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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33934— 2016

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение цинкбацитрацина методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором

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 25 октября 2016 г. № 92-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	GE	Грузстандарт
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 14 февраля 2017 г. № 49-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33934—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 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

Определение цинкбацитрацина методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором

Meat and meat products. Determination of Zn-bacitracin using high performance liquid chromatography with mass spectrometry detector

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мясо, включая мясо птицы, субпродукты, мясные и мясосодержащие продукты, и устанавливает метод определения массовой доли цинкбацитрацина с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором (ВЭЖХ-МС/МС).

Диапазон измерений цинкбацитрацина составляет от 0,02 до 100 мг/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 245—76 Реактивы. Натрий фосфорнокислый однозамещенный 2-водный. Технические условия

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

ГОСТ 3652—69 Реактивы. Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия

ГОСТ ISO 3696—2013 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля**

ГОСТ 4025—95 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 5848—73 Реактивы. Кислота муравьиная. 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 «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 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6995—77 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

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

ГОСТ 7702.2.0—95 Мясо птицы, субпродукты и полуфабрикаты птичьи. Методы отбора проб и подготовка к микробиологическим исследованиям

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 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (Трилон Б). Технические условия

ГОСТ 20469—95 Электромясорубки бытовые. Технические условия

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 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 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 и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **супернатант:** Жидкость, располагающаяся над твердым слоем (осадком, седиментом) после центрифугирования пробы.

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

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

4 Сущность метода

Метод основан на экстракции цинкбацитрацина смесью ацетонитрила, метанола, буферного раствора дигидрофосфата натрия и лимонной кислоты, с добавлением динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты, последующем центрифугировании, очистке пробы и ВЭЖХ-МС/МС анализе.

Идентификацию цинкбацитрацина осуществляют по абсолютному времени удерживания хроматографических пиков, регистрируемых в режиме мониторинга множественных реакций (*MRM*), а массовую долю определяют по площади хроматографических пиков анализируемых проб.

---

* 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».

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 проводятся 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 источником ионизации распылением в электрическом поле (*ESI*) с диапазоном измерений массовых чисел до 2000 а. е. м.;
- градиентным насосом;
- хроматографической колонкой для ВЭЖХ длиной 50—150 мм и диаметром 2,1—4,6 мм с обращенной фазой С18 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 с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,02 мг.

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

Холодильник бытовой электрический по ГОСТ 26678.

Часы электронно-механические по ГОСТ 26272.

pH-метр со стеклянным и хлорсеребряным электродами (или комбинированным стеклянным электродом) с диапазоном измерений от 0 до 14 ед. pH с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,01 ед. pH.

Баня ультразвуковая лабораторная с регулятором времени.

Центрифуга лабораторная, с центробежным ускорением 4000 *g*.

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

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 %.

Пробирки центрифужные из полипропилена вместимостью 50 $см^3$.

Фильтр мембранный из политетрафторэтилена с диаметром пор 0,45 мкм.

Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-200-2, 2-500-2 по ГОСТ 1770.

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

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

Кислота муравьиная по ГОСТ 5848, ч. д. а.

Метанол по ГОСТ 6995, х. ч.

Ацетонитрил, ос. ч.

Натрия дигидрофосфат по ГОСТ 245, ч. д. а.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, х. ч.

Соль динатриевая этилендиаминтетрауксусной кислоты по ГОСТ 10652, х. ч.

Цинкбацитрацин с содержанием основного вещества не менее 50,0 %.

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 7702.2.0, ГОСТ 9792.

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

7.3 Часть подготовленной пробы помещают в стеклянную банку вместимостью 250—500 $см^3$, закрывают крышкой и хранят при температуре (4 ± 2) °С до окончания измерений.

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 цинкбацитрацина готовят градуировочные растворы массовой концентрации: 1000 мкг/$см^3$ (раствор 1), 500 мкг/$см^3$ (раствор 2), 100 мкг/$см^3$ (раствор 3), 50 мкг/$см^3$ (раствор 4), 5 мкг/$см^3$ (раствор 5).

Для приготовления раствора 1 взвешивают 100,0 мг цинкбацитрацина, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем до метки метанолом.

