

---

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION  
(ISC)

---

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

ГОСТ  
34140—  
2017

---

## ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ, КОРМА, ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ

**Метод определения микотоксинов с помощью  
высокоэффективной жидкостной хроматографии  
с масс-спектрометрическим детектированием**

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2020

## 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 учреждением «Всероссийский государственный Центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов» (ФГБУ «ВГНКИ»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

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

За принятие проголосовали:

| Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
|---|------------------------------------|---|
| Армения   | AM                                 | Минэкономики Республики Армения                                 |
| Беларусь  | BY                                 | Госстандарт Республики Беларусь                                 |
| Казахстан   | KZ                                 | Госстандарт Республики Казахстан                                |
| Киргизия  | KG                                 | Кыргызстандарт  |
| Россия  | RU                                 | Росстандарт   |
| Узбекистан  | UZ                                 | Узстандарт  |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 18 июля 2017 г. № 719-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34140—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2018 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ИЗДАНИЕ (май 2020 г.) с Поправкой (ИУС 1—2020)

*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»*

© Стандартинформ, оформление, 2017, 2020



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 Требования безопасности и условия выполнения измерений . . . . .                       | 2  |
| 5 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, посуда и реактивы . . . . . | 2  |
| 6 Подготовка к проведению измерений . . . . .  | 4  |
| 6.1 Подготовка лабораторной посуды и реактивов . . . . .                                 | 4  |
| 6.2 Приготовление растворов . . . . .  | 5  |
| 6.3 Приготовление градуировочных растворов . . . . .                                     | 5  |
| 7 Отбор и подготовка проб . . . . .  | 9  |
| 7.1 Отбор проб . . . . .   | 9  |
| 7.2 Подготовка проб . . . . .  | 9  |
| 8 Порядок выполнения анализа . . . . .   | 10 |
| 8.1 Условия хроматографических измерений . . . . .                                       | 10 |
| 8.2 Построение градуировочной характеристики . . . . .                                   | 12 |
| 8.3 ВЭЖХ-МС/МС измерение . . . . .   | 12 |
| 9 Метрологические характеристики . . . . .   | 12 |
| 10 Обработка результатов измерений . . . . .   | 18 |
| 11 Оформление результатов измерений . . . . .  | 18 |
| 12 Контроль правильности и прецизионности результатов измерений . . . . .                | 18 |



**ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ, КОРМА, ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ****Метод определения микотоксинов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием**

Food products, feed, food raw materials. Method for determination of mycotoxins by high performance liquid chromatography — mass spectrometry

**Дата введения — 2018—07—01**

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на пищевую продукцию, продовольственное сырье в части зерновых культур, корма, кормовое сырье в части зерновых и масличных культур, комбикорма и устанавливает метод высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием (далее — ВЭЖХ-МС/МС) для определения содержания микотоксинов.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

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 12.2.085 Арматура трубопроводная. Клапаны предохранительные. Выбор и расчет пропускной способности

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

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

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

ГОСТ 2603 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-6—2003<sup>1)</sup> Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ ISO 6497 Корма. Отбор проб

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6995 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 13496.0 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 13586.3 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 13979.0 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 22300 Реактивы. Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия

<sup>1)</sup> В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

ГОСТ 26312.1 Крупа. Правила приемки и методы отбора проб  
ГОСТ 27668 Мука и отруби. Приемка и методы отбора проб

**Примечание** — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации ([www.easc.by](http://www.easc.by)) 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 Сущность метода

Метод основан на экстракции микотоксинов из анализируемой пробы, идентификации и количественном определении их по площадям пиков ион-продуктов с помощью градиуровочной характеристики методом ВЭЖХ-МС/МС в режиме мониторинга выбранных реакций (МРМ).

### 4 Требования безопасности и условия выполнения измерений

4.1 Применяемые в работе реагенты относятся к веществам 1-го и 2-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007, при работе с ними необходимо соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005.

4.2 Помещения, в которых проводят анализ и подготовку проб, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.

4.3 Приготовление градиуровочных растворов проводят в вытяжном шкафу.

4.4 При выполнении измерений с использованием жидкостного хроматографа соблюдают правила по электробезопасности по ГОСТ 12.1.019 и правила безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, по ГОСТ 12.2.085.

4.5 Применяемые средства измерений должны иметь свидетельства о поверке, вспомогательные устройства — свидетельства об аттестации, оформленные в соответствии с требованиями национального законодательства в области обеспечения единства измерений.

4.6 К выполнению измерений методом ВЭЖХ-МС/МС допускаются лица, владеющие техникой ВЭЖХ-МС/МС и изучившие инструкции по эксплуатации применяемой аппаратуры.

4.7 При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха ..... от 15°C до 30 °C;
- относительная влажность воздуха ..... от 20 % до 80 %.

### 5 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, посуда и реагенты

5.1 Для измерения содержания микотоксинов применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и посуду:

- весы неавтоматического действия высокого класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой погрешности не более  $\pm 0,03$  г;

- весы специального (I) класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более  $\pm 0,5$  мг;

- масс-спектрометр с квадрупольным анализатором с диапазоном измерений от 50 до 800 атомных единиц массы (а. е. м), массовым разрешением не менее 1,0 а. е. м на полувысоте пика, с погрешностью измерений массы не более  $\pm 0,5$  а. е. м, с режимом получения и анализа фрагментных ионов (режим МС/МС);

- систему высокоеффективную жидкостную хроматографическую, состоящую из градиентного насоса, системы фильтрования и дегазации подвижных фаз, термостата хроматографической колонки, обеспечивающую температуру нагрева до  $(40 \pm 1)$  °C;

