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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31691— 2012

ЗЕРНО И ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ, КОМБИКОРМА

Определение содержания зеараленона методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН группой компаний «Люмэкс» (Санкт-Петербург) и одобрен Техническим комитетом по стандартизации ТК 335 «Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 15 ноября 2012 г. № 42)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1423-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31691—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2013 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 53093—2008

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта публикуется в ежемесячно издаваемом указателе «Национальные стандарты».

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты»

© Стандартинформ, 2013

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 2
4 Средства измерений, стандартные образцы, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы 2
5 Отбор проб 3
6 Подготовка к проведению испытаний 3
7 Проведение испытаний 6
8 Обработка результатов испытаний 7
9 Метрологические характеристики 7
10 Контроль качества результатов измерений 7
Библиография 8

Поправка к ГОСТ 31691—2012 Зерно и продукты его переработки, комбикорма. Определение со-держания зеараленона методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Подраздел 6.8. Формула (7)	$m_n = \frac{V_1 \cdot V_2 \cdot C_n}{V_3}$	$m_n = \frac{V_1 \cdot V_3 \cdot C_n}{V_2}$

(ИУС № 12 2017 г.)

МКС 67.060

Поправка к ГОСТ 31691—2012 Зерно и продукты его переработки, комбикорма. Определение содержания зеараленона методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 6.2.2, заголовок	мг/дм^3	г/дм^3

(ИУС № 5 2018 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЗЕРНО И ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ, КОМБИКОРМА

Определение содержания зеараленона методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Grain and products of its treatment, mixed feeds.
Determination of zearalenone content using high-performance liquid chromatography

Дата введения — 2013—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод высокоэффективной жидкостной хроматографии с флуориметрическим или фотометрическим детектированием для определения содержания зеараленона (синоним: токсин Ф2) в пробах зерна (пшеница, кукуруза, ячмень) и продуктах его переработки, комбикормов и сырья для их производства на зерновой основе (жмых, шрот).

Диапазон значений массовой доли зеараленона составляет от 0,1 до 10 мг/кг.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6552—80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9293—74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 13586.3—83 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 13496.0—80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

ГОСТ 26312.1—84 Крупа. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 27668—88 Мука и отруби. Приемка и методы отбора проб

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 указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. 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.

Издание официальное

3 Сущность метода

Метод основан на экстракции зеараленона из пробы хлороформом, очистке полученного экстракта и определении зеараленона методом обращенно-фазовой жидкостной хроматографии с флуориметрическим или фотометрическим детектированием.

4 Средства измерений, стандартные образцы, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы

Жидкостный хроматограф с флуориметрическим (спектрофлуориметрическим) детектором, обеспечивающим возбуждение флуоресценции в диапазоне длин волн (270 ± 20) нм и регистрацию интенсивности флуоресценции в диапазоне длин волн от 450 до 470 нм или с фотометрическим (спектрофотометрическим) детектором, позволяющим проводить измерения оптической плотности в диапазоне длин волн (270 ± 20) нм. Применяемый детектор должен обеспечивать предел обнаружения зеараленона в подвижной фазе не более 0,1 мкг/см^3. Метрологические характеристики метода не зависят от вида используемого детектора.

Хроматографическая колонка с обращенно-фазовым сорбентом, имеющая эффективность не менее 40000 теоретических тарелок на метр по пику зеараленона, например Кромасил С18 длиной 150 мм и внутренним диаметром 2,1 мм.

Предколонка, заполненная обращенно-фазовым сорбентом.

Весы лабораторные общего назначения среднего класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104 и ценой наименьшего деления 0,01 г.

Пипетки градуированные 2 класса точности вместимостью 1, 5, 10 см^3 по ГОСТ 29227.

Колбы мерные 2 класса точности вместимостью 100, 200, 500 см^3 по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные 2 класса точности вместимостью 50, 100, 250 см^3 по ГОСТ 1770.

