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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
34119—
2017**

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Метод определения полициклических ароматических углеводородов высокоэффективной жидкостной хроматографией с масс-спектрометрическим детектированием

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «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 научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт мясной промышленности имени В.М. Горбатова» (ФГБНУ «ВНИИМП им. В.М. Горбатова»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 1 июня 2017 г. № 51)

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
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 1 сентября 2017 г. № 993-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34119—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2018 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2017

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

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

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Метод определения полициклических ароматических углеводородов высокоэффективной жидкостной хроматографией с масс-спектрометрическим детектированием

Meat and meat products. Method for determination of polycyclic aromatic hydrocarbons by high performance liquid chromatography with mass spectrometry detection

Дата введения — 2018—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мясо, включая мясо птицы, субпродукты, мясные и мясосодержащие продукты, и устанавливает метод определения массовой доли полициклических ароматических углеводородов (циклопента[*c*, *d*]пирена, бенз[*a*]антрацена, хризена, 5-метилхризена, бенз[*j*]флуорантена, бенз[*b*]флуорантена, бенз[*k*]флуорантена, бенз[*a*]пирена, дибенз[*a*,*l*]пирена, дибенз[*a*,*h*]антрацена, бенз[*g*,*h*,*i*]перилена, инден[1,2,3-*cd*]пирена, дибенз[*a*, *e*]пирена, дибенз[*a*,*i*] пирена, дибенз[*a*,*h*]пирена) с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором (ВЭЖХ-МС/МС).

Диапазон измерений полициклических ароматических углеводородов составляет от 0,1 до 10,0 мкг/кг.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019—79* Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. 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 ISO 3696—2013** Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля

ГОСТ 4025—95 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

Издание официальное

ГОСТ ИСО 5725-2—2003* Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

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

ГОСТ 5962—2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7269—2015 Мясо. Методы отбора образцов и органолептические методы определения свежести

ГОСТ 9792—73 Колбасные изделия и продукты из свинины, баранины, говядины и мяса других видов убойных животных и птиц. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 20289—74 Реактивы. Диметилформамид. Технические условия

ГОСТ 20469—95 Электромясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 26272—98 Часы электронно-механические кварцевые наручные и карманные. Общие технические условия

ГОСТ 26678—85 Холодильники и морозильники бытовые электрические компрессионные параметрического ряда. Общие технические условия

ГОСТ 28165—89 Приборы и аппараты лабораторные из стекла. Аквадистилляторы. Испарители. Установки ректификационные. Общие технические требования

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

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины, определения и сокращения

3.1 В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **полициклические ароматические углеводороды;** ПАУ: Группа химических канцерогенов, для которых характерно наличие в химической структуре трех и более конденсированных бензольных колец.

3.1.2 **элюент:** Подвижная фаза (растворитель или смесь растворителей).

3.1.3 **аналит:** Вещество, определяемое в пробе объекта аналитического контроля.

3.2 В настоящем стандарте применены следующие сокращения:

ДМФА — диметилформамид;

APCI — источник химической ионизации при атмосферном давлении;

SIM — режим селективного ионного детектирования;

ТФЭ — твердофазная экстракция.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 «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 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

4 Сущность метода

Метод основан на щелочном гидролизе пробы, экстракции ПАУ циклогексаном, переэкстракции ПАУ ДМФА, повторной экстракции ПАУ циклогексаном из водного раствора диметилформамида, очистке фракции ПАУ от органических примесей на картридже с силикагелем, последующем определении ПАУ высокоэффективной жидкостной хроматографией с масс-спектрометрическим детектором с *APCI*. Идентификацию ПАУ осуществляют по абсолютному времени удерживания аналитов, регистрируемых в режиме *SIM*, а массовую долю определяют по площади хроматографических пиков.

5 Требования безопасности

5.1 При подготовке и проведении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

5.2 Помещение, в котором проводят измерения, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией. Работу необходимо проводить, соблюдая правила личной гигиены и противопожарной безопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004, и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

5.3 При работе с электроприборами необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ 12.1.019.

6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Хроматограф жидкостной высокоэффективный, укомплектованный:

- трехквадрупольным масс-спектрометрическим детектором с *APCI*;
- градиентным насосом;
- хроматографической колонкой для ВЭЖХ длиной 50—150 мм и диаметром 2,1—4,6 мм с обращенной фазой С18 с привитыми фенильными группами типа PAH, размером частиц 1,8—5,0 мкм;
- блоком термостатирования колонок с поддержанием температуры 40 °С с точностью ± 0,1 °С;
- записывающим устройством с компьютерным управлением и автоматической программой обработки хроматографических данных в соответствии с комплектацией хроматографа.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 специального или высокого класса точности или весы лабораторные по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт, с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,01 мг.

Испаритель роторный по ГОСТ 28165.

Баня водяная лабораторная, имеющая диапазон температур от 20 °С до 100 °С с точностью поддержания температуры ± 0,5 °С.

Мясорубка бытовая по ГОСТ 4025 или электромясорубка бытовая по ГОСТ 20469.

Холодильник бытовой электрический по ГОСТ 26678.

Часы электронно-механические по ГОСТ 26272.

Банки стеклянные вместимостью 250—500 $см^3$ с крышкой.

Пипетки градуированные 1-2-1-1, 1-2-1-5, 1-2-1-10 по ГОСТ 29227 или дозаторы автоматические с переменным объемом дозирования и относительной погрешностью дозирования не более ± 1 %.

Колбы мерные 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Воронки В-56-80 ХС или В-75-110 ХС по ГОСТ 25336.

Колба круглодонная К-1-250-29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Колба коническая Кн-1-250-24/29 ТХС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХСВО 10 ХС по ГОСТ 25336.

Воронка ВД-1-500 ХС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Флаконы — виалы хроматографические из темного стекла вместимостью 2,0 $см^3$.

Шкаф вытяжной.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода для лабораторного анализа по ГОСТ ISO 3696 первой степени очистки.

Циклогексан, х. ч.

Гексан, х. ч.

N,N-Диметилформамид по ГОСТ 20289, х. ч.

Гидроокись калия по ГОСТ 24363, х. ч.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166, х. ч.

Метилен хлористый (дихлорметан), с содержанием основного вещества не менее 98,5 %.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Картриджи для ТФЭ на основе гидрофильного слабокислотного сорбента, силикагель размером частиц 63—200 мкм.

Ацетонитрил, ос. ч.

Стандартный раствор смеси 15 ПАУ (циклопента[*c*, *d*]пирена, бенз[*a*]антрацена, хризена, 5-метилхризена, бенз[*j*]флуорантена, бенз[*b*]флуорантена, бенз[*k*]флуорантена, бенз[*a*]пирена, дибензо[*a*, *l*]пирена, дибенз[*a*, *h*]антрацена, бенз[*g*, *h*, *i*]перилена, инден[1,2,3-*cd*]пирена, дибенз[*a*, *e*]пирена, дибенз[*a*, *i*]пирена, дибенз[*a*, *h*]пирена) в ацетонитриле концентрацией каждого аналита, равной 10 нг/см^3*.

Внутренний стандарт бенз(*b*)хризен с содержанием основного вещества не менее 99,0 %**.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также материалов и реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

7 Отбор и подготовка проб

7.1 Отбор проб проводят по ГОСТ 7269, ГОСТ 9792, ГОСТ 31467.

7.2 Пробу измельчают, дважды пропуская через мясорубку с диаметром отверстий решетки 2—4 мм, и тщательно перемешивают.

7.3 Подготовленную пробу помещают в стеклянную банку вместимостью 250—500 см^3, закрывают крышкой и хранят при температуре (4 ± 2) °С не более 2 сут.

Допускается хранить подготовленную пробу в замороженном состоянии при температуре не выше минус 18 °С не более 7 сут.

8 Подготовка к измерению

8.1 Приготовление растворов

8.1.1 Приготовление градуировочных растворов

Для определения ПАУ готовят градуировочные растворы следующих массовых концентраций: 10 нг/см^3 (раствор 1), 5 нг/см^3 (раствор 2), 1 нг/см^3 (раствор 3), 0,5 нг/см^3 (раствор 4), 0,1 нг/см^3 (раствор 5).

В качестве раствора 1 используют смесь 15 ПАУ в ацетонитриле концентрацией каждого аналита, равной 10 нг/см^3.

Для приготовления раствора 2 в хроматографическую виалу вносят 0,5 см^3 раствора 1 и 0,5 см^3 ацетонитрила.

Для приготовления раствора 3 в хроматографическую виалу вносят 0,1 см^3 раствора 1 и 0,9 см^3 ацетонитрила.

Для приготовления раствора 4 в хроматографическую виалу вносят 0,5 см^3 раствора 3 и 0,5 см^3 ацетонитрила.

Для приготовления раствора 5 в хроматографическую виалу вносят 0,1 см^3 раствора 3 и 0,9 см^3 ацетонитрила.

Растворы хранят при комнатной температуре не более 12 мес.

8.1.2 Приготовление раствора гидроокиси калия молярной концентрации *c*(KOH) = 2,0 моль/дм^3

Взвешивают 11,22 г гидроокиси калия, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в этиловом спирте, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор хранят в колбе с притертой пробкой при комнатной температуре не более 1 мес.

---

* В настоящем стандарте используется стандартный раствор смеси 15 ПАУ PAH mix 170 LA20950170AL (Dr. Ehrenstorfer). Данная информация является рекомендуемой и не исключает возможность использования другого раствора смеси с аналогичными свойствами.

** В настоящем стандарте используется в качестве внутреннего стандарта бенз(*b*)хризен C 20550000 (Dr. Ehrenstorfer). Данная информация является рекомендуемой и не исключает возможность использования другого стандарта с аналогичными свойствами.

8.1.3 Приготовление раствора N,N-диметилформамида в воде (9:1)

Смешивают 90 см^3 N,N-диметилформамида и 10 см^3 дистиллированной воды.

Раствор хранят в колбе с притертой пробкой при комнатной температуре не более 1 мес.

8.1.4 Приготовление раствора гексана и хлористого метилена (1:4)

Смешивают 20 см^3 гексана и 80 см^3 хлористого метилена. Раствор готовят в вытяжном шкафу.

Раствор хранят в колбе с притертой пробкой при комнатной температуре не более 1 мес.

8.1.5 Приготовление раствора внутреннего стандарта бенз(*b*)хризена массовой концентрацией 10 нг /см^3

Взвешивают 1 мг бенз(*b*)хризена, растворяют в ацетонитриле, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , доводят объем до метки ацетонитрилом (основной раствор).

Для приготовления раствора бенз(*b*)хризена массовой концентрацией 10 нг/см^3 дозатором в мерную колбу вместимостью 100 см^3 переносят 0,1 см^3 основного раствора и доводят объем до метки ацетонитрилом.

Раствор хранят при комнатной температуре не более 12 мес.

8.2 Приготовление экстракта пробы

8.2.1 Щелочной гидролиз пробы

Пробу массой 10 г взвешивают с точностью до второго десятичного знака, помещают в круглодонную колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 50 см^3 раствора гидроокиси калия и 1 см^3 раствора бенз(*b*)хризена в качестве внутреннего стандарта. Колбу соединяют с обратным холодильником, помещают в водяную баню и нагревают при температуре (90 ± 5) °С в течение 2 ч, периодически перемешивая содержимое колбы. После этого в колбу через холодильник добавляют 100 см^3 дистиллированной воды. Содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры и переносят в делительную воронку.

8.2.2 Экстракция ПАУ

В делительную воронку приливают 50 см^3 циклогексана, перемешивают, дают отстояться. После расслаивания нижний водно-спиртовой слой сливают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, а верхний циклогексановый слой оставляют в делительной воронке. Переливают водно-спиртовой слой в другую делительную воронку, добавляют 50 см^3 циклогексана, встряхивают, отстаивают и после расслаивания верхний циклогексановый слой присоединяют к циклогексановому экстракту в первой делительной воронке. Объединенный экстракт трижды промывают дистиллированной водой порциями по 50 см^3 и переносят в круглодонную колбу вместимостью 250 см^3. Циклогексановый экстракт частично упаривают на роторном испарителе до объема 50 см^3 при температуре не выше 40 °С.

Упаренный экстракт переносят в делительную воронку, добавляют 50 см^3 раствора N,N-диметилформамида в воде и встряхивают. Нижний слой сливают в коническую колбу вместимостью 250 см^3. Экстракцию проводят повторно, объединенный диметилформамидный экстракт переносят в делительную воронку. К экстракту приливают 100 см^3 дистиллированной воды, перемешивают и дважды проводят экстракцию циклогексаном по 50 см^3. Циклогексановый слой промывают двумя объемами дистиллированной воды по 50 см^3. Экстракт осушают, пропуская через складчатый фильтр с 10 г безводного сульфата натрия. Затем циклогексановый экстракт упаривают на роторном испарителе при температуре не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 см^3 гексана.

8.2.3 Очистка пробы методом ТФЭ

Картридж ТФЭ предварительно активируют, пропуская 3 см^3 гексана. Экстракт пропускают через картридж со скоростью 1 см^3/мин. Картридж промывают, пропуская 20 см^3 гексана. Аналиты элюируют 50 см^3 раствора гексана в хлористом метилене и переносят в круглодонную колбу. Раствор упаривают досуха на роторном испарителе при температуре 40 °С. К сухому остатку приливают 1 см^3 ацетонитрила и переносят в хроматографическую виалу вместимостью 2 см^3 для ВЭЖХ-МС/МС анализа.

9 Проведение измерений

9.1 Условия хроматографических измерений

Условия проведения измерений методом ВЭЖХ-*МС/МС* подбирают в зависимости от вида применяемого жидкостного хроматографа, масс-спектрометрического детектора и хроматографической колонки.

Например, для системы ВЭЖХ-*МС/МС* с хроматографической колонкой С18 РАН, 4,6×150 мм, 5 мкм применяют следующие условия хроматографирования:

разделение проводят в режиме градиентного элюирования (двухкомпонентная подвижная фаза);

объем вводимой пробы — 0,02 $см^3$;

скорость потока подвижной фазы — 1,0 $см^3$/мин;

температура термостата колонки — 40 °С.

Параметры и условия ВЭЖХ представлены в таблице 1.

Таблица 1 — Параметры и условия ВЭЖХ

Время, мин	Соотношение компонентов подвижной фазы	
	Вода, %	Ацетонитрил, %
0	20	80
20	0	100
35	0	100

9.2 Настройка масс-спектрометрического детектора

Настройку масс-спектрометрического детектора проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

Для настройки масс-спектрометрического детектора устанавливают следующие параметры:

температура источника — 100 °С;

температура газа десольвации — 320 °С;

скорость потока газа десольвации — 8 $дм^3$/мин;

давление иглы распылителя — 30 *psi* (2,07 Бар);

напряжение на капилляре — 4,5 кВт.

Условия регистрации аналитических сигналов в режиме селективного ионного детектирования (*SIM*) представлены в таблице 2.

Таблица 2 — Параметры воздействия на ионы в режиме *SIM* и условия химической ионизации при атмосферном давлении (*APCI*) с регистрацией положительных ионов

Аналит	Молекулярный ион, *m/z*	Потенциал декластеризации (*Frag*), В
Циклопента[*c, d*]пирен	227,3	90
Бенз[*a*]антрацен	229,3	135
Хризен	229,3	135
5-метилхризен	243,3	90
Бенз[*j*]флуорантен	253,3	90
Бенз[*b*]флуорантен	253,3	90
Бенз[*k*]флуорантен	253,3	90
Бенз[*a*]пирен	253,3	90
Дибенз[*a, l*]пирен	303,4	90
Дибенз[*a, h*]антрацен	279,4	90
Бенз[*g, h, i*]перилен	277,3	90
Инден[1,2,3-*cd*]пирен	277,3	90
Дибенз[*a, e*]пирен	303,4	90
Дибенз[*a, i*]пирен	303,4	90
Дибенз[*a,h*]пирен	303,4	90
Бенз(*b*)хризен	279,4	90

Условия детектирования оптимизируют в ручном режиме. Для этого используют градуировочные растворы ПАУ массовой концентрации 10 мкг/см^3, 5 мкг/см^3, 1 мкг/см^3, 0,5 мкг/см^3, 0,1 мкг/см^3, приготовленные по 8.1.1. При этом соотношение сигнал/шум (*S/N*) молекулярного иона должно быть не менее 1:10 для раствора 5. Напряжение на фрагменторе оптимизируют с шагом 10 *V* по максимальному отклику протонированного молекулярного иона.

9.3 Градуировка ВЭЖХ-МС/МС системы

9.3.1 Градуировку ВЭЖХ-*МС/МС* системы проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

9.3.2 Для градуировки ВЭЖХ-*МС/МС* системы используют градуировочные растворы, приготовленные по 8.1.1, с добавлением внутреннего стандарта. В качестве внутреннего стандарта используют раствор бенз(*b*)хризена в ацетонитриле массовой концентрации 10 нг/см^3. Измерения градуировочных растворов проводят в условиях, выбранных в соответствии с 9.1, 9.2. Для каждой концентрации градуировочных растворов проводят по три параллельных измерения.

Полученные хроматограммы обрабатывают с использованием компьютерной системы обработки данных хроматографа. Определяют абсолютное время удерживания каждого ПАУ. С использованием средств программного обеспечения строят градуировочную зависимость площади пиков молекулярных ионов ПАУ от концентрации аналитов в градуировочных растворах.

Коэффициент линейной корреляции полученной градуировочной зависимости должен быть не менее 0,99. При невыполнении этого условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

Проведение градуировки обязательно при замене хроматографической колонки, а также при систематическом получении неудовлетворительных результатов контроля, выполняемого в соответствии с разделом 12.

9.4 Контроль аналитической системы

Контроль выполняют с использованием приготовленных по 8.1.1 градуировочных растворов. Полученный результат измерений не должен отличаться от действительного значения концентрации определяемых веществ в градуировочном растворе более чем на 3 %, относительное стандартное отклонение времени удерживания аналитов — не более чем на 5 %. В случае невыполнения указанного критерия стабильности градуировочной характеристики проводят новую градуировку.

Контроль аналитической системы осуществляется при условиях, указанных в 9.1, 9.2, перед началом проведения измерений, а также при смене хроматографической колонки, чистке блоков аналитического прибора и т.д.

9.5 Выполнение измерений

Для контроля фона прибора перед началом серии измерений в хроматограф вводят 20 мм^3 ацетонитрила.

В виалы вместимостью 2 см^3 вносят приготовленный экстракт пробы и проводят измерения на системе ВЭЖХ-*МС/МС* при условиях, указанных в 9.1, 9.2.

По площадям хроматографических пиков молекулярных ионов с использованием установленной градуировочной характеристики и программы обработки данных находят массовую концентрацию ПАУ в анализируемой пробе.

Проводят два параллельных измерения анализируемой пробы и для каждого проводят вычисление массовой доли ПАУ.

10 Обработка результатов

10.1 В соответствии с данными, полученными при измерении градуировочных растворов, создают таблицу пиков с использованием программного обеспечения хроматографа. Расчеты содержания ПАУ, а также площади пиков выполняются системой обработки данных в автоматическом режиме. Вычисление площади пика проводят для молекулярного иона для каждого соединения (см. таблицу 2).

10.2 Массовую долю ПАУ *X*, мкг/кг, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C_{ст} \cdot S_x \cdot V_р}{S_{ст} \cdot m} \cdot K, \quad (1)$$

где $C_{ст}$ — массовая концентрация ПАУ в градуировочном растворе, нг/см^3;

S_x — площадь пика молекулярного иона ПАУ в анализируемой пробе, усл. ед.;

$V_р$ — объем раствора ПАУ в ацетонитриле (см. 8.2.3), см^3;

$S_{ст}$ — площадь пика молекулярного иона ПАУ в градуировочном растворе, усл. ед.;

m — масса анализируемой пробы, г;

K — коэффициент, учитывающий потери аналитов в ходе пробоподготовки и рассчитанный по формуле (2).

10.3 Коэффициент K для каждого индивидуального ПАУ вычисляют по формуле

$$K = \frac{C_{вн1}}{C_{вн2}}, \qquad (2)$$

где $C_{вн1}$ — массовая концентрация бенз(*b*)хризена, полученная после пробоподготовки, нг/см^3;

$C_{вн2}$ — массовая концентрация бенз(*b*)хризена, внесенная в пробу продукта, нг/см^3.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений, если удовлетворяются условия повторяемости (сходимости).

Примечание — Результат выражают в мкг/кг, что равнозначно получаемой по формуле (1) размерности нг/г.

11 Метрологические характеристики

11.1 Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 3.

Таблица 3

Наименование определяемого ПАУ	Показатели точности		
	Границы относительной погрешности ± δ, %	Предел повторяемости (сходимости) r, мкг/кг	Предел воспроизводимости R, мкг/кг
Циклопента[*c, d*]пирен	15	$0,10x_{ср}$	$0,20X_{ср}$
Бенз[*a*]антрацен	15	$10x_{ср}$	$0,20X_{ср}$
Хризен	15	$10x_{ср}$	$0,20X_{ср}$
5-метилхризен	20	$15x_{ср}$	$0,25X_{ср}$
Бенз[j]флуорантен	20	$15x_{ср}$	$0,25X_{ср}$
Бенз[*b*]флуорантен	15	$10x_{ср}$	$0,20X_{ср}$
Бенз[*k*]флуорантен	20	$15x_{ср}$	$0,25X_{ср}$
Бенз[*a*]пирен	15	$10x_{ср}$	$0,20X_{ср}$
Дибенз[*a, l*]пирен	30	$25x_{ср}$	$0,35X_{ср}$
Дибенз[*a, h*]антрацен	25	$20x_{ср}$	$0,30X_{ср}$
Бенз[*g, h ,i*]перилен	25	$20x_{ср}$	$0,30X_{ср}$
Инден[1,2,3-*cd*]пирен	25	$20x_{ср}$	$0,30X_{ср}$
Дибенз[*a, e*]пирен	30	$25x_{ср}$	$0,35X_{ср}$
Дибенз[*a, i*]пирен	30	$25x_{ср}$	$0,35X_{ср}$
Дибенз[*a, h*]пирен	30	$25x_{ср}$	$0,35X_{ср}$

$x_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, мкг/кг.

$X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух измерений, выполненных в разных лабораториях, мкг/кг.

11.2 Расхождение между результатами двух параллельных измерений, выполненных одним оператором при измерении одной и той же пробы с использованием одних и тех же средств измерений и реактивов, не должно превышать предела повторяемости (сходимости) r, значения которого приведены в таблице 3.

$$|x_1 - x_2| \le r, \quad (3)$$

где x_1 и x_2 — результаты двух параллельных измерений, мкг/кг;

r — предел повторяемости, мкг/кг.

11.3 Расхождение между результатами двух измерений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости R, значения которого приведены в таблице 3.

$$|X_1 - X_2| \le R, \quad (4)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух измерений, выполненных в разных лабораториях, мкг/кг;

R — предел воспроизводимости, мкг/кг.

11.4 Границы относительной погрешности результатов измерений (± δ), находящиеся с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$, при соблюдении условий настоящего стандарта, не должны превышать значений, приведенных в таблице 3.

12 Контроль точности результатов измерений

12.1 Контроль стабильности результатов измерений (повторяемости, промежуточной прецизионности и погрешности) проводят в соответствии с порядком, установленным в лаборатории, по ГОСТ ИСО 5725-6 (подраздел 6.2).

12.2 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости), осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-2. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела повторяемости (r). Значения r приведены в таблице 3.

12.3 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-2. Расхождение между результатами измерений, полученными двумя лабораториями, не должно превышать предела воспроизводимости (R). Значения R приведены в таблице 3.

УДК 637.5.04.07:006.354 МКС 67.120.10

Ключевые слова: мясо, мясо птицы, субпродукты, мясные продукты, мясосодержащие продукты, полициклические ароматические углеводороды, ПАУ, высокоэффективная жидкостная хроматография, масс-спектрометрический детектор

БЗ 9—2017/83

Редактор *Д.А. Мезинова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *А.А. Ворониной*

Сдано в набор 04.09.2017. Подписано в печать 06.09.2017. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26. Тираж 29 экз. Зак. 1610.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru