
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
2019

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным 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

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Декабрь 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

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

© Стандартиформ, оформление, 2017, 2019



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

Поправка к ГОСТ 33934—2016 Мясо и мясные продукты. Определение цинкбацитарина методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором

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

(ИУС № 4 2020 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

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 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования
- ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности
- ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты
- ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание
- ГОСТ 245 Реактивы. Натрий фосфорнокислый однозамещенный 2-водный. Технические условия
- ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
- ГОСТ 3652 Реактивы. Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия
- ГОСТ 4025 Мясорубки бытовые. Технические условия
- ГОСТ 5848 Реактивы. Кислота муравьиная. Технические условия
- ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 6995 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия
- ГОСТ 7269 Мясо. Методы отбора образцов и органолептические методы определения свежести
- ГОСТ 7702.2.0 Мясо птицы, субпродукты и полуфабрикаты птичьих. Методы отбора проб и подготовка к микробиологическим исследованиям
- ГОСТ 9792 Колбасные изделия и продукты из свинины, баранины, говядины и мяса других видов убойных животных и птиц. Правила приемки и методы отбора проб
- ГОСТ 10652 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N,N',N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (Трилон Б). Технические условия
- ГОСТ 20469 Электромясорубки бытовые. Технические условия

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

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

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

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

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

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

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.eurasia.org) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 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 цинкабацицина смесью ацетонитрила, метанола, буферного раствора дигидрофосфата натрия и лимонной кислоты, с добавлением динатриевой соли этилендиамина-тетрауксусной кислоты, последующем центрифугировании, очистке пробы и ВЭЖХ-МС/МС анализе.

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

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 противопожар-

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

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

ной 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:

- трехквadrupольным 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 C18 размером частиц 1,8—5,0 мкм;
- блоком термостатирования колонок с поддержанием температуры 40 °С с точностью $\pm 0,1$ °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 $\pm 0,02$ 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 $\pm 0,01$ ед. pH.

Баня ультразвуковая лабораторная с регулятором времени.

Центрифуга лабораторная, с центробежным ускорением 4000 g.

Банки стеклянные вместимостью 250—500 см³.

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 см³.

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 см³.

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.

Цинкбациллин 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 см³, 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/см³ (раствор 1), 500 мкг/см³ (раствор 2), 100 мкг/см³ (раствор 3), 50 мкг/см³ (раствор 4), 5 мкг/см³ (раствор 5).

Для приготовления раствора 1 взвешивают 100,0 мг цинкбацитрацина, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем до метки метанолом.

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

Для приготовления раствора 2 в хроматографическую вialу переносят 0,5 см³ раствора 1 и 0,5 см³ метанола.

Для приготовления раствора 3 в хроматографическую вialу переносят 0,1 см³ раствора 1 и 0,9 см³ метанола.

Для приготовления раствора 4 в хроматографическую вialу переносят 0,5 см³ раствора 3 и 0,5 см³ метанола.

Для приготовления раствора 5 в хроматографическую вialу переносят 0,1 см³ раствора 4 и 0,9 см³ метанола.

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

8.1.2 Приготовление раствора дигидрофосфата натрия молярной концентрации $c(\text{NaH}_2\text{PO}_4) = 0,2 \text{ моль/дм}^3$

Взвешивают 2,40 г дигидрофосфата натрия, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

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

8.1.3 Приготовление раствора лимонной кислоты молярной концентрации $c(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$

Взвешивают 1,92 г лимонной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

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

8.1.4 Приготовление раствора динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилона Б) молярной концентрации 0,5 моль/дм³

Взвешивают 1,68 г динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

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

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

В мерную колбу вместимостью 200 см³ приливают 93,5 см³ раствора дигидрофосфата натрия молярной концентрации 0,2 моль/дм³ и 106,5 см³ раствора лимонной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм³. Проверяют pH (pH = 4,6 ед. pH), добавляют 0,6 см³ динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты молярной концентрации 0,5 моль/дм³ и тщательно перемешивают.

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

8.1.6 Приготовление раствора для экстракции цинкбацитрацина

В колбу вместимостью 100 см³ приливают 37,5 см³ метанола, 37,5 см³ ацетонитрила и 25,0 см³ 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 см³ приливают 450 см³ дистиллированной воды, добавляют 0,5 см³ 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 см³ приливают 350 см³ ацетонитрила и 150 см³ метанола, а затем добавляют 0,5 см³ 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 $(4 \pm 2) ^\circ\text{C}$ 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 см³, добавляют 20 см³ раствора для экстракции цинкбаци-трацина и тщательно перемешивают. Экстракцию проводят на ультразвуковой бане при температуре 20 °C 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 вialу вместимостью 2 см³ 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 см³;
- 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, °C
	A, %	B, %		
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 °C;
- температура газа десольватации — 320 °C;
- скорость потока газа десольватации — 8 дм³/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, <i>m/z</i>	Дочерние ионы, <i>m/z</i>	Напряжение на фрагменторе (Frag), В	Энергия диссоциации (<i>CE</i>), 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/см³. При этом соотношение сигнал/шум (*S/N*) молекулярного иона должно быть не менее 1:10. Напряжение на фрагменторе оптимизируют с шагом 10 В по максимальному отклику протонированного молекулярного иона.

Энергию диссоциации (*CE*) оптимизируют с шагом 5 В 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 мм³ подвижной фазы (А — 85 %, В — 15 %).

В вials вместимостью 2 см³ 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 соответствии с данными, полученными при измерении градуировочных растворов, создают таблицу пиков с использованием программного обеспечения хроматографа. Расчеты содержания цинкбацитрацина, 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

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

где $C_{\text{ст}}$ — массовая концентрация цинкбацитрацина в градуировочном растворе, мкг/см³;

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

V_p — объем раствора для экстракции (см. 8.2), см³;

$\sum S_{\text{ст}}$ — 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 измерения массовой доли цинкбацитрацина, мг/кг	Границы относительной погрешности $\pm \delta$, %	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.

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

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.

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

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 ($\pm \delta$), 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—2003 (подраздел 6.2).

12.2 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости), осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-2—2003 (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—2003 (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, цинкбацитрацин, высокоэффективная жидкостная хроматография, масс-спектрометрический детектор

Редактор *Ю.А. Расторгуева*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 02.12.2019. Подписано в печать 08.12.2019. Формат 60×84¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Поправка к ГОСТ 33934—2016 Мясо и мясные продукты. Определение цинкбацитарина методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором

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

(ИУС № 4 2020 г.)