Стандартные образцы состава раствора зеараленона в ацетонитриле номинального значения массовой концентрации 100 мкг/см^3 и погрешностью аттестованного значения не более ± 5,0 мкг/см^3.

Испаритель роторный ИР-1М2 или аналогичный.

Насос лабораторный вакуумный, мембранный или водоструйный по ГОСТ 25336, обеспечивающий разрежение от 2,5 до 10 кПа.

Устройство для перемешивания проб, обеспечивающее частоту вращения до 120 мин$^{-1}$.

Измельчитель проб, обеспечивающий их измельчение до частиц менее 1 мм.

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру до 200 °С.

Холодильник бытовой.

Сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Бумага индикаторная универсальная для диапазона значений pH от 1 до 10 или pH-метр любого типа с диапазоном измерений pH от 1 до 14 с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,1.

Воронки делительные вместимостью 100 или 250 см^3 по ГОСТ 25336.

Воронки химические по ГОСТ 25336.

Колбы плоскодонные вместимостью 100, 1000 см^3 по ГОСТ 25336.

Колбы остродонные для упаривания вместимостью 10 или 50 см^3 по ГОСТ 25336.

Фильтры бумажные «красная лента».

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода для лабораторного анализа по [1] первой степени чистоты.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166, х. ч.

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

Хлороформ по ГОСТ 20015, очищенный.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, х. ч.

Ортофосфорная кислота по ГОСТ 6552, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Допускается использование других средств измерений, стандартных образцов, материалов и реактивов, имеющих аналогичные или лучшие метрологические и технические характеристики.

5 Отбор проб

Отбор проб по ГОСТ 13586.3, ГОСТ 13496.0, ГОСТ 26312.1, ГОСТ 27668.

Из средней пробы выделяют часть пробы массой не менее 100 г, которую размалывают до такого состояния, чтобы она проходила через сито с отверстиями 1 мм. Выделенную часть размолотой пробы тщательно перемешивают. Подготовленную пробу хранят до проведения испытаний в сухом темном месте в сосуде под крышкой.

Пробы муки анализируют без размалывания.

6 Подготовка к проведению испытаний

6.1 Подготовка стеклянной посуды

Посуду для приготовления и хранения подвижной фазы моют только серной кислотой (без применения других моющих средств), тщательно промывают водопроводной водой и ополаскивают дистиллированной водой.

Остальную стеклянную посуду моют горячей водой с моющим средством и тщательно ополаскивают дистиллированной водой. Посуду сушат в сушильном шкафу не менее 3 ч.

6.2 Приготовление вспомогательных растворов

6.2.1 Приготовление подвижной фазы (смесь ацетонитрил — вода в объемном соотношении 50:50)

Подвижную фазу готовят смешением равных объемов ацетонитрила и дистиллированной воды. Смесь тщательно перемешивают. Хранят подвижную фазу в стеклянном сосуде с пришлифованной или полиэтиленовой пробкой. Недопустим контакт подвижной фазы с резиной. Срок хранения — не более 1 мес.

6.2.2 Приготовление раствора гидроксида натрия массовой концентрации 40 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 помещают от 200 до 300 см^3 дистиллированной воды, 20 г гидроксида натрия, тщательно перемешивают. По окончании растворения доводят дистиллированной водой до метки. Срок хранения раствора гидроксида натрия в сосуде из полиэтилена с плотно завинчивающейся крышкой — не более 2 мес.

6.2.3 Приготовление раствора ортофосфорной кислоты объемной доли 3,5 %

В мерную колбу вместимостью 200 см^3 помещают 100 см^3 дистиллированной воды, 7 см^3 концентрированной ортофосфорной кислоты, тщательно перемешивают, доводят до метки дистиллированной водой, и снова тщательно перемешивают. Срок хранения ортофосфорной кислоты не ограничен.

6.3 Приготовление растворов зеараленона

Растворы зеараленона должны храниться в темноте при температуре не выше 6 °С в стеклянных или фторопластовых сосудах, исключающих возможность испарения растворителя.

6.3.1 Приготовление исходного раствора зеараленона номинального значения массовой концентрации 1 мкг/см^3

Пипеткой отбирают 1 см^3 стандартного образца состава раствора зеараленона в ацетонитриле номинального значения массовой концентрации 100 мкг/см^3, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки ацетонитрилом.

Действительное значение массовой концентрации зеараленона в исходном растворе (C_0, мкг/см^3) вычисляют по формуле

$$C_0 = \frac{C_{с.о} \cdot V_{с.о}}{V}, \quad (1)$$

где $C_{с.о}$ — действительное значение массовой концентрации зеараленона в стандартном образце, мкг/см^3;

$V_{с.о}$ — объем стандартного образца, взятый для приготовления раствора (1 см^3);

V — объем приготовленного раствора (100 см^3).

Срок хранения раствора — не более 6 мес в холодильнике.

6.3.2 Приготовление градуировочных растворов зеараленона

Исходный раствор зеараленона в ацетонитриле по 6.3.1 помещают в колбу для упаривания. Объем раствора зеараленона должен соответствовать требованиям таблицы 1. Удаляют растворитель упари-

ванием в токе азота или в вакууме при температуре от 40 °С до 45 °С. Полученный сухой остаток растворяют в подвижной фазе по 6.2.1 в соответствии с таблицей 1. Срок хранения градуировочных растворов — не более 24 ч.

Таблица 1

Номер раствора	Объем исходного раствора по 6.3.1, $см^3$	Объем подвижной фазы, $см^3$	Номинальное значение массовой концентрации, $мкг/см^3$
1	5	1	5,0
2	1	1	1,0
3	1	5	0,2

Действительное значение массовой концентрации раствора ($C_{гр}$, $мкг/см^3$) вычисляют по формуле

$$C_{гр} = \frac{C_0 \cdot V_0}{V_{гр}}, \quad (2)$$

где C_0 — действительное значение массовой концентрации зеараленона в исходном растворе по 6.3.1, $мкг/см^3$;

V_0 — объем исходного раствора, взятый для приготовления данного раствора, $см^3$;

$V_{гр}$ — объем подвижной фазы, $см^3$.

6.4 Подготовка хроматографа

Подготовку хроматографа к измерениям проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации.

Устанавливают рабочие длины волн детекторов (см. раздел 4). Задают необходимый расход элюента в соответствии с типоразмерами колонки, руководствуясь рекомендациями изготовителя хроматографа и колонки.

6.5 Градуировка хроматографа

В качестве образцов для градуировки анализатора используют растворы зеараленона в подвижной фазе по 6.3.2.

Регистрируют не менее двух хроматограмм градуировочного раствора каждой концентрации, проводят градуировку хроматографа, устанавливая параметры градуировочной характеристики и время удерживания зеараленона.

Задают ширину окна идентификации не более 5 %. Рассчитывают коэффициент корреляции и отклонения рассчитанных значений массовой концентрации зеараленона в каждой градуировочной точке от действительных значений.

Градуировочная характеристика должна соответствовать следующим требованиям:

- коэффициент корреляции — не менее 0,99;
- относительное отклонение рассчитанного значения от действительного значения массовой концентрации зеараленона — не более ± 10 %. Вместо относительного отклонения качество градуировочной характеристики может быть оценено по относительному стандартному отклонению, величина которого должна быть не более 5 %.

6.6 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной зависимости проводят ежедневно перед началом работы.

В качестве контрольного образца используют раствор зеараленона в подвижной фазе, приготовленный аналогично 6.3.2. Массовую концентрацию зеараленона в контрольном образце выбирают, исходя из предполагаемого содержания зеараленона в анализируемых пробах.