Примечание — При расчете концентрации градуировочных растворов учитывают содержание основного вещества в реактиве.

Для приготовления раствора 2 в хроматографическую виалу переносят 0,5 $см^3$ раствора 1 и 0,5 $см^3$ метанола.

Для приготовления раствора 3 в хроматографическую виалу переносят 0,1 $см^3$ раствора 1 и 0,9 $см^3$ метанола.

Для приготовления раствора 4 в хроматографическую виалу переносят 0,5 $см^3$ раствора 3 и 0,5 $см^3$ метанола.

Для приготовления раствора 5 в хроматографическую виалу переносят 0,1 $см^3$ раствора 4 и 0,9 $см^3$ метанола.

Растворы хранят в холодильнике при температуре минус (18 ± 2) °С не более 1 мес.

8.1.2 Приготовление раствора дигидрофосфата натрия молярной концентрации $c(NaH_2PO_4)$ = 0,2 моль/$дм^3$

Взвешивают 2,40 г дигидрофосфата натрия, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

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

8.1.3 Приготовление раствора лимонной кислоты молярной концентрации $c(C_6H_8O_7)$ = 0,1 моль/$дм^3$

Взвешивают 1,92 г лимонной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

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

8.1.4 Приготовление раствора динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилона Б) молярной концентрации 0,5 моль/$дм^3$

Взвешивают 1,68 г динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

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

8.1.5 Приготовление буферного раствора pH = 4,6 ед. pH

В мерную колбу вместимостью 200 $см^3$ приливают 93,5 $см^3$ раствора дигидрофосфата натрия молярной концентрации 0,2 моль/$дм^3$ и 106,5 $см^3$ раствора лимонной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$. Проверяют pH (pH = 4,6 ед. pH), добавляют 0,6 $см^3$ динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты молярной концентрации 0,5 моль/$дм^3$ и тщательно перемешивают.

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

8.1.6 Приготовление раствора для экстракции цинкбацитрацина

В колбу вместимостью 100 $см^3$ приливают 37,5 $см^3$ метанола, 37,5 $см^3$ ацетонитрила и 25,0 $см^3$ буферного раствора. Раствор тщательно перемешивают.

Раствор хранят в колбе с притертой пробкой при температуре (4 ± 2) °С не более 1 мес.

8.1.7 Приготовление подвижной фазы хроматографической системы

Для проведения хроматографических измерений используют двухкомпонентную подвижную фазу:

- элюент А: 0,1 %-ный раствор муравьиной кислоты.

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ приливают 450 $см^3$ дистиллированной воды, добавляют 0,5 $см^3$ муравьиной кислоты, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

- элюент В: смесь ацетонитрила с метанолом (7:3) с добавлением 0,1 %-ного раствора муравьиной кислоты.

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 приливают 350 см^3 ацетонитрила и 150 см^3 метанола, а затем добавляют 0,5 см^3 0,1 %-ного раствора муравьиной кислоты и перемешивают.

Перед проведением измерений элюенты дегазируют на ультразвуковой бане.

Растворы хранят в колбах с притертыми пробками в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С не более 1 мес.

8.2 Приготовление экстракта пробы

Пробу массой 5 г взвешивают с записью результата до второго десятичного знака, помещают в центрифужную пробирку вместимостью 50 см^3, добавляют 20 см^3 раствора для экстракции цинкбацитрацина и тщательно перемешивают. Экстракцию проводят на ультразвуковой бане при температуре 20 °С в течение 15 мин. После этого пробу центрифугируют 5 мин с центробежным ускорением 4000 *g*. Полученный супернатант пропускают через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм в хроматографическую виалу вместимостью 2 см^3 для проведения измерений методом ВЭЖХ-МС/МС.

9 Проведение измерений

9.1 Условия хроматографических измерений

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

Например, для системы ВЭЖХ-МС/МС с хроматографической колонкой C18 XDB plus, 2,1 × 150 мм, 3,5 мкм применяют следующие хроматографические условия:

- разделение проводят в режиме градиентного элюирования (двухкомпонентная подвижная фаза);
- объем вводимой пробы — 0,02 см^3;
- параметры и условия ВЭЖХ представлены в таблице 1.

Таблица 1 — Параметры и условия ВЭЖХ

Время, мин	Соотношение компонентов подвижной фазы		Скорость потока, см^3/мин	Температура колонки, °С
	А, %	В, %		
0	85	15	0,25	40
3,0	85	15	0,25	40
14	50	50	0,25	40
18	0	100	0,25	40
25	0	100	0,25	40
28	85	15	0,25	40

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).

Условия регистрации аналитических сигналов в режиме мониторинга множественных реакций (*MRM*) представлены в таблице 2.

Таблица 2 — Параметры воздействия на ионы в режиме *MRM* и условия ионизации распылением в электрическом поле (*ESI*) с регистрацией положительных ионов

Аналит	Молекулярный ион, *m/z*	Дочерние ионы, *m/z*	Напряжение на фрагменторе (Frag), В	Энергия диссоциации (*CE*), В
Цинкбацитрацин	475,2	199,3 86,1	70	30 40

Условия детектирования оптимизируют в ручном режиме. Для этого используют градуировочные растворы цинкбацитрацина массовой концентрации 1000, 500, 100 и 50 мкг/см^3. При этом соотношение сигнал/шум (*S/N*) молекулярного иона должно быть не менее 1:10. Напряжение на фрагменторе оптимизируют с шагом 10 *V* по максимальному отклику протонированного молекулярного иона.

Энергию диссоциации (*CE*) оптимизируют с шагом 5 *V* по максимальному отклику характерного дочернего 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, 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 цинкбацитрацина. С использованием средств программного обеспечения строят градуировочную зависимость площади пика цинкбацитрацина от концентрации аналита в пробе.

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 по разделу 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 2 мм^3 подвижной фазы (А — 85 %, В — 15 %).

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 площади хроматографических пиков двух дочерних ионов с использованием установленной градуировочной характеристики и программы обработки данных находят массовую концентрацию цинкбацитрацина в анализируемой пробе.

Проводят два параллельных измерения анализируемой пробы экстракта и для каждого проводят вычисление массовой доли цинкбацитрацина по формуле (1).

10 Обработка результатов

10.1 В соответствие с данными, полученными при измерении градуировочных растворов, создают таблицу пиков с использованием программного обеспечения хроматографа. Расчеты содержания цинк-

бацитрацина, а также площади пиков выполняются системой обработки данных в автоматическом режиме. Вычисление площади пика проводят для двух дочерних ионов для каждого соединения (см. таблицу 2).

10.2 Массовую долю цинкбацитрацина X, мг/кг, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C_{ст} \cdot \sum S_x \cdot V_p}{\sum S_{ст} \cdot V_m}, \quad (1)$$

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

$\sum S_x$ — сумма площадей пиков двух дочерних ионов цинкбацитрацина в анализируемой пробе, усл. ед.;

V_p — объем раствора для экстракции (см. 8.2), см^3;

$\sum S_{ст}$ — сумма площадей пиков двух дочерних ионов цинкбацитрацина в градуировочном растворе, усл. ед.;

m — масса анализируемой пробы, г.

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

11 Метрологические характеристики

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

Таблица 3

Наименование определяемого показателя	Диапазон измерений массовой доли цинкбацитрацина, мг/кг	Границы относительной погрешности ±δ, %	Предел повторяемости (сходимости) r, %	Предел воспроизводимости R, %
Массовая доля цинкбацитрацина, мг/кг	От 0,02 до 100,00 включ.	25	20	30

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.

$$|x_1 - x_2| \le r, \quad (2)$$

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

r — предел повторяемости, мг/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.

$$|X_1 - X_2| \le R, \quad (3)$$

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

R — предел воспроизводимости, мг/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 (подраздел 5.2). 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 (подраздел 5.3). 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, цинк-бацитрацин, высокоэффективная жидкостная хроматография, масс-спектрометрический детектор

Редактор *Д.А. Мезинова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 16.02.2017. Подписано в печать 21.02.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26. Тираж 36 экз. Зак. 381.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru