|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ (ЕАСС)**  **EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION (EASC)** | | |
| Picture in Документ1 | **МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ**  **СТАНДАРТ** | **ГОСТ**  *(проект,*  *первая*  *редакция)* |

**МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ**

**Метод определения амфениколов и пенициллинов**

**высокоэффективной жидкостной хроматографией с**

**масс-спектрометрическим детектором**

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия

**Минск**

**Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации**

**201**

**Предисловие**

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

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–2015 «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 (Росстандартом)

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № от )

За принятие проголосовали:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Краткое наименование страны по МК(ИСО 3166) 004–97 | Код страны по МК(ИСО 3166) 004–97 | Сокращенное наименованиенационального органапо стандартизации |

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах.*

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе (каталоге) «Межгосударственные стандарты», а текст этих изменений – в информационных указателях «Межгосударственные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Межгосударственные стандарты»*

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

**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 амфениколов и пенициллинов**

**высокоэффективной жидкостной хроматографией с масс-спектрометрическим детектором**

Meat and meat products.

Method for determination of amphenicols and penicillins

by high performance liquid chromatography with mass spectrometry detection

**Дата введения –**

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на мясо убойных (продуктивных) животных, мясо птицы, субпродукты убойных (продуктивных) животных, субпродукты птицы, мясные и мясосодержащие продукты, и устанавливает метод определения содержания амфениколов (хлорамфеникол, флорфеникол, флорфеникол амин) и пенициллинов (бензилпенициллин, ампициллин, диклоксациллин, оксациллин, феноксиметилпенициллин, клоксациллин, амоксициллин) с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором (ВЭЖХ-МС/МС).

Диапазон измерений содержания амфениколов и пенициллинов составляет от 1,0 до 1000,0 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 1)

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 2)

ГОСТ 4025–95 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725–2–2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений 3)

ГОСТ ИСО 5725–6–2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике 4)

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

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

3) 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».

4) 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».

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 20469–95 Электромясорубки бытовые. 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

П р и м е ч а н и е – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на территории государства по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

**3 Термины, определения и сокращения**

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 амфениколов и пенициллинов ацетонитрилом, последующей очистке твердофазной экстракцией (ТФЭ) и ВЭЖХ-МС/МС анализе.

Идентификацию амфениколов и пенициллинов 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 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 ºС с точностью ± 0,1 ºС;

- записывающим устройством с компьютерным управлением и автоматической программой обработки хроматографических данных в соответствии с комплектацией хроматографа.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIMLR 76-1 специального или высокого класса точности или весы лабораторные по нормативным документам государства, принявшего стандарт, поверенные в установленном порядке с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,01 мг.

Баня ультразвуковая лабораторная с регулятором времени.

Испаритель роторный по ГОСТ 28165.

Центрифуга лабораторная, c центробежным ускорением 4000 *g*.

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 см3 с крышкой.

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

Колба мерная 2-100-2, 2-500-2 по ГОСТ 1770.

Колба круглодонная К-1-50-29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Пробирки центрифужные из полипропилена вместимостью 15 см3.

Флаконы – виалы хроматографические из темного стекла вместимостью 2,0 см3.

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

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

Кислота муравьиная, ос.ч.

Метанол, ос.ч.

Ацетонитрил, ос. ч.

# Картриджи ТФЭ на основе обращенно-фазного сорбента С18 с размером диаметра частиц не более 60 мкм\*.

Стандартные образцы амфениколов (хлорамфеникол, флорфеникол, флорфеникол амин) и пенициллинов (бензилпенициллин, ампициллин, диклоксациллин, оксациллин, феноксиметилпенициллин, клоксациллин, амоксициллин) 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 31467, ГОСТ 9792.

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 см3 , закрывают крышкой и хранят при температуре (4 ± 2) ºС не более 2 сут.

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

**8 Подготовка к измерению**

**8.1 Приготовление градуировочных растворов**

Для определения амфениколов и пенициллинов готовят градуировочные растворы следующих массовых концентраций: 1000 нг/см3 (раствор 1), 500 нг/см3 (раствор 2), 100 нг/см3 (раствор 3), 10 нг/см3 (раствор 4), 1,0 нг/см3 (раствор 5).

Для приготовления градуировочных растворов сначала готовят основной раствор. Для этого взвешивают по 1,0 мг индивидуального стандартного образца

\*Например патрон ТФЭ Agilent Bond С18 60 mg, 3 mL. Данная информация является рекомендуемой, приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования другой аппаратуры с аналогичными свойствами.

амфениколов и пенициллинов, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3 и доводят объем до метки метанолом.

Для приготовления раствора 1 в хроматографическую виалу переносят 0,1 см3 основного раствора и 0,9 см3 дистиллированной воды.

П р и м е ч а н и е – При расчете концентрации градуировочных растворов учитывают содержание основного вещества в реактиве.

Для приготовления раствора 2 в хроматографическую виалу переносят 0,5 см3 раствора 1 и 0,5 см3 дистиллированной воды.

Для приготовления раствора 3 в хроматографическую виалу переносят 0,1 см3 раствора 1 и 0,9 см3 дистиллированной воды.

Для приготовления раствора 4 в хроматографическую виалу переносят 0,1 см3 раствора 3 и 0,9 см3 дистиллированной воды.

Для приготовления раствора 5 в хроматографическую виалу переносят 0,1 см3 раствора 4 и 0,9 см3 дистиллированной воды.

Растворы готовят перед использованием.

8.2 Приготовление подвижной фазы хроматографической системы

Для проведения хроматографических измерений используют двухкомпонентную подвижную фазу:

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

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: 0,1 %-ного раствора муравьиной кислоты в смеси ацетонитрила с метанолом (1:1).

В мерную колбу вместимостью 500 см3 приливают 250 см3 ацетонитрила и 250 см3 метанола, а затем добавляют 0,5 см3 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) ºС не более 1 мес.

**8.3 Приготовление экстракта пробы**

**8.3.1 Экстракция амфениколов и пенициллинов**

Пробу массой 2 г взвешивают с записью результата до второго десятичного знака, помещают в центрифужную пробирку вместимостью 15 см3, добавляют 10 см3  ацетонитрила и тщательно перемешивают. Экстракцию проводят на ультразвуковой бане при комнатной температуре в течение 15 мин. После этого пробу центрифугируют 5 мин c центробежным ускорением 4000 *g*. Полученный супернатант переносят в круглодонную колбу и упаривают на роторном испарителе досуха при температуре не выше 40 °С. К полученному остатку приливают 2 см3 дистиллированной воды, перемешивают и используют для ТФЭ.

**8.3.2 Очистка пробы методом ТФЭ**

Картриджи ТФЭ предварительно активируют, пропуская 3 см3 ацетонитрила, затем 3 см3 дистиллированной воды. Анализируемый раствор наносят на картридж со скоростью 1 см3/мин. Картридж промывают, пропуская 2 см3 дистиллированной воды, отбрасывая смывы. Аналиты элюируют 5 см3 ацетонитрила со скоростью 1 см3/мин и переносят в круглодонную колбу. Раствор упаривают досуха на роторном испарителе при температуре не выше 40 °С. К сухому остатку приливают 1 см3 дистиллированной воды. Ставят на 5 мин на ультразвуковую баню до полного растворения остатка. Раствор пропускают через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм в хроматографическую виалу вместимостью 2 см3 для ВЭЖХ-МС/МС анализа.

**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.

В качестве примера могут быть приведены следующие условия определения амфениколов и пенициллинов, выполненные на системе ВЭЖХ-МС/МС с хроматографической колонкой C18, 4,6 x 50 мм, 1,8 мкм.

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

объем вводимой пробы – 0,02 см3;

скорость потока подвижной фазы – 1,0 см3/мин;

температура термостата колонки - 40 ºС.

Параметры и условия ВЭЖХ представлены в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 – Параметры и условия ВЭЖХ

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Время, мин | Соотношение компонентов подвижной фазы | |
| А, % | В, % |
| 0 | 98 | 2 |
| 1 | 98 | 2 |
| 5 | 60 | 40 |
| 6 | 20 | 80 |
| 9 | 10 | 90 |
| 9,5 | 98 | 2 |
| 14 | 98 | 2 |

**9.2 Настройка масс-спектрометрического детектора**

Для анализа подобраны следующие параметры масс-спектрометрического детектирования:

Температура источника – 100 ºС;

Температура газа десольвации – 320 ºС;

Скорость потока газа десольвации – 8 дм3/мин;

Давление иглы распылителя – 30 *psi* (2,07 Бар).

Условия регистрации аналитических сигналов в режиме 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(+) и отрицательных (-) ионов

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Аналит | Молекулярный  ион, *m*/*z* | Дочерние ионы, *m*/*z* | Напряжение фрагментора (Frag), В | Энергия диссоциации (*CE*), В |
| Хлорамфеникол | 321,0(-) | 152,0  257,0 | 92 | 13  5 |
| Хлорамфеникол | 323,0 (+) | 275,0  165,0 | 75 | 9  21 |
| Флорфеникол | 356,1 (-) | 119,1  185,1 | 110 | 10  6 |
| Флорфеникол амин | 248,1 (+) | 230,1  130,1 | 100 | 12  5 |
| Бензилпенициллин | 333,0(-) | 192,0  289,0 | 130 | 20  10 |
| Ампициллин | 350,1(+) | 192,1  106,1 | 100 | 14  7 |
| Диклоксациллин | 468,0(-) | 424,1  327,0 | 90 | 15  5 |
| Оксациллин | 400,1(-) | 259,0  356,1 | 110 | 12  7 |
| Феноксиметилпенициллин | 349,0(-) | 208,0  305,0 | 110 | 15  5 |
| Клоксациллин | 434,1(-) | 290,1  390,1 | 95 | 10  8 |
| Амоксициллин | 366,1(+) | 208,0  114,1 | 100 | 5  17 |

Условия детектирования оптимизируют в ручном режиме. Для этого используются градуировочные растворы индивидуальных веществ концентрации 1000, 500, 100, 10 и 1 нг/см3, приготовленных по 8.1. 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**

9.3.1Градуировку 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 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 амфениколов и пенициллинов. С использованием средств программного обеспечения строят градуировочную зависимость площади пика амфениколов и пенициллинов от концентрации аналитов 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 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 мкл ацетонитрила.

В виалы вместимостью 2 см3 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 йонов с использованием установленной градуировочной характеристики и программы обработки данных находят массовую концентрацию амфениколов и пенициллинов в анализируемой пробе.

Проводят два параллельных измерения анализируемой пробы и после каждого измерения вычисляют массовую долю для амфениколов и пенициллинов 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 амфениколов и пенициллинов, 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 Содержание амфениколов и пенициллинов *Х*, мкг/кг, вычисляют по формуле

*,* (1)

где *С*ст –концентрация аналита в градуировочном растворе, нг/см3;

𝛴*S*x – сумма площадей пиков двух дочерних ионов аналита в

анализируемой пробе, усл. ед.;

*V*p – объем растворителя после ТФЭ (см. 8.3.2), см3;

𝛴*S*ст – сумма площадей пиков двух дочерних ионов аналита в

градуировочном растворе, усл. ед.;

*m* – масса анализируемой пробы, г.

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.

Т а б л и ц а 3

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Наименование  определяемого аналита | Показатели точности | | |
| Границы  относительной погрешности,  ±δ, % | Предел  повторяемости (сходимости),  *r*, % | Предел  воспроизводимости *R*, % |
| Хлорамфеникол | 25 | 25 | 30 |
| Флорфеникол | 25 | 20 | 30 |
| Флорфеникол амин | 25 | 20 | 30 |
| Бензилпенициллин | 20 | 15 | 25 |
| Ампициллин | 20 | 15 | 25 |
| Диклоксациллин | 15 | 10 | 20 |
| Оксациллин | 20 | 15 | 25 |
| Феноксиметилпенициллин | 20 | 20 | *25* |
| Клоксациллин | 30 | 25 | 35 |
| Амоксициллин | 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.

|*х1* – *х2*| ≤ *r*, (3)

где *х1* и *х2* – 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.

|*X1* – *X2*| ≤ *R*, (4)

где *X1* и *X2* – 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, амфениколы, пенициллины, антибиотики, высокоэффективная жидкостная хроматография, масс-спектрометрический детектор, метод, определение, содержание

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