Регистрируют не менее двух хроматограмм контрольного образца и идентифицируют пик зеараленона по времени удерживания, внося при необходимости программную коррекцию времени удерживания пика, и при помощи градуировочной зависимости рассчитывают массовую концентрацию зеараленона для каждого ввода.

Проверяют сходимость времен удерживания и значений массовой концентрации зеараленона в растворе по формулам (3) и (4) соответственно

$$\frac{|t_1 - t_2|}{\bar{t}} \le 0{,}05, \quad (3)$$

где t_1 и t_2 — время удерживания зеараленона по первой и второй хроматограммам соответственно, мин;

$\bar{t}$ — среднеарифметическое значений t_1 и t_2, мин.

$$\frac{|C_{к1} - C_{к2}|}{\bar{C}_к} \le 0{,}07, \quad (4)$$

где $C_{к1}$ и $C_{к2}$ — массовые концентрации зеараленона, полученные по первой и второй хроматограммам соответственно, мкг/см^3;

$\bar{C}_к$ — среднеарифметическое значений $C_{к1}$ и $C_{к2}$, мкг/см^3.

Градуировочная зависимость признается стабильной, если выполняется условие

$$\frac{|\bar{C}_к - C|}{C} \le 0{,}14, \quad (5)$$

где C — действительное значение массовой концентрации зеараленона в растворе, используемом для контроля стабильности градуировочной характеристики, мкг/см^3.

Если условие (5) не выполняется, то процедуру контроля повторяют. Результаты повторного контроля считают окончательными, и градуировку хроматографа по 6.5 проводят заново.

6.7 Холостая проба

В делительную воронку помещают 20 см^3 хлороформа. Проводят все операции по 7.2, начиная с добавления 40 см^3 раствора гидроксида натрия массовой концентрации 40 мг/дм^3 (6.2.2), получая концентрат холостой пробы. Анализируют полученный концентрат по 7.3.

Если на хроматограмме присутствуют пики, по параметрам удерживания близкие к пику зеараленона, находят и устраняют причины загрязнения холостой пробы (посуда или реактивы). Наиболее вероятной причиной загрязнений является недостаточная чистота хлороформа.

В этом случае хлороформ необходимо заменить или подвергнуть тщательной перегонке, собирая среднюю фракцию с температурой кипения от 60 °С до 62 °С.

При использовании фотометрического детектирования перегонка хлороформа обязательна.

6.8 Учет потерь зеараленона в процессе подготовки пробы

Для учета потерь зеараленона в чистую плоскодонную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,5 см^3 раствора зеараленона в ацетонитриле с массовой концентрацией 1 мкг/см^3 (6.3.1), 20 см^3 хлороформа, тщательно перемешивают и продолжают выполнять все операции по 7.2—7.3.

По полученным хроматограммам рассчитывают массовую концентрацию зеараленона в концентрате пробы, используя градуировочную характеристику, и вычисляют выход зеараленона

$$\eta = \frac{m_n}{m_к}, \quad (6)$$

где η — выход зеараленона;

$m_к$ — масса зеараленона, введенного в качестве добавки, мкг (0,5 мкг);

m_n — измеренное значение массы зеараленона в образце, мкг, вычисленное по формуле

$$m_n = \frac{V_1 \cdot V_2 \cdot C_n}{V_3}, \quad (7)$$

где C_n — измеренное значение массовой концентрации зеараленона в концентрате образца, мкг/см^3;

V_1 — объем раствора гидроксида натрия, взятого для очистки экстракта, см^3 (40);

V_2 — объем щелочного экстракта пробы, взятого для дальнейшего анализа по 7.2, см^3 (30);

V_3 — объем конечного концентрата пробы, см^3 (0,5).