- колонку хроматографическую, заполненную обращенно-фазовым сорбентом С18 с размером частиц не более 5 мкм, длиной 150 мм и внутренним диаметром 2,1 мм;
- компьютер с установленным программным обеспечением для управления масс-спектрометром и обработки результатов измерений;
  - баню ультразвуковую с рабочей частотой не менее 20 Гц и объемом не менее 1 дм<sup>3</sup>;
  - камеру лабораторную морозильную с цифровым контроллером температуры и рабочим диапазоном температур от минус 15 °С до минус 25 °С;
  - мельницу лабораторную;
  - сито лабораторное металлическое с ячейкой 0,5 мм;
  - систему получения деионизированной воды высокой чистоты с удельным сопротивлением 18 МОм·см;
  - холодильник бытовой с цифровым контроллером температуры и рабочим диапазоном температур от 2 °С до 8 °С;
  - центрифугу лабораторную с центробежным ускорением не менее 3500 г и с адаптерами для пробирок вместимостью 50 см<sup>3</sup>;
  - центрифугу лабораторную с центробежным ускорением не менее 15 000 г и с адаптерами для микроцентрифужных пробирок;
  - шейкер вибрационный для пробирок орбитального типа движения с амплитудой встряхивания 3 мм и диапазоном скоростей от 150 до 2000 об/мин;
  - шейкер качающийся с частотой встряхивания от 2 до 50 об/мин;
  - шкаф сушильный с максимальной температурой нагрева не менее 200 °С и погрешностью поддержания заданной температуры не более ± 5 °С;
  - пробы, не содержащие микотоксинов, подготовленные и проанализированные ранее в соответствии с требованиями разделов 7 и 8, в зависимости от типа исследуемой матрицы («чистые» пробы)<sup>1)</sup>;
  - фильтры нейлоновые мембранные с размером диаметра пор не более 0,45 мкм;
  - виалы (флаконы) полипропиленовые или пробирки полипропиленовые вместимостью 50 см<sup>3</sup> с завинчивающимися крышками;
  - колбы 2—10—1 с пришлифованными пробками по ГОСТ 1770;
  - колбы 1—100(1000)—2 по ГОСТ 1770;
  - пипетки одноканальные переменной вместимости 20—200 мм<sup>3</sup> с пределом допускаемого относительного отклонения среднеарифметического значения фактического объема дозы от номинального не более ± 1,5 %;
  - пипетки одноканальные переменной вместимости 100—1000 мм<sup>3</sup> с пределом допускаемого относительного отклонения среднеарифметического значения фактического объема дозы от номинального не более ± 1 %;
  - пробирки микроцентрифужные полипропиленовые вместимостью 1,5 см<sup>3</sup>;
  - цилиндры 1—10(100,1000)—1 по ГОСТ 1770.

**(Поправка)**

5.2 При определении содержания микотоксинов применяют следующие реагенты:

- ацетат аммония с массовой долей основного вещества не менее 99,0 %;
- ацетон по ГОСТ 2603;
- ацетонитрил для ВЭЖХ-МС с массовой долей основного вещества не менее 99,9 %;
- воду деионизированную для ВЭЖХ, полученную с использованием системы производства ультрачистой воды из дистиллированной воды по ГОСТ 6709;
- кислоту уксусную по ГОСТ 61;
- метанол по ГОСТ 6995, х. ч.;
- эфир этиловый уксусной кислоты (этилацетат) по ГОСТ 22300, ч. д. а.

5.3 При измерении содержания микотоксинов в качестве образцов сравнения для приготовления исходных растворов применяют соединения с массовой долей основного вещества не менее 97,0 %:

- 3-ацетил-дезоксиваленол;
- 15-ацетил-дезоксиваленол;
- агроклавин;
- альтернариол;

<sup>1)</sup> Допускается в «чистых» пробах присутствие микотоксинов на уровне не более 0,2 % от нижнего градуировочного уровня для каждого микотоксина.

- альтернариола-метиловый эфир;
- афлатоксин  $B_1$ ;
- афлатоксин  $B_2$ ;
- афлатоксин  $G_1$ ;
- афлатоксин  $G_2$ ;
- боверицин;
- вортманин;
- глиотоксин;
- гризофульвин;
- дезоксиваленол;
- дезоксиваленол-3-глюкозид;
- деэпоксидезоксиваленол;
- диацетоксисцирпенол;
- зеараленон;
- койевая кислота;
- мелеагрин;
- микофероловая кислота;
- монилиформин;
- НТ-2 токсин;
- неосоланиол;
- ниваленол;
- охратоксин А;
- охратоксин В;
- паксиллин;
- патулин;
- пенициллиновая кислота;
- рокфортин С;
- роридин А;
- стахиботрилактам;
- стеригматоцистин;
- Т-2 тетраол;
- Т-2 токсин;
- Т-2 триол;
- тентоксин;
- тенузоновая кислота;
- фузаренон X;
- фузариевая кислота;
- фумагиллин;
- фумонизин  $B_1$ ;
- фумонизин  $B_2$ ;
- фумонизин  $B_3$ ;
- циклопиазоновая кислота;
- цитреовиридин;
- цитринин;
- эргокорнин.

5.4 Допускается применение других средств измерений и посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также вспомогательных устройств, реагентов и материалов по качеству не ниже вышеуказанных.

## 6 Подготовка к проведению измерений

### 6.1 Подготовка лабораторной посуды и реагентов

6.1.1 Мойку и сушку посуды проводят в отдельном помещении, оборудованном приточно-вытяжной вентиляцией. Для сушки лабораторной посуды и подготовки реагентов необходимо использовать отдельные сушильные шкафы.

6.1.2 Стеклянную посуду подвергают стандартной процедуре очистки лабораторной посуды с последующей последовательной промывкой органическими растворителями: этилацетатом (однократно), ацетоном (дважды).

6.1.3 Процедуру промывки органическими растворителями следует проводить в вытяжном шкафу. Рекомендуется на стадиях промывки использовать ультразвуковую баню. Окончательную сушку посуды проводят в сушильном шкафу, установленном в вытяжном шкафу, при температуре от 105 °С до 110 °С.

6.1.4 Каждую новую партию реагентов проверяют на отсутствие контаминации анализируемыми соединениями путем проведения холостого опыта в соответствии с процедурой анализа.

## 6.2 Приготовление растворов

### 6.2.1 Приготовление растворов подвижных фаз А и Б

#### 6.2.1.1 Подвижная фаза А

Для приготовления подвижной фазы А в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> приливают 890 см<sup>3</sup> дейонизированной воды, добавляют 100 см<sup>3</sup> метанола, 10 см<sup>3</sup> уксусной кислоты и 0,2 г ацетата аммония, перемешивают.

#### 6.2.1.2 Подвижная фаза Б

Для приготовления подвижной фазы Б в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> приливают 970 см<sup>3</sup> метанола, добавляют 20 см<sup>3</sup> дейонизированной воды, 10 см<sup>3</sup> уксусной кислоты и 0,2 г ацетата аммония, перемешивают.

Срок хранения растворов при комнатной температуре — не более 3 мес.

### 6.2.2 Приготовление раствора для экстракции

В мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> вносят 790 см<sup>3</sup> ацетонитрила, 200 см<sup>3</sup> дейонизированной воды и 10 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, перемешивают.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 3 мес.

## 6.3 Приготовление градуировочных растворов

Для приготовления исходных растворов  $C_0$  с массовой концентрацией 1000 мкг/см<sup>3</sup> или  $C'_0$  с массовой концентрацией 100 мкг/см<sup>3</sup> для каждого микотоксина рассчитывают необходимую массу  $i$ -го вещества, мг, с точностью до первого десятичного знака, с учетом содержания основного вещества по формуле

$$m_i = \frac{C_0 \cdot V}{P_i} \cdot 100, \quad (1)$$

где  $C_0$  — концентрация исходного раствора, мкг/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем мерной колбы, см<sup>3</sup>;

$P_i$  — массовая доля основного вещества, %.

### 6.3.1 Приготовление исходных растворов $C_0$ фумонизина $B_1$ , фумонизина $B_2$ , фумонизина $B_3$ , фузариевой кислоты, койевой кислоты

Для приготовления исходных растворов  $C_0$  с массовой концентрацией 1000 мкг/см<sup>3</sup> в мерные колбы вместимостью 10 см<sup>3</sup> вносят по отдельности рассчитанные массы фумонизина  $B_1$ , фумонизина  $B_2$ , фумонизина  $B_3$ , фузариевой кислоты, койевой кислоты. Добавляют 8 см<sup>3</sup> ацетонитрила, перемешивают, помещают в ультразвуковую баню на 15 мин и доводят объем до метки ацетонитрилом.

### 6.3.2 Приготовление исходных растворов $C'_0$

Для приготовления исходных растворов  $C'_0$  с массовой концентрацией 100 мкг/см<sup>3</sup> в мерные колбы вместимостью 10 см<sup>3</sup> вносят по отдельности рассчитанные массы микотоксинов, перечисленных в 5.3 (за исключением микотоксинов, указанных в 6.3.1). Добавляют 8 см<sup>3</sup> ацетонитрила, перемешивают, помещают в ультразвуковую баню на 15 мин и доводят объем до метки ацетонитрилом.

Срок хранения растворов  $C_0$  и  $C'_0$  при температуре от минус 15 °С до минус 25 °С — не более 12 мес.

Перед применением растворы выдерживают при комнатной температуре в темном месте не менее 30 мин.

### 6.3.3 Приготовление рабочего раствора микотоксинов $C_1$

Для приготовления рабочего раствора  $C_1$  в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят исходные растворы  $C_0$  и  $C'_0$  в объемах, указанных в таблице 1, и доводят до метки ацетонитрилом.

**ГОСТ 34140—2017**

Таблица 1 — Вносимый объем исходных растворов  $C_0$  и  $C'_0$

| Микотоксин                   | Массовая концентрация микотоксина в исходном растворе $C_0$ или $C'_0$ , мкг/см <sup>3</sup> | Вносимый объем исходных растворов $C_0$ или $C'_0$ , см <sup>3</sup> | Массовая концентрация микотоксина в рабочем растворе $C_1$ , мкг/см <sup>3</sup> |
|------------------------------|--|--|--|
| 3-Ацетил-дезоксиваленол      | 100  | 100  | 1,0  |
| 15-Ацетил-дезоксиваленол     | 100  | 100  | 1,0  |
| Агроклавин                   | 100  | 100  | 1,0  |
| Альтернариол                 | 100  | 100  | 1,0  |
| Альтернариола-метиловый эфир | 100  | 100  | 1,0  |
| Афлатоксин B <sub>1</sub>    | 100  | 10   | 0,1  |
| Афлатоксин B <sub>2</sub>    | 100  | 10   | 0,1  |
| Афлатоксин G <sub>1</sub>    | 100  | 10   | 0,1  |
| Афлатоксин G <sub>2</sub>    | 100  | 10   | 0,1  |
| Боверицин                    | 100  | 500  | 5,0  |
| Вортманин                    | 100  | 100  | 1,0  |
| Глиотоксин                   | 100  | 100  | 1,0  |
| Гризофульвин                 | 100  | 100  | 1,0  |
| Дезоксиваленол               | 100  | 500  | 5,0  |
| Дезоксиваленол-3-глюкозид    | 100  | 500  | 5,0  |
| Деэпокси-дезоксиваленол      | 100  | 100  | 1,0  |
| Диацетоксисцирпенол          | 100  | 100  | 1,0  |
| Зеараленон                   | 100  | 200  | 2,0  |
| Койевая кислота              | 1000   | 100  | 10,0   |
| Мелеагрин                    | 100  | 100  | 1,0  |
| Микофеиновая кислота         | 100  | 100  | 1,0  |
| Монилиформин                 | 100  | 100  | 1,0  |
| HT-2 токсин                  | 100  | 100  | 1,0  |
| Неосоланиол                  | 100  | 100  | 1,0  |
| Ниваленол                    | 100  | 500  | 5,0  |
| Охратоксин A                 | 100  | 10   | 0,1  |
| Охратоксин B                 | 100  | 10   | 0,1  |
| Паксиллин                    | 100  | 10   | 0,1  |
| Патулин                      | 100  | 100  | 1,0  |
| Пенициллиновая кислота       | 100  | 100  | 1,0  |
| Рокфортин C                  | 100  | 100  | 1,0  |
| Роридин A                    | 100  | 100  | 1,0  |
| Стахиботрилактам             | 100  | 100  | 1,0  |
| Стеригматоцистин             | 100  | 100  | 1,0  |

Окончание таблицы 1

| Микотоксин              | Массовая концентрация микотоксина в исходном растворе $C_0$ или $C'_0$ , мкг/см <sup>3</sup> | Вносимый объем исходных растворов $C_0$ или $C'_0$ , см <sup>3</sup> | Массовая концентрация микотоксина в рабочем растворе $C_1$ , мкг/см <sup>3</sup> |
|-------------------------|--|--|--|
| Т-2 тетраол             | 100  | 100  | 1,0  |
| Т-2 токсин              | 100  | 100  | 1,0  |
| Т-2 триол               | 100  | 100  | 1,0  |
| Тентоксин               | 100  | 100  | 1,0  |
| Тенуазоновая кислота    | 100  | 100  | 1,0  |
| Фузаренон X             | 100  | 500  | 5,0  |
| Фузариевая кислота      | 1000   | 100  | 10,0   |
| Фумагиллин              | 100  | 100  | 1,0  |
| Фумонизин $B_1$         | 1000   | 100  | 10,0   |
| Фумонизин $B_2$         | 1000   | 100  | 10,0   |
| Фумонизин $B_3$         | 1000   | 100  | 10,0   |
| Циклопиазоновая кислота | 100  | 100  | 1,0  |
| Цитреовиридин           | 100  | 100  | 1,0  |
| Цитринин                | 100  | 500  | 5,0  |
| Эргокорнин              | 100  | 100  | 1,0  |

#### 6.3.4 Приготовление рабочего раствора микотоксинов $C_2$

В мерную колбу вместимостью 10 см<sup>3</sup> вносят 1,0 см<sup>3</sup> рабочего раствора  $C_1$ , доводят до метки ацетонитрилом, перемешивают.

Растворы  $C_1$  и  $C_2$  хранят при температуре от 2 °С до 8 °С не более 6 мес.

#### 6.3.5 Приготовление матричных градуировочных растворов микотоксинов $G_1—G_6$

Матричные градуировочные растворы  $G_1—G_6$  готовят в микроцентрифужных пробирках путем обработки экстрактов «чистых» проб согласно разделу 7, в которые вносят рабочие растворы определяемых микотоксинов  $C_1$  и  $C_2$  в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2 — Приготовление матричных градуировочных растворов  $G_1—G_6$

| Матричный градуировочный раствор | Вносимый объем                    |   |   |   |
|----------------------------------|-----------------------------------|---|---|---|
|                                  | подвижной фазы А, мм <sup>3</sup> | рабочего раствора $C_1$ , мм <sup>3</sup> | рабочего раствора $C_2$ , мм <sup>3</sup> | экстракта «чистой» пробы, мм <sup>3</sup> |
| $G_1$                            | 490                               | —   | 10  | 500                                       |
| $G_2$                            | 480                               | —   | 20  | 500                                       |
| $G_3$                            | 400                               | —   | 100                                       | 500                                       |
| $G_4$                            | 480                               | 20  | —   | 500                                       |
| $G_5$                            | 400                               | 100                                       | —   | 500                                       |
| $G_6$                            | 300                               | 200                                       | —   | 500                                       |

Массовые концентрации микотоксинов в матричных градуировочных растворах приведены в таблице 3.

**ГОСТ 34140—2017**

Таблица 3 — Массовые концентрации микотоксинов в матричных градуировочных растворах

| Микотоксин                   | Массовая концентрация микотоксина, нг/см <sup>3</sup> |                |                |                |                |                |
|------------------------------|---|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
|                              | G <sub>1</sub>  | G <sub>2</sub> | G <sub>3</sub> | G <sub>4</sub> | G <sub>5</sub> | G <sub>6</sub> |
| 3-Ацетил-дезоксиваленол      | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |
| 15-Ацетил-дезоксиваленол     | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |
| Агроклавин                   | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |
| Альтернариол                 | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |
| Альтернариола-метиловый эфир | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |
| Афлатоксин B <sub>1</sub>    | 0,1   | 0,2            | 1              | 2              | 10             | 20             |
| Афлатоксин B <sub>2</sub>    | 0,1   | 0,2            | 1              | 2              | 10             | 20             |
| Афлатоксин G <sub>1</sub>    | 0,1   | 0,2            | 1              | 2              | 10             | 20             |
| Афлатоксин G <sub>2</sub>    | 0,1   | 0,2            | 1              | 2              | 10             | 20             |
| Боверицин                    | 5,0   | 10,0           | 50             | 100            | 500            | 1000           |
| Вортманнин                   | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |
| Глиотоксин                   | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |
| Гризофульвин                 | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |
| Дезоксиваленол               | 5,0   | 10,0           | 50             | 100            | 500            | 1000           |
| Дезоксиваленол-3-глюкозид    | 5,0   | 10,0           | 50             | 100            | 500            | 1000           |
| Деэпокси-дезоксиваленол      | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |
| Диацетоксисцирпенол          | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |
| Зеараленон                   | 2   | 4,0            | 20             | 40             | 200            | 400            |
| Койевая кислота              | 10,0  | 20,0           | 100            | 200            | 1000           | 2000           |
| Мелеагрин                    | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |
| Микофеиновая кислота         | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |
| Монилиформин                 | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |
| HT-2 токсин                  | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |
| Неосоланиол                  | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |
| Ниваленол                    | 5,0   | 10,0           | 50             | 100            | 500            | 1000           |
| Охратоксин А                 | 0,1   | 0,2            | 1              | 2              | 10             | 20             |
| Охратоксин В                 | 0,1   | 0,2            | 1              | 2              | 10             | 20             |
| Паксиллин                    | 0,1   | 0,2            | 1              | 2              | 10             | 20             |
| Патулин                      | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |
| Пенициллиновая кислота       | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |
| Рокфортин С                  | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |
| Роридин А                    | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |
| Стахиботрилактам             | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |
| Стеригматоцистин             | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |

Окончание таблицы 3

| Микотоксин               | Массовая концентрация микотоксина, нг/см <sup>3</sup> |                |                |                |                |                |
|--------------------------|---|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
|                          | G <sub>1</sub>  | G <sub>2</sub> | G <sub>3</sub> | G <sub>4</sub> | G <sub>5</sub> | G <sub>6</sub> |
| T-2 тетраол              | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |
| T-2 токсин               | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |
| T-2 триол                | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |
| Тентоксин                | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |
| Тенуазоновая кислота     | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |
| Фузаренон X              | 5,0   | 10,0           | 50             | 100            | 500            | 1000           |
| Фузариевая кислота       | 10,0  | 20             | 100            | 200            | 1000           | 2000           |
| Фумагиллин               | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |
| Фумонизин В <sub>1</sub> | 10,0  | 20             | 100            | 200            | 1000           | 2000           |
| Фумонизин В <sub>2</sub> | 10,0  | 20             | 100            | 200            | 1000           | 2000           |
| Фумонизин В <sub>3</sub> | 10,0  | 20             | 100            | 200            | 1000           | 2000           |
| Циклопиазоновая кислота  | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |
| Цитреовиридин            | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |
| Цитринин                 | 5,0   | 10,0           | 50             | 100            | 500            | 1000           |
| Эргокорнин               | 1,0   | 2,0            | 10             | 20             | 100            | 200            |

Пробирки встряхивают в вибрационном шейкере в течение 1 мин и проводят обработку пробы согласно разделу 7.

Срок хранения растворов G<sub>1</sub>—G<sub>6</sub> при температуре от 2 °C до 8 °C — не более 72 ч.

## 7 Отбор и подготовка проб

### 7.1 Отбор проб

- 7.1.1 Отбор проб зерна и продуктов переработки зерна — по ГОСТ 13586.3.
- 7.1.2 Отбор проб круп — по ГОСТ 26312.1.
- 7.1.3 Отбор проб муки и отрубей — по ГОСТ 27668.
- 7.1.4 Отбор проб кормов — по ГОСТ ISO 6497.
- 7.1.5 Отбор проб жмыхов, шротов — по ГОСТ 13979.0.
- 7.1.6 Отбор проб комбикормов, комбикормового сырья — по ГОСТ 13496.0.

### 7.2 Подготовка проб

Из средней пробы зерна, продуктов его переработки, круп, кормов, комбикормов, жмыхов, шротов выделяют около 100 г продукта, измельчают на лабораторной мельнице и просеивают через сито с отверстиями диаметром 0,5 мм, перемешивают.

Из средней пробы муки, отрубей выделяют около 100 г продукта, тщательно перемешивают.

Взвешивают 5,00 г подготовленной пробы и помещают в виалу или полипропиленовую пробирку вместимостью 50 см<sup>3</sup>. Добавляют 25 см<sup>3</sup> раствора для экстракции (см. 6.2.2), помещают на 30 с в вибрационный шейкер, затем — для перемешивания в течение 60 мин на качающийся шейкер. Центрифугируют при 3500 г в течение 20 мин.

В микроцентрифужную пробирку вносят 500 мм<sup>3</sup> подвижной фазы А и 500 мм<sup>3</sup> верхнего слоя экстракта. Центрифугируют при 15 000 г при температуре 4 °C в течение 20 мин. Пипеточным дозатором отбирают 700 мм<sup>3</sup> верхнего слоя экстракта и фильтруют через микрофильтр с нейлоновой мембранией в виалу для ВЭЖХ-МС/МС анализа.

## 8 Порядок выполнения анализа

### 8.1 Условия хроматографических измерений

8.1.1 Хромато-масс-спектрометр включают в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации и устанавливают параметры рабочих режимов масс-спектрометрического детектирования и хроматографического разделения.

8.1.2 Например, для колонки диаметром 2,1 мм, длиной 150 мм, с обращенно-фазовым сорбентом C18, с размером частиц не более 5,0 мкм, соблюдают следующие условия хроматографирования:

- температура колонки — 40 °С;
- скорость потока подвижной фазы — 0,25 см<sup>3</sup>/мин;
- температура в отсеке устройства ввода проб — 10 °С;
- объем вводимой пробы — 20 мм<sup>3</sup>.

Разделение проводят в режиме градиентного элюирования в соответствии с таблицей 4.

Таблица 4 — Условия градиентного элюирования

| Время, мин | Подвижная фаза А, % | Подвижная фаза Б, % |
|------------|---------------------|---------------------|
| 0,0        | 100                 | 0                   |
| 2,0        | 100                 | 0                   |
| 12,0       | 0                   | 100                 |
| 16,0       | 0                   | 100                 |
| 16,1       | 100                 | 0                   |
| 25,0       | 100                 | 0                   |

8.1.3 Параметры режима мониторинга множественных реакций (MPM) при измерении микотоксинов приведены в таблицах 5 и 6.

Регистрацию положительных и отрицательных ионов проводят путем двух отдельных последовательных измерений.

Настройки масс-спектрометрического детектора (источника ионов, ионной оптики) устанавливают при внедрении метода на каждой единице оборудования путем прямого ввода анализируемых веществ в масс-спектрометр и установления оптимальных характеристик согласно рекомендациям производителя масс-спектрометра.

Таблица 5 — Параметры режима MPM при регистрации положительных ионов

| Микотоксин                 | Ион-предшественник, <i>m/z</i> | Ион-продукт 1/ион-продукт 2 |
|----------------------------|--------------------------------|-----------------------------|
| 15-Ацетил-дезоксиниваленол | 339                            | 322/304                     |
| Агроклавин                 | 239                            | 183/208                     |
| Афлатоксин B <sub>1</sub>  | 313                            | 128/241                     |
| Афлатоксин B <sub>2</sub>  | 315                            | 259/287                     |
| Афлатоксин G <sub>1</sub>  | 329                            | 243/200                     |
| Афлатоксин G <sub>2</sub>  | 331                            | 245/189                     |
| Боверицин                  | 807                            | 384/784                     |
| Вортманнин                 | 429                            | 355/295                     |
| Глиотоксин                 | 327                            | 263/245                     |
| Гризофульвин               | 353                            | 165/215                     |

Окончание таблицы 5

| Микотоксин               | Ион-предшественник, <i>m/z</i> | Ион-продукт 1/ион-продукт 2 |
|--------------------------|--------------------------------|-----------------------------|
| Диацетоксисцирпенол      | 384                            | 307/105                     |
| Койевая кислота          | 143                            | 69/113                      |
| Мелеагрин                | 434                            | 403/334                     |
| Микофеноловая кислота    | 338                            | 207/303                     |
| HT-2 токсин              | 442                            | 263/105                     |
| Неосоланиол              | 400                            | 215/185                     |
| Охратоксин А             | 404                            | 239/102                     |
| Охратоксин В             | 370                            | 205/103                     |
| Паксиллин                | 436                            | 182/167                     |
| Пенициллиновая кислота   | 171                            | 125/97                      |
| Рокфортин С              | 390                            | 193/322                     |
| Роридин А                | 550                            | 249/231                     |
| Стахиботрилактам         | 386                            | 178/150                     |
| Стеригматоцистин         | 325                            | 310/281                     |
| T-2 тетраол              | 316                            | 215/281                     |
| T-2 токсин               | 484                            | 215/185                     |
| T-2 триол                | 400                            | 215/281                     |
| Фузариевая кислота       | 180                            | 152/134                     |
| Фумагиллин               | 459                            | 177/131                     |
| Фумонизин B <sub>1</sub> | 722                            | 334/704                     |
| Фумонизин B <sub>2</sub> | 706                            | 336/688                     |
| Фумонизин B <sub>3</sub> | 706                            | 336/319                     |
| Цитреовиридин            | 403                            | 139/297                     |
| Цитринин                 | 251                            | 233/205                     |
| Эргокорнин               | 562                            | 544/223                     |

Таблица 6 — Параметры режима МРМ при регистрации отрицательных ионов

| Микотоксин                   | Ион-предшественник, <i>m/z</i> | Ион-продукт 1/ион-продукт 2 |
|------------------------------|--------------------------------|-----------------------------|
| 3-Ацетил-дезоксиваленол      | 397                            | 59/337                      |
| Альтернариол                 | 257                            | 213/215                     |
| Альтернариола-метиловый эфир | 271                            | 256/227                     |
| Дезоксиваленол               | 295                            | 59/265                      |

Окончание таблицы 6

| Микотоксин                | Ион-предшественник, <i>m/z</i> | Ион-продукт 1/ион-продукт 2 |
|---------------------------|--------------------------------|-----------------------------|
| Дезоксиваленол-3-глюкозид | 517                            | 427/59                      |
| Деэпокси-дезоксиваленол   | 339                            | 59/249                      |
| Зеараленон                | 317                            | 131/175                     |
| Монилиформин              | 97                             | 41                          |
| Ниваленол                 | 371                            | 59/281                      |
| Патулин                   | 153                            | 109/135                     |
| Тентоксин                 | 413                            | 141/271                     |
| Тенуазоновая кислота      | 196                            | 139/112                     |
| Фузаренон X               | 413                            | 59/353                      |
| Циклопиазоновая кислота   | 335                            | 140/195                     |

## 8.2 Построение градуировочной характеристики

Построение и расчет градуировочной характеристики проводят в каждой серии измерений с помощью программного обеспечения хромато-масс-спектрометра.

8.2.1 Проводят однократные измерения не менее трех градуировочных растворов, приготовленных по 6.3.5, в порядке возрастания концентраций микотоксинов в соответствии с таблицей 3.

8.2.2 Вычисление площади пика проводят для каждого иона-продукта анализируемых микотоксинов. Допускается проведение количественных измерений по одному, наиболее интенсивному иону-продукту.

8.2.3 При построении градуировочной характеристики используют линейную регрессию, при этом коэффициент корреляции должен быть не менее 0,98.

8.2.4 Построение линейного градуировочного графика и расчет концентрации микотоксинов в анализируемых пробах выполняются системой обработки данных в автоматическом режиме.

8.2.5 Градуировочную характеристику строят заново при каждой серии измерений.

## 8.3 ВЭЖХ-МС/МС измерение

8.3.1 Для измерения содержания микотоксинов проводят ВЭЖХ-МС/МС анализ в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации применяемого оборудования.

8.3.2 Анализ выполняют в виде серии измерений, включающей следующие образцы:

- подвижная фаза А;
- «чистая» проба;
- градуировочные растворы (см. 6.3.5);
- экстракты анализируемых проб, приготовленных по 7.2.

8.3.3 В инжектор хроматографа вводят 20  $\text{мм}^3$  пробы, подготовленной в соответствии с разделом 7, и проводят измерения в условиях, используемых при установлении градуировочной зависимости.

8.3.4 Определяют и регистрируют на хроматограмме время удерживания пиков двух ионов-продуктов каждого микотоксина, соответствующее времени удерживания, найденному при измерении градуировочных растворов.

## 9 Метрологические характеристики

Установленный в настоящем стандарте метод обеспечивает выполнение измерений содержания микотоксинов с относительной расширенной неопределенностью результатов аналитических измерений при коэффициенте охвата  $k = 2$  и доверительной вероятности  $P = 0,95$ , указанной в таблице 7.

Таблица 7 — Показатели точности и прецизионности метода при измерении содержания микотоксинов

| Микотоксин                   | Диапазон измерений содержания, мкг/кг | Значение относительной расширенной неопределенности $\pm U_p$ ,%, при коэффициенте охвата $k = 2$ | Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение воспроизведимости) $\sigma_r$ % | Показатель воспроизводимости (относительное стандартное отклонение воспроизведимости) $\sigma_R$ % | Предел повторяемости $r$ ,% (при $P = 0,95$ , $k = 2$ ) |
|------------------------------|---------------------------------------|---|--|--|---|
| 3-Ацетил-дезоксиваленол      | От 100 до 2000 включ.                 | 38  | 12   | 18   | 33  |
| 15-Ацетил-дезоксиваленол     | От 100 до 1000 включ.                 | 68  | 16   | 32   | 45  |
|                              | Св. 1000 до 2000 включ.               | 35  | 11   | 16   | 30  |
| Агроклавин                   | От 10 до 200 включ.                   | 51  | 18   | 24   | 50  |
|                              | Св. 200 до 1000 включ.                | 36  | 11   | 17   | 30  |
| Альтернариол                 | От 10 до 20 включ.                    | 74  | 21   | 35   | 59  |
|                              | Св. 20 до 200 включ.                  | 54  | 16   | 25   | 43  |
|                              | От 200 до 2000 включ.                 | 33  | 10   | 16   | 28  |
| Альтернариола-метиловый эфир | От 20 до 200 включ.                   | 74  | 23   | 35   | 63  |
|                              | Св. 200 до 1000 включ.                | 63  | 13   | 30   | 36  |
|                              | Св. 1000 до 2000 включ.               | 41  | 7  | 19   | 19  |
| Афлатоксин $B_1$             | От 1 до 20 включ.                     | 53  | 15   | 25   | 42  |
|                              | Св. 20 до 200 включ.                  | 31  | 10   | 14   | 28  |
| Афлатоксин $B_2$             | От 1 до 20 включ.                     | 53  | 15   | 25   | 42  |
|                              | Св. 20 до 200 включ.                  | 31  | 10   | 14   | 28  |
| Афлатоксин $G_1$             | От 1 до 20 включ.                     | 53  | 15   | 25   | 42  |
|                              | Св. 20 до 200 включ.                  | 31  | 10   | 14   | 28  |
| Афлатоксин $G_2$             | От 1 до 20 включ.                     | 53  | 15   | 25   | 42  |
|                              | Св. 20 до 200 включ.                  | 31  | 10   | 14   | 28  |
| Боверицин                    | От 50 до 1000 включ.                  | 67  | 20   | 31   | 56  |
|                              | Св. 1000 до 10 000 включ.             | 43  | 13   | 20   | 36  |

## Продолжение таблицы 7

| Микотоксин                | Диапазон измерений содержания, мкг/кг | Значение относительной расширенной неопределенности $\pm U_p$ , %, при коэффициенте охвата $k = 2$ | Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение повторяемости) $\sigma_r$ , % | Показатель воспроизведимости (относительное стандартное отклонение воспроизведимости) $\sigma_R$ , % | Предел повторяемости $r$ , % (при $P = 0,95$ , $k = 2$ ) |
|---------------------------|---------------------------------------|--|--|--|--|
| Вортманин                 | От 20 до 100 включ.                   | 43   | 18   | 31   | 51   |
|                           | Св. 100 до 2000 включ.                | 19   | 12   | 16   | 34   |
| Глиотоксин                | От 100 до 2000 включ.                 | 54   | 21   | 30   | 58   |
|                           | От 20 до 2000 включ.                  | 46   | 15   | 22   | 42   |
| Гризофульвин              | От 100 до 500 включ.                  | 70   | 22   | 33   | 61   |
|                           | Св. 500 до 10 000 включ.              | 58   | 20   | 27   | 55   |
| Дезоксиваленол            | От 100 до 200 включ.                  | 72   | 17   | 34   | 48   |
|                           | Св. 200 до 2000 включ.                | 48   | 13   | 23   | 36   |
| Дезоксиваленол-3-глюкозид | От 200 до 2000 включ.                 | 75   | 14   | 35   | 40   |
|                           | От 10 до 200 включ.                   | 50   | 14   | 23   | 38   |
| Диацетоксисцирленол       | Св. 200 до 2000 включ.                | 34   | 11   | 16   | 30   |
|                           | От 20 до 40 включ.                    | 65   | 18   | 31   | 51   |
| Зеараленон                | Св. 40 до 400 включ.                  | 39   | 12   | 18   | 32   |
|                           | Св. 400 до 4000 включ.                | 31   | 7  | 14   | 20   |
| Койевая кислота           | От 10 000 до 20 000 включ.            | 65   | 21   | 30   | 59   |
|                           | От 20 до 200 включ.                   | 46   | 16   | 22   | 45   |
| Мелегрин                  | Св. 200 до 2000 включ.                | 28   | 8  | 13   | 21   |
|                           | От 20 до 100 включ.                   | 43   | 12   | 20   | 33   |
| Микрофеноловая кислота    | Св. 100 до 2000 включ.                | 31   | 12   | 16   | 33   |
|                           | От 20 до 200 включ.                   | 62   | 23   | 29   | 65   |
| Монилiformин              | Св. 200 до 2000 включ.                | 48   | 11   | 23   | 30   |

## Продолжение таблицы 7

| Микотоксин   | Диапазон измерений содержания, мкг/кг | Значение относительной расширенной неопределенности $\pm U_p$ , %, при коэффициенте охвата $k = 2$ | Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение воспроизводимости) $\sigma_r$ , % | Показатель воспроизведимости (относительное стандартное отклонение воспроизводимости) $\sigma_{R^*}$ , % | Предел повторяемости $r$ , % (при $P = 0,95$ , $k = 2$ ) |
|--------------|---------------------------------------|--|--|--|--|
| НТ-2 токсин  | От 10 до 20 включ.                    | 61   | 17   | 25   | 47   |
|              | Св. 20 до 1000 включ.                 | 54   | 17   | 25   | 47   |
|              | Св. 1000 до 2000 включ.               | 35   | 9  | 17   | 24   |
|              | От 10 до 20 включ.                    | 58   | 15   | 23   | 41   |
| Неосоланинол | Св. 20 до 2000 включ.                 | 36   | 12   | 17   | 32   |
|              | От 100 до 500 включ.                  | 54   | 21   | 26   | 58   |
|              | Св. 500 до 5000 включ.                | 54   | 12   | 25   | 33   |
|              | Св. 5000 до 10 000 включ.             | 39   | 13   | 18   | 36   |
| Ниваленол    | От 1 до 10 включ.                     | 72   | 16   | 34   | 43   |
|              | Св. 10 до 20 включ.                   | 47   | 12   | 22   | 33   |
|              | Св. 20 до 200 включ.                  | 32   | 10   | 15   | 29   |
|              | От 1 до 20 включ.                     | 62   | 20   | 29   | 56   |
| Охратоксин А | Св. 20 до 200 включ.                  | 34   | 8  | 16   | 23   |
|              | Св. 200 до 2000 включ.                | 32   | 10   | 15   | 29   |
|              | От 1 до 10 000 включ.                 | 39   | 13   | 18   | 36   |
|              | От 10 до 20 включ.                    | 72   | 16   | 34   | 43   |
| Охратоксин В | Св. 10 до 20 включ.                   | 47   | 12   | 22   | 33   |
|              | Св. 20 до 200 включ.                  | 32   | 10   | 15   | 29   |
|              | От 1 до 20 включ.                     | 62   | 20   | 29   | 56   |
|              | Св. 20 до 200 включ.                  | 34   | 8  | 16   | 23   |
| Паксиптилин  | От 20 до 200 включ.                   | 43   | 13   | 20   | 35   |
|              | От 1000 до 2000 включ.                | 73   | 23   | 34   | 65   |
|              | От 20 до 1000 включ.                  | 65   | 23   | 31   | 65   |
|              | Св. 1000 до 2000 включ.               | 48   | 17   | 23   | 47   |
| Рокфортин С  | От 10 до 100 включ.                   | 68   | 19   | 32   | 53   |
|              | Св. 100 до 2000 включ.                | 38   | 13   | 18   | 35   |
|              | От 20 до 100 включ.                   | 65   | 18   | 31   | 51   |
|              | Св. 100 до 2000 включ.                | 56   | 14   | 22   | 39   |

## Продолжение таблицы 7

| Микотоксин           | Диапазон измерений содержания, мкг/кг | Значение относительной расширенной неопределенности $\pm U_r$ , %, при коэффициенте охвата $k = 2$ | Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение воспроизведимости) $\sigma_r$ , % | Показатель воспроизведимости (относительное стандартное отклонение воспроизведимости) $\sigma_R$ , % | Pредел повторяемости $r$ , % (при $P = 0,95$ , $k = 2$ ) |
|----------------------|---------------------------------------|--|--|--|--|
|                      |                                       |  |  |  | Pредел повторяемости $r$ , % (при $P = 0,95$ , $k = 2$ ) |
| Стахиботрилактам     | От 10 до 20 включ.                    | 69   | 25   | 32   | 70   |
|                      | Св. 20 до 200 включ.                  | 44   | 10   | 21   | 27   |
|                      | Св. 200 до 2000 включ.                | 33   | 10   | 16   | 28   |
| Стеригматоцистин     | От 10 до 100 включ.                   | 53   | 21   | 25   | 57   |
|                      | Св. 100 до 1000 включ.                | 38   | 11   | 18   | 31   |
|                      | Св. 1000 до 2000 включ.               | 24   | 9  | 14   | 25   |
| Т-2 тетраол          | От 100 до 200 включ.                  | 54   | 24   | 29   | 67   |
|                      | Св. 200 до 2000 включ.                | 52   | 15   | 25   | 42   |
|                      | От 10 до 100 включ.                   | 46   | 13   | 22   | 37   |
| Т-2 токсин           | Св. 100 до 2000 включ.                | 38   | 11   | 18   | 30   |
|                      | От 20 до 100 включ.                   | 54   | 15   | 26   | 41   |
|                      | Св. 100 до 2000 включ.                | 43   | 10   | 20   | 27   |
| Тентоксин            | От 20 до 1000 включ.                  | 53   | 11   | 25   | 30   |
|                      | Св. 1000 до 2000 включ.               | 25   | 8  | 12   | 22   |
|                      | От 20 до 1000 включ.                  | 67   | 21   | 31   | 58   |
| Тенуазоновая кислота | Св. 1000 до 2000 включ.               | 41   | 13   | 19   | 35   |
|                      | От 500 до 10 000 включ.               | 50   | 12   | 23   | 33   |
|                      | От 100 до 1000 включ.                 | 75   | 16   | 35   | 44   |
| Фузарииевая кислота  | Св. 1000 до 2000 включ.               | 44   | 16   | 21   | 44   |
|                      | Св. 2000 до 20 000 включ.             | 33   | 12   | 16   | 34   |
|                      | От 100 до 200 включ.                  | 56   | 12   | 26   | 33   |
| Фумагиллин           | Св. 200 до 2000 включ.                | 29   | 10   | 14   | 29   |

Окончание таблицы 7

| Микотоксин                | Диапазон измерений содержания, мкг/кг | Значение относительной расширенной неопределенности $\pm U_p$ , %, при коэффициенте охвата $k = 2$ | Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение воспроизведимости) $\sigma_r$ , % | Показатель воспроизведимости (относительное стандартное отклонение воспроизведимости) $\sigma_{R^*}$ , % | Предел повторяемости $r$ , % (при $P = 0,95$ , $k = 2$ ) |
|---------------------------|---------------------------------------|--|--|--|--|
| Фумонизин В <sub>1</sub>  | От 100 до 1000 включ.                 | 71   | 12   | 33   | 32   |
|                           | Св. 1000 до 20 000 включ.             | 44   | 12   | 21   | 32   |
| Фумонизин В <sub>2</sub>  | От 100 до 10 000 включ.               | 67   | 22   | 31   | 60   |
|                           | Св. 10 000 до 20 000 включ.           | 30   | 9  | 14   | 26   |
| Фумонизин В <sub>3</sub>  | От 100 до 2000 включ.                 | 62   | 18   | 29   | 50   |
|                           | Св. 2000 до 10 000 включ.             | 48   | 11   | 23   | 31   |
| Циклополиазоновая кислота | Св. 10 000 до 20 000 включ.           | 37   | 9  | 17   | 26   |
|                           | От 20 до 100 включ.                   | 74   | 29   | 35   | 81   |
| Цитреовиридин             | Св. 100 до 200 включ.                 | 65   | 13   | 30   | 35   |
|                           | Св. 200 до 2000 включ.                | 49   | 9  | 23   | 25   |
| Цитринин                  | От 100 до 1000 включ.                 | 49   | 14   | 23   | 40   |
|                           | Св. 1000 до 2000 включ.               | 27   | 10   | 13   | 29   |
| Эргокорнин                | От 50 до 100 включ.                   | 68   | 19   | 32   | 53   |
|                           | Св. 100 до 1000 включ.                | 44   | 14   | 20   | 39   |
|                           | Св. 1000 до 2000 включ.               | 27   | 10   | 13   | 29   |
|                           | От 20 до 200 включ.                   | 49   | 14   | 23   | 40   |
|                           | Св. 200 до 2000 включ.                | 28   | 10   | 13   | 29   |

## 10 Обработка результатов измерений

10.1 В соответствии с данными, полученными при анализе градуировочных растворов, проводят количественную обработку хроматограмм с использованием программного обеспечения, получая значения массовой концентрации микотоксинов в анализируемой пробе.

10.2 Содержание микотоксина в пробе  $X$ , мкг/кг, вычисляют по формуле

$$X = 2 \frac{X_i \cdot V}{m}, \quad (2)$$

где 2 — фактор разведения экстракта;

$X_i$  — массовая концентрация микотоксина в анализируемой пробе, определенная по градуировочному графику, нг/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора для экстракции, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески, г.

10.3 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений пробы, если выполнено условие приемлемости по ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункт 5.2.2).

## 11 Оформление результатов измерений

Содержание  $i$ -го микотоксина, мкг/кг, представляют в виде

$$\bar{X}_i \pm 0,01 \cdot U_i \cdot \bar{X}_i \text{ при } P = 0,95, \quad (3)$$

где  $\bar{X}_i$  — среднеарифметическое значение вычислений двух параллельных измерений содержания  $i$ -го микотоксина в анализируемой пробе, мкг/кг;

$U_i$  — значение относительной расширенной неопределенности содержания  $i$ -го микотоксина для соответствующего диапазона измерений, % (в соответствии с таблицей 7);

$0,01 \cdot U_i \cdot \bar{X}_i$  — значение расширенной неопределенности в абсолютных единицах, мкг/кг.

Числовое значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение расширенной неопределенности, содержащее не более двух значащих цифр и выраженное в микрограммах на килограмм (мкг/кг).

## 12 Контроль правильности и прецизионности результатов измерений

Контроль правильности и прецизионности результатов измерений в пределах лаборатории осуществляют по ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункт 6.2.3) с использованием контрольных карт Шухарта.

---

УДК 633.1:636.086.1:636.087.26:006.354

МКС 65.120  
67.050  
67.060

Ключевые слова: пищевые продукты, продовольственное и кормовое сырье, комбикорма, корма, микотоксины, метод определения содержания с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

---

Редактор переиздания *Е.И. Мосур*  
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*  
Корректор *Е.Р. Ароян*  
Компьютерная верстка *Л.В. Софейчук*

Сдано в набор 11.05.2020. Подписано в печать 14.07.2020. Формат 60 × 84<sup>1</sup>/<sub>8</sub>. Гарнитура Ариал.  
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,51.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

---

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.  
[www.jurisizdat.ru](http://www.jurisizdat.ru) [y-book@mail.ru](mailto:y-book@mail.ru)

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»  
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,  
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)

**МКС 65.120**  
**67.050**  
**67.060**

**Поправка к ГОСТ 34140—2017 Продукты пищевые, корма, продовольственное сырье. Метод определения микотоксинов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием**

| В каком месте                  | Напечатано  | Должно быть   |
|--------------------------------|---|---|
| Пункт 5.1, первое перечисление | - весы неавтоматического действия высокого класса точности по ГОСТ ОИМЛ Р 76-1 с пределами допускаемой погрешности не более $\pm 0,03$ г; | - весы высокого (II) класса точности по ГОСТ ОИМЛ Р 76-1 с поверочным интервалом (e) не более 0,1 г и действительной ценой деления (d) не более 0,01 г;   |
| Пункт 5.1, второе перечисление | - весы специального (I) класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,5$ мг;                             | - весы специального (I) класса точности по ГОСТ ОИМЛ Р 76-1 с поверочным интервалом (e) не более 1 мг и действительной ценой деления (d) не более 0,1 мг; |

(ИУС № 11 2024 г.)

**Поправка к ГОСТ 34140—2017 Продукты пищевые, корма, продовольственное сырье. Метод определения микотоксинов с помощью высокозэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием**

| В каком месте                  | Напечатано  | Должно быть   |
|--------------------------------|---|---|
| Пункт 5.1, первое перечисление | максимальной нагрузкой не более 150 г и пределами допускаемой погрешности не более $\pm 0,001$ г;           | пределами допускаемой погрешности не более $\pm 0,03$ г;  |
| второе перечисление            | - весы высокого (II) класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,02$ мг; | - весы специального (I) класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,5$ мг; |

(ИУС № 1 2020 г.)

**МКС 65.120**  
**67.050**  
**67.060**

**Поправка к ГОСТ 34140—2017 Продукты пищевые, корма, продовольственное сырье. Метод определения микотоксинов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием**

| В каком месте                  | Напечатано  | Должно быть   |
|--------------------------------|---|---|
| Пункт 5.1, первое перечисление | - весы неавтоматического действия высокого класса точности по ГОСТ ОИМЛ Р 76-1 с пределами допускаемой погрешности не более $\pm 0,03$ г; | - весы высокого (II) класса точности по ГОСТ ОИМЛ Р 76-1 с поверочным интервалом (e) не более 0,1 г и действительной ценой деления (d) не более 0,01 г;   |
| Пункт 5.1, второе перечисление | - весы специального (I) класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,5$ мг;                             | - весы специального (I) класса точности по ГОСТ ОИМЛ Р 76-1 с поверочным интервалом (e) не более 1 мг и действительной ценой деления (d) не более 0,1 мг; |

(ИУС № 11 2024 г.)