 мес.

[2)] Например, картриджи SampliQ SCX, 3/60 mg компании Agilent. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является поддержкой указанного продукта.

7.2.4 Приготовление подвижной фазы

В стакан вместимостью 1 000 см^3 помещают 2,3 г октансульфоната натрия и 1,9 г лимонной кислоты, растворяют в 850 см^3 дистиллированной воды, с помощью pH-метра и 1 моль/дм^3 раствора NaOH (см. 7.2.1) (приблизительно 3,0 см^3) устанавливают pH = 3,0–3,2. Полученный раствор помещают в мерную колбу вместимостью 1 000 см^3 и доводят объем дистиллированной водой до метки. К 900 см^3 полученного раствора добавляют 100 см^3 ацетонитрила. Подвижную фазу фильтруют через мембранный фильтр из регенерированной целлюлозы с размером пор 0,45 мкм, диаметром 47 мм. Раствор хранят в склянке из темного стекла с завинчивающейся пробкой при комнатной температуре. Раствор стабилен в течение 1 мес.

7.2.5 Приготовление растворов меламина

7.2.5.1 Приготовление раствора меламина концентрацией 500 мкг/см^3

Навеску 0,1 г кристаллического меламина, взвешенного с точностью ±0,001 г, вносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, добавляют 100 см^3 метанола и помещают в ультразвуковую баню на 15 мин при комнатной температуре. Полученный раствор доводят метанолом до метки, тщательно перемешивают. Раствор хранят в стеклянной посуде с притертой пробкой в холодильнике. Раствор стабилен в течение 3 мес.

7.2.5.2 Приготовление раствора меламина концентрацией 100 мкг/см^3 (раствор А)

Отбирают 10,0 см^3 раствора меламина, приготовленного по 7.2.5.1, и помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, объем доводят до метки подвижной фазой. Раствор хранят в стеклянной посуде с притертой пробкой в холодильнике. Раствор стабилен в течение 3 мес.

7.2.5.3 Приготовление раствора меламина концентрацией 10 мкг/см^3 (раствор Б)

Отбирают 10,0 см^3 раствора меламина (раствор А), приготовленного по 7.2.5.2, и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, объем доводят до метки подвижной фазой. Раствор хранят в стеклянной посуде с притертой пробкой в холодильнике. Раствор стабилен в течение 3 мес.

7.2.5.4 Приготовление градуировочных растворов меламина

Градуировочные растворы меламина концентрацией 0,2 мкг/см^3, 0,5 мкг/см^3, 1,0 мкг/см^3, 2,5 мкг/см^3, 5,0 мкг/см^3 готовят по схеме, представленной в таблице 1. Аликвотные части растворов меламина (растворы А и Б) переносят в мерные колбы и доводят подвижной фазой до метки.

Таблица 1 — Схема приготовления градуировочных растворов меламина

№ градуировочного раствора	Объем аликвотной части раствора меламина, см^3	Объем мерной колбы, см^3	Концентрация меламина в градуировочном растворе, мкг/см^3
1	2,0 (раствор Б)	100	0,2
2	5,0 (раствор Б)	100	0,5
3	5,0 (раствор Б)	50	1,0
4	2,5 (раствор А)	100	2,5
5	5,0 (раствор А)	100	5,0

Градуировочные растворы хранят в стеклянной посуде с притертой пробкой в холодильнике. Растворы стабильны в течение 7 сут.

7.3 Установление градуировочной характеристики

Полученные по 6.2.5.4 градуировочные растворы меламина хроматографируют, начиная с самой низкой концентрации.

Условия хроматографирования:

- объем вводимой пробы 20 мкл;
- скорость подачи подвижной фазы 1,0 см^3/мин;
- температура термостата колонки 30 °С;
- длина волны 240 нм;
- ширина оптической щели 16 нм.

Каждый градуировочный раствор хроматографируют не менее двух раз, принимая за результат измерения среднее арифметическое параллельных измерений.

7.3.1 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика устанавливают зависимость площади пиков от соответствующей концентрации меламина в градуировочном растворе. Прямая градуировочного графика должна проходить через начало координат и определяться функциональной зависимостью:

$$Y = bX, \quad (1)$$

где Y — площадь пика меламина;

X — концентрация меламина в градуировочном растворе;

b — коэффициент регрессии.

Градуировочный график рассчитывается методом наименьших квадратов.

7.3.2 Контроль градуировочного графика

Контроль градуировочного графика осуществляют каждый раз перед началом измерений по любой точке градуировочного графика, исключая первую и последнюю. Расхождение между измеренной концентрацией меламина и его фактической концентрацией, выраженной в процентах, не должно превышать норматива контроля $К_{гр}$ = 12,2 %.

В случае превышения норматива контроля $К_{гр}$ необходимо провести построение нового градуировочного графика по пяти точкам.

7.4 Отбор проб и подготовка проб к анализу

7.4.1 Отбор проб

Отбор проб осуществляется согласно ТНПА на продукцию.

7.5 Подготовка проб к анализу

Отобранные пробы хранят в холодильнике. Перед началом проведения пробоподготовки среднюю пробу образца предварительно выдерживают при температуре окружающей среды не менее 30 мин.

7.5.1 Проведение экстракции меламина

Навеску жидких и сухих образцов (2,00 ± 0,01) г помещают в пробирку для центрифугирования вместимостью 50 см^3, добавляют 5,0 см^3 5%-ного раствора ТХУ и 2 см^3 ацетонитрила.

Навеску твердых образцов (2,00 ± 0,01) г растирают в фарфоровой ступке с 2–3 г кварцевого песка, затем переносят в пробирку для центрифугирования вместимостью 50 см^3, промывают ступку 5 см^3 5%-ного раствора ТХУ два раза и добавляют полученный раствор к пробе, затем в пробирку для центрифугирования добавляют 2 см^3 ацетонитрила.

Пробирку плотно закрывают, встряхивают и помещают на 10 мин в ультразвуковую баню при t = 50 °С. Затем пробирку центрифугируют 10 мин со скоростью 4 000 об/мин. Отбирают верхний слой в отдельную пробирку, а к оставшемуся осадку добавляют еще 5,0 см^3 5%-ного раствора ТХУ и 1,5 см^3 ацетонитрила, встряхивают, помещают в ультразвуковую баню на 10 мин, затем центрифугируют 10 мин при тех же условиях. Отбирают верхний слой и присоединяют к первой порции. К осадку в третий раз прибавляют 5,0 см^3 5%-ного раствора ТХУ и 1,5 см^3 ацетонитрила, встряхивают, помещают в ультразвуковую баню на 10 мин, затем центрифугируют 10 мин при тех же условиях. Отбирают верхний слой и присоединяют к первой и второй порциям.

Объединенный экстракт фильтруют в мерную колбу вместимостью 25 см^3 через бумажный фильтр «синяя лента», который необходимо предварительно смочить 1 см^3 5%-ного раствора ТХУ. Объем доводят до метки 5%-ным раствором ТХУ. Далее для проведения твердофазной экстракции отбирают 5 см^3 полученного экстракта в пробирку вместимостью 10 см^3, добавляют 5 см^3 дистиллированной воды, раствор тщательно перемешивают.

При содержании жира в образце более 10 % перед проведением твердофазной экстракции проводят обезжиривание фильтрата (25 см^3). Для этого его помещают в делительную воронку на 100 см^3, добавляют 25 см^3 гексана, встряхивают в течение 1 мин и оставляют до полного разделения слоев. Далее для проведения твердофазной экстракции отбирают 5 см^3 нижнего слоя в пробирку.

7.5.2 Проведение твердофазной экстракции

Подготовка картриджа: устанавливают картридж в установку для твердофазной экстракции, включают насос и пропускают через поверхность сорбента 5 см^3 метанола, а затем 3 см^3 дистиллированной воды, оставляя небольшой слой жидкости на поверхности сорбента.

Через подготовленный картридж пропускают 5 см^3 экстракта, полученного по 7.5.1. Промывают картридж 3 см^3 дистиллированной воды, а затем 3 см^3 метанола.

Высушивают картридж под вакуумом в течение 1–2 мин, а затем элюирут меламин 5 см^3 раствора аммиака в метаноле, элюат собирают в пробирку с притертой пробкой.

Все операции проводятся со скоростью элюирования 0,5–1,0 см^3/мин.

Полученный элюат упаривают досуха в этой же пробирке на роторном испарителе при температуре 50 °С.

Сухой остаток растворяют в 1,0 см^3 подвижной фазы, фильтруют через мембранный фильтр из регенерированной целлюлозы с размером пор 0,2 мкм, диаметром 25 мм.

7.6 Проведение анализа

Анализ полученного по 7.5.2 раствора проводят на жидкостном хроматографе. Условия хроматографирования такие же, как и при построении градуировочного графика по 7.3. Определяют площади пиков, используя компьютерную систему обработки сигналов. Проводят анализ двух параллельных проб.

8 Расчет результатов

Расчет содержания меламина X, мг/кг, проводят по формуле

$$X = \frac{C \times V_1 \times V_3}{m \times V_2}, \quad (2)$$

где C — концентрация меламина, найденная по градуировочному графику, мкг/см^3;

m — масса навески г;

V_1 — общий объем экстракта, 25 см^3;

V_2 — объем экстракта, взятого для пропускания через картридж, 5 см^3;

V_3 — объем подвижной фазы, взятый для растворения сухого остатка пробы после упаривания, 1,0 см^3.

За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X}$. Вычисления проводят до третьего знака после запятой и округляют до второго.

Допустимые расхождения между параллельными определениями по отношению к величине среднего арифметического значения не должны превышать 9,8 %.

Расчет $\overline{X}$ проводят по формуле

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (3)$$

где X_1 — результат первого параллельного определения;

X_2 — результат второго параллельного определения.

Гарантированный результат измерений, выдаваемый лабораторией, может быть представлен в виде

$$(\overline{X} \pm U(X)),\ \text{г/кг}, \quad (4)$$

где $\overline{X}$ — среднее арифметическое из результатов измерений двух параллельных проб;

$U(X)$ — абсолютное значение расширенной неопределенности результата измерений, выраженное в мг/кг. Рассчитывается по формуле

$$U(X) = U \times 0{,}01 \times \overline{X}, \quad (5)$$

где U — относительное значение расширенной неопределенности, вычисленное в соответствии с таблицей 2.

Если измеренная величина в пробе X_1 или X_2 оказывается меньше предела количественного определения C_{LOQ}, то вычисления по формуле (3) не производят, а дают одностороннюю оценку массовой концентрации меламина в пробе в виде $X < C_{LOQ}$, где C_{LOQ} — нижний предел количественного определения методики 0,25 мг/кг.

8.1 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, осуществляют согласно ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2.1). Два результата испытаний должны быть получены в условиях повторяемости.

Рассчитывают абсолютное расхождение между результатами единичных наблюдений $|X_1 - X_2|$, значение которого сравнивают с абсолютным значением предела повторяемости $r_{абс}$. Абсолютное значение предела повторяемости $r_{абс}$, мг/кг, рассчитывают по формуле

$$r_{абс} = 0{,}01 \cdot r \cdot \overline{X}, \quad (6)$$

где 0,01 — коэффициент пересчета из процентов;

$\overline{X}$ — среднее арифметическое значение двух результатов единичных наблюдений, мг/кг;

r — относительное значение предела повторяемости, указанное в таблице 2.

Если для значения абсолютного расхождения между двумя результатами единичных наблюдений выполняется условие

$$|X_1 - X_2| \le r_{абс}, \quad (7)$$

то оба результата считают приемлемыми и в качестве результата измерений указывают среднее арифметическое значение $\overline{X}$, рассчитанное по формуле (3).

Если абсолютное значение разности превышает значение $r_{абс}$, то следует получить еще два результата. Если размах четырех результатов испытаний равен или меньше критического размаха (см. формулу (9)), то среднее арифметическое четырех результатов (см. формулу (10)) должно указываться как конечный заявляемый результат.

$$|X_{max} - X_{min}| \le CR_{абс}, \quad (8)$$

$$CR_{абс} = 3{,}6 \cdot s_r \cdot 0{,}01 \cdot \overline{X}_{ок}, \quad (9)$$

где 0,01 — коэффициент пересчета из процентов;

s_r — относительное значение повторяемости, %, указанное в таблице 2.

$$\overline{X}_{ок} = \frac{X_1 + X_2 + X_3 + X_4}{4}. \quad (10)$$

Если условие (8) не выполняется, то следует отказаться от полученных данных, выяснить и устранить причины, приводящие к неудовлетворительным результатам. Следует провести повторное выполнение измерений после устранения причин несоответствия.

8.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности

Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в промежуточной прецизионности, осуществляют согласно ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.3.2.2).

После проверки полученных результатов параллельных определений по критерию повторяемости по 8.1 рассчитывают среднее арифметическое $\overline{\overline{X}}$ двух результатов измерений $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$ соответственно, мг/кг:

$$\overline{\overline{X}} = \frac{\overline{X}_1 + \overline{X}_2}{2}, \quad (11)$$

где $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$ — средние значения, рассчитанные на основании двух параллельных измерений, вычисленные по формуле (3) в условиях промежуточной прецизионности.

Рассчитывают абсолютную разность результатов $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$ и сравнивают с абсолютным значением критической разности $CD_{абс}$.

$$CD_{абс} = 0{,}01 \cdot CD_{0,95} \cdot \overline{\overline{X}}, \quad (12)$$

где 0,01 — коэффициент для пересчета процентов;

$$CD_{0,95} = \sqrt{r_{I(TO)}^2 - \frac{r^2}{2}}, \quad (13)$$

где r и $r_{I(TO)}$ — относительные значения пределов повторяемости и промежуточной прецизионности, указанные в таблице 2.

Если для значения абсолютного расхождения между результатами выполняется условие

$$\left|\overline{X}_1 - \overline{X}_2\right| \le CD_{\text{абс}}, \quad (14)$$

то оба конечных результата, полученные в условиях промежуточной прецизионности, считаются приемлемыми и среднее значение $\overline{\overline{X}}$, рассчитанное по формуле (11), может быть использовано в качестве заявляемого результата.

Если условие (14) не выполняется, то следует отказаться от полученных данных, выяснить и устранить причины, приводящие к неудовлетворительным результатам. Следует провести повторное выполнение измерений после устранения причин несоответствия.

9 Характеристики метода

Относительные значения показателей прецизионности (повторяемости, промежуточной прецизионности, пределов повторяемости и промежуточной прецизионности) и максимальной относительной расширенной стандартной неопределенности при уровне доверия $P = 0{,}95$ представлены в таблице 2.

Таблица 2 — Относительные значения показателей повторяемости, промежуточной прецизионности, пределов повторяемости и промежуточной прецизионности, максимальной относительной расширенной неопределенности методики при уровне доверия $P = 0{,}95$ и коэффициенте охвата К = 2

Диапазон измерений, мг/кг	Показатель повторяемости s_r, %	Показатель промежуточной прецизионности $s_{I(TO)}$, %	Предел повторяемости r, %	Предел промежуточной прецизионности $r_{I(TO)}$, %	Максимальная относительная расширенная неопределенность измерения U, %, К = 2
0,5–10,0	3,5	8,3	9,8	23,3	30,0

УДК 637.1.07:547.874.14(083.74)(476) МКС 67.100.01; 67.050

Ключевые слова: молоко, молочные продукты, соевые продукты, меламин, определение, высокоэффективная жидкостная хроматография, спектрофотометрическое детектирование

gost.e-ecolog.ru