Выход зеараленона определяют не менее трех раз при смене партий реактивов. Полученные значения выхода зеараленона должны соответствовать следующим требованиям:

- каждое из полученных значений — не менее 0,75;
- относительное значение размаха полученных значений соответствует условию

$$\frac{|\eta_{max} - \eta_{min}|}{\bar{\eta}} \le 0{,}10, \quad (8)$$

где η_{max} и η_{min} — наибольшее и наименьшее из полученных значений выхода зеараленона;

$\bar{\eta}$ — среднеарифметическое полученных значений выхода зеараленона.

Если оба эти условия выполняются, то среднее арифметическое значение выхода зеараленона используют при расчете результатов определения по формуле (10). В противном случае находят причины потерь зеараленона и повторяют определение его выхода.

7 Проведение испытаний

7.1 Экстракция зеараленона из пробы

Навеску измельченного продукта (см. раздел 5) массой 5 г помещают в плоскодонную колбу вместимостью 100 см^3. Добавляют 40 см^3 хлороформа по 6.7 и перемешивают 30 мин на аппарате для перемешивания. Пропускают полученный экстракт через бумажный складчатый фильтр «красная лента». Отбирают 20 см^3 фильтрата. Если в анализируемой пробе содержание зеараленона ожидается на уровне 1,5 мг/кг и более, отбирают 5 см^3 фильтрата.

7.2 Очистка экстракта

Отобранный согласно 7.1 фильтрат переносят в делительную воронку, добавляют к нему 40 см^3 раствора гидроксида натрия массовой концентрации 40 мг/дм^3 (6.2.2) и встряхивают в течение 2 мин. Отбрасывают нижний хлороформный слой, отмеряют при помощи мерного цилиндра 30 см^3 верхнего слоя, содержащего зеараленон, и добавляют к нему раствор ортофосфорной кислоты (6.2.3) до pH раствора от 7 до 8 (расходуется приблизительно 30 см^3 раствора). pH раствора контролируют при помощи индикаторной бумаги или pH-метра.

При образовании в пробе стойкой эмульсии при экстракции рекомендуется упаривание начального фильтрата (20 см^3) до меньшего объема (5 см^3) перед экстракцией или центрифугирование смеси после экстракции в течение 1 мин при частоте вращения от 3000 до 4000 мин$^{-1}$.

Нейтрализованный раствор переносят в делительную воронку и проводят экстракцию зеараленона в хлороформ 2 раза порциями по 20 см^3 в течение 1 минуты каждая. Собирают хлороформные экстракты в колбу для упаривания, пропуская их через фильтр «красная лента», заполненный 5 г осушителя — безводного сернокислого натрия, предварительно промытого 5 см^3 хлороформа.

После пропускания экстрактов безводный сернокислый натрий на фильтре промывают 5 см^3 хлороформа, присоединяя его к профильтрованному экстракту.

Выпаривают раствор досуха в токе азота или при разрежении от 2,5 до 10 кПа при температуре водяной бани от 40 °С до 45 °С, сухой остаток растворяют в 0,5 см^3 подвижной фазы (6.2.1), выдерживают не менее 10 мин и полученный концентрат пробы используют для хроматографического анализа по 7.3 в течение рабочего дня.

7.3 Проведение хроматографических измерений

Регистрируют не менее двух хроматограмм концентрата пробы, полученного по 7.2. Идентифицируют пик зеараленона по совпадению времени удерживания зеараленона в концентрате пробы со временем удерживания, полученном при контроле стабильности градуировочной характеристики.

Если зеараленон в концентрате пробы обнаружен, то вычисляют его массовую концентрацию для каждой хроматограммы, используя градуировочную характеристику по 6.5.

Проверяют выполнение условия (4). Если условие (4) выполняется, то в качестве значения массовой концентрации зеараленона в концентрате пробы принимают среднее арифметическое полученных значений. Если условие не выполняется, проводят повторную регистрацию хроматограмм после устранения причины нестабильности.

Если массовая концентрация зеараленона в конечном концентрате C_x превышает 5 мкг/см^3, то концентрат необходимо разбавить подвижной фазой по 6.2.1. Коэффициент разбавления Q вычисляют по формуле:

$$Q = \frac{V_p}{V_a}, \qquad (9)$$

где V_p — объем разбавленного концентрата пробы, см^3;

V_a — объем аликвотной порции исходного концентрата пробы, взятый для разбавления, см^3.

При возникновении сомнений в правильности идентификации пика зеараленона рекомендуется ввести добавку раствора зеараленона в подвижной фазе (6.3.2) к концентрату пробы. О правильности идентификации судят по увеличению площади (высоты) предполагаемого пика зеараленона. Величина добавки должна составлять от 50 % до 150 % от найденного значения массовой концентрации зеараленона в концентрате пробы.

8 Обработка результатов испытаний

За результат измерений массовой доли зеараленона в пробе X, мг/кг, принимают значение, вычисленное по формуле:

$$X = \frac{V_4 \cdot V_6 \cdot V_8 \cdot C_X}{V_5 \cdot V_7 \cdot m \cdot \overline{\eta}} \cdot Q, \quad (10)$$

где C_X — массовая концентрация зеараленона в конечном концентрате пробы, мкг/см^3;

V_4 — объем хлороформа, взятый для экстракции, см^3 (40);

V_5 — объем аликвоты хлороформного экстракта, взятого для дальнейшего анализа по 7.1, см^3 (20);

V_6 — объем раствора гидроксида натрия, взятого для очистки экстракта, см^3 (40);

V_7 — объем аликвоты щелочного экстракта пробы, взятого для дальнейшего анализа по 7.2, см^3 (30);

V_8 — объем конечного концентрата пробы, см^3 (0,5);

m — масса навески пробы, г;

$\overline{\eta}$ — выход зеараленона по 6.8;

Q — коэффициент разбавления концентрата пробы по 7.3.

Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний согласно [4]. Результат измерения представляют в виде $X \pm \Delta$, мг/кг, где Δ — границы абсолютной погрешности измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$, мг/кг.

9 Метрологические характеристики

Метод обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2

Наименование продукта	Диапазон измерений, мг/кг	Предел повторяемости r, мг/кг	Предел воспроизводимости R, мг/кг	Границы допускаемой абсолютной погрешности (при доверительной вероятности $P = 0,95$), $\pm \Delta$, мг/кг
Зерно, мукомольно-крупяные изделия	От 0,1 до 10 включ.	0,17X	0,31X	0,22X
Комбикорма, комбикормовое сырье	От 0,1 до 10 включ.	0,25X	0,48X	0,34X
Примечание — X — результат измерений по разделу 8.				

Расхождение между двумя результатами измерений (X_1 и X_2, мг/кг), полученными в одной лаборатории в условиях повторяемости (сходимости) по [2], должно соответствовать условию

$$|X_1 - X_2| \le r, \quad (11)$$

где r — предел повторяемости, мг/кг (таблица 2).

Расхождение между двумя результатами измерений, полученными в двух лабораториях ($X_{1лаб}$ и $X_{2лаб}$, мг/кг) на идентичных образцах разными операторами с использованием различного оборудования, должно соответствовать условию

$$|X_{1лаб} - X_{2лаб}| \le R, \quad (12)$$

где R — предел воспроизводимости, мг/кг (таблица 2).

10 Контроль качества результатов измерений

Контроль качества результатов измерений в лаборатории предусматривает проведение контроля стабильности результатов измерений с учетом требований [3] (раздел 6).

Библиография

[1] ИСО 3696:1987 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

[2] ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

[3] ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

УДК 633.1:006.354 МКС 67.060 С19

Ключевые слова: зерно, зерно продовольственное, зерно фуражное, продукты переработки зерна, комбикорма, методы испытаний, хроматография, высокоэффективная жидкостная хроматография, зеараленон

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 11.06.2013. Подписано в печать 16.07.2013. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,05. Тираж 133 экз. Зак. 772.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru