МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32307—2013

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение содержания жирорастворимых витаминов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

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 Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт мясной промышленности имени В.М. Горбатова» Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ «ВНИИМП им. В.М. Горбатова» Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (ТК 226)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2013 г. № 44)

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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1881-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32307—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2015 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 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»

© Стандартинформ, оформление, 2014, 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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 2
4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы 2
5 Отбор проб 3
6 Подготовка к проведению измерений 3
7 Проведение измерений 5
8 Обработка результатов 6
9 Метрологические характеристики 6
10 Точность метода 7
11 Требования безопасности 7

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение содержания жирорастворимых витаминов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Meat and meat products. Determination of fat-soluble vitamins by high performance liquid chromatography

Дата введения — 2015—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мясо, субпродукты, мясные и мясосодержащие продукты и устанавливает метод определения массовой доли жирорастворимых витаминов: А (суммы ретинола и его сложноэфирных форм), D_2 (эргокальциферола), D_3 (холекальциферола), Е (суммы α-токоферола и его сложноэфирных форм) с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ).

Диапазон измерения массовых долей витаминов: А — от 0,1 до 10,0 мг/кг, D_2 и D_3 — от 0,01 до 1,0 мг/кг, Е — от 1,0 до 100,0 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 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4025 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 4166 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 5717.2 Банки стеклянные для консервов. Основные параметры и размеры

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

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 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 18300 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия[1)]

ГОСТ 20469 Электромясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 24363 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013.

Издание официальное

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

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

ГОСТ 27460 Трубки, капилляры и палочки из боросиликатного стекла 3,3. Общие технические условия

ГОСТ 28165 Приборы и аппараты лабораторные из стекла. Аквадистилляторы. Испарители. Установки ректификационные. Общие технические требования

ГОСТ 29227 (ИСО 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 ИСО 5725-2 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений[1)]

ГОСТ ИСО 5725-6 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике[2)]

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) 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 щелочном гидролизе пробы продукта и экстракции жирорастворимых витаминов диэтиловым эфиром. Анализ полученных экстрактов проводят методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в ультрафиолетовой (УФ) области спектра с заданной длиной волны. Полученные результаты в виде пиков на хроматограмме сопоставляют с пиками стандартных растворов образцов витаминов известных массовых концентраций.

4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Хроматограф жидкостной, укомплектованный:

- многоволновым УФ-детектором, обеспечивающим измерение при длинах волн 270, 285 и 325 нм, с относительной погрешностью спектрофотометрического определения не более 2 %;
- изократическим насосом;
- хроматографической колонкой для ВЭЖХ длиной 50—150 мм и диаметром 2,1—4,6 мм с обращенной фазой C_{18} размером частиц 1,8—5,0 мкм, имеющей эффективность не менее 5000 теоретических тарелок по пикам витаминов;
- блоком термостатирования колонок с поддержанием температуры 30 °С с точностью ± 0,1 °С;
- записывающим устройством с компьютерным управлением и автоматической программой обработки хроматографических данных в соответствии с комплектацией хроматографа.

Примечание — Для разделения витаминов D_2 и D_3 рекомендуется использовать хроматографические колонки с обращенной фазой типа PAH (пористые силикагельные частицы, химически модифицированные фенильными группами, размер пор 95 А, эффективная поверхность 160 $м^2/г$, углерод 14 %).

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002.

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1 со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,03 мг, и с погрешностью от нелинейности не более ± 0,06 мг.

Баня водяная лабораторная, имеющая диапазон температур от 20 °С до 100 °С, с точностью поддержания температуры ± 0,5 °С.

Испаритель роторный по ГОСТ 28165.

Мясорубка бытовая по ГОСТ 4025 или электромясорубка бытовая по ГОСТ 20469 с отверстиями решетки диаметром от 2 до 4 мм.

Холодильник бытовой электрический по ГОСТ 26678.

Часы электронно-механические по ГОСТ 26272.

Пипетки градуированные вместимостью 1, 5 и 10 $см^3$ по ГОСТ 29227 или дозаторы автоматические с аналогичными или измененными объемами доз с относительной погрешностью дозирования не более ± 1 %.

Воронки делительные ВД-1—250(500) ХС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2—50—2, 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Колбы круглодонные К-1—250—29/32 по ГОСТ 25336.

Колба коническая Кн-1—250—24/29 ТС по ГОСТ 25336.

Холодильник стеклянный ХСВО 10 ХС по ГОСТ 25336.

Воронка В-56(75)—80 ХС по ГОСТ 25336.

Палочки из боросиликатного стекла по ГОСТ 27460.

Банки стеклянные вместимостью 250—500 $см^3$ по ГОСТ 5717.2.

Флаконы-виалы из темного стекла вместимостью 1,5 $см^3$.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Эфир диэтиловый, ч. д. а.

Метанол, ос. ч.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х. ч.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166, х. ч.

Агидол (2,6-дитретбутил-4-метилфенол) с содержанием основного вещества не менее 99,0 %.

Ретинол (витамин А) с содержанием основного вещества не менее 98,0 %.

Эргокальциферол (витамин D_2) с содержанием основного вещества не менее 98,0 %.

Холекальциферол (витамин D_3) с содержанием основного вещества не менее 99,0 %.

α-Токоферол (витамин Е) с содержанием основного вещества не менее 96,0 %.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, аппаратуры с техническими характеристиками, а также реактивов и материалов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

5 Отбор проб

5.1 Отбор проб по ГОСТ 9792.

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

5.3 Подготовленную пробу помещают в стеклянную банку по ГОСТ 5717.2 вместимостью 250—500 $см^3$ и закрывают крышкой.

Подготовленную пробу хранят в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С не более 4 ч.

Подготовку проб к испытаниям проводят по 6.3.

6 Подготовка к проведению измерений

6.1 Приготовление растворов витаминов

6.1.1 Приготовление основного раствора витамина А с массовой концентрацией 0,1 мг/$см^3$

Взвешивают 5,0 мг ретинола, переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 1770 и доводят до метки метанолом.

6.1.2 Приготовление основного раствора витамина D_2 с массовой концентрацией 0,1 мг/$см^3$

Взвешивают 5,0 мг эргокальциферола, переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 1770 и доводят до метки метанолом.

6.1.3 Приготовление основного раствора витамина D_3 с массовой концентрацией 0,1 мг/см^3

Взвешивают 5,0 мг холекальциферола, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 1770 и доводят до метки метанолом.

6.1.4 Приготовление основного раствора витамина Е с массовой концентрацией 1,0 мг/см^3

Взвешивают 50,0 мг токоферола, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 1770 и доводят до метки метанолом.

6.1.5 Приготовление градуировочных растворов витаминов

Для определения витаминов А, D_2 и D_3 из основного раствора массовой концентрации 0,1 мг/см^3 готовят градуировочные растворы массовой концентрации 0,01 мг/см^3 (раствор 1), 0,005 мг/см^3 (раствор 2) и 0,0005 мг/см^3 (раствор 3).

Для этого градуированной пипеткой по ГОСТ 1770 в мерные колбы вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770 переносят соответственно 10 см^3 основного раствора витамина (для раствора 1) и 5 см^3 основного раствора витамина (для раствора 2). Объем раствора доводят до метки метанолом. Для приготовления градуировочного раствора 3 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770 переносят 10 см^3 градуировочного раствора 2 и доводят объем до метки метанолом.

Для определения витамина Е из основного раствора массовой концентрации 1,0 мг/см^3 готовят градуировочные растворы массовой концентрации 0,1 мг/см^3 (раствор 1), 0,05 мг/см^3 (раствор 2) и 0,005 мг/см^3 (раствор 3).

Для этого градуированной пипеткой в мерные колбы вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770 переносят соответственно 10 см^3 основного раствора витамина (для раствора 1) и 5 см^3 основного раствора витамина (для раствора 2). Объем раствора доводят до метки метанолом. Для приготовления градуировочного раствора 3 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770 переносят 10 см^3 градуировочного раствора 2 и доводят до метки метанолом.

Допускается использование смеси градуировочных растворов витаминов. Допускается приготовление градуировочных растворов с другими номинальными концентрациями целевых веществ в пределах измеряемого диапазона.

6.1.6 Растворы хранят в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С в течение 7 сут.

6.2 Приготовление раствора гидроокиси калия молярной концентрации c(КОН) = 10,0 моль/дм^3

Взвешивают 56,0 г гидроокиси калия, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770, растворяют в дистиллированной воде по ГОСТ 6709 и доводят объем до метки.

Раствор помещают в стеклянную колбу с притертой пробкой и хранят при комнатной температуре в темном месте не более одного месяца.

6.3 Подготовка пробы

6.3.1 Щелочной гидролиз пробы

Пробу анализируемого продукта массой (5,00 ± 0,01) г помещают в круглодонную колбу со шлифом вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336. Последовательно добавляют 50 см^3 этилового спирта по ГОСТ 18300, 10 см^3 раствора гидроокиси калия и 50 мг агидола.

Колбу соединяют с обратным холодильником, помешают в водяную баню и нагревают при температуре (80 ± 2) °С в течение 30 мин, периодически перемешивая палочкой из боросиликатного стекла по ГОСТ 27460 содержимое колбы. После этого содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры.

6.3.2 Экстракция жирорастворимых витаминов

В колбу приливают 50 см^3 дистиллированной воды и 50 см^3 диэтилового эфира, перемешивают, сливают в делительную воронку вместимостью 500 см^3 по ГОСТ 25336 и дают отстояться. После расслаивания нижний водно-спиртовой слой сливают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336, а верхний эфирный слой оставляют в делительной воронке. Переливают водно-спиртовой слой в другую делительную воронку, добавляют 50 см^3 диэтилового эфира, встряхивают, отстаивают и после расслаивания верхний эфирный слой присоединяют к эфирному экстракту в первой делительной воронке.

Эфирный экстракт промывают дистиллированной водой порциями по 50 см^3, отбрасывая нижний водный слой, повторяя данную процедуру трижды.

Промытый эфирный экстракт фильтруют в круглодонную колбу вместимостью 250 см^3 через складчатый фильтр со слоем безводного сернокислого натрия (10—15 г), помещенный в коническую воронку. Эфир отгоняют на роторном испарителе при температуре не выше 30 °С под вакуумом.

Сухой остаток растворяют в 0,5 $см^3$ метанола, переносят в виалу из темного стекла вместимостью 1,5 $см^3$ и проводят хроматографический анализ в соответствии с разделом 7.

Примечание — Из-за высокой чувствительности витаминов к ультрафиолетовому свету и воздуху все процедуры, связанные с анализом, следует завершить в течение одного рабочего дня, избегая воздействия натурального и интенсивного флуоресцентного света.

7 Проведение измерений

7.1 Условия проведения хроматографического анализа подбираются в зависимости от вида применяемого жидкостного хроматографа и хроматографической колонки.

В качестве примера могут быть приведены следующие условия хроматографического определения жирорастворимых витаминов, выполненные на жидкостном хроматографе[1)].

0,02 $см^3$ исследуемого раствора вводят в подготовленный к работе жидкостной хроматограф. Элюирование проводят в изократических условиях в течение 12 мин.

Состав элюента: смесь метанола и воды в объемном соотношении 92:8. Скорость подачи элюента 2,0 $см^3$/мин.

Температура колонки 30 °С. Детектирование проводят при следующих длинах волн:

325 нм — для витамина А;

270 нм — для витаминов D_2 и D_3;

285 нм — для витамина Е.

7.2 Идентификацию пиков хроматограммы исследуемого раствора проводят сравнением с хроматограммой градуировочного раствора по двум параметрам: времени удерживания и спектральному отношению *R* (отношение высот хроматографического пика на разных длинах волн).

7.3 Если время удерживания и спектральные отношения пиков хроматограммы исследуемого раствора совпадают в пределах допускаемых отклонений ($\Delta R \leq 0{,}05$, $\Delta tR \leq 3$ %) с временем удерживания и спектральными отношениями соответствующих им пиков хроматограммы градуировочного раствора, результат идентификации считают положительным.

7.4 Если спектральные отношения совпадают в пределах допускаемого отклонения, а разница времени удерживания пиков хроматограммы исследуемого раствора и хроматограммы градуировочного раствора больше допускаемого отклонения, проводят хроматографический анализ соответствующего градуировочного раствора по 7.1 и сравнивают время удерживания. В случае совпадения в дальнейшем в качестве образца используют новую хроматограмму.

В случае повторного несовпадения времени удерживания используют метод добавок, для чего к исследуемому раствору добавляют известные количества определяемых витаминов с концентрацией, сравнимой с концентрацией «сомнительных» пиков, и анализируют по 7.1.

Если на хроматограмме пробы с добавкой площади «сомнительных» пиков увеличились на величину, соответствующую величине добавки, эти пики относятся к определяемым компонентам.

Если на хроматограмме пробы с добавкой наряду с «сомнительными» пиками присутствуют пики, время удерживания и спектральные отношения которых совпадают с соответствующими параметрами добавленных компонентов, сомнительные пики не относятся к определяемым компонентам.

7.5 Если время удерживания соответствующих пиков хроматограммы исследуемого раствора и хроматограммы градуировочного раствора совпадают в пределах допускаемого отклонения, а разница спектральных отношений больше допускаемого отклонения, настоящая методика неприменима к данному образцу.

7.6 Массовая концентрация витаминов в исследуемом растворе не должна превышать предельных значений концентраций градуировочных растворов. В случае превышения исследуемый раствор, содержащий витамины, с помощью механического дозатора разбавляют метанолом в рассчитанное количество раз и проводят хроматографический анализ разбавленных растворов. Если массовая концентрация витаминов в исследуемом растворе ниже предельного значения градуировочного раствора, необходимо увеличить массу пробы.

[1)] В настоящем стандарте используется жидкостной хроматограф Dionex Ultimate 3000 с колонкой Supelco SUPELCOSIL LC-PAH 5 мкм 4,6 × 150 мм. Данная информация является рекомендуемой, приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможности использования других средств измерений с аналогичными свойствами.

8 Обработка результатов

8.1 Массовую долю каждого витамина в продукте X, мг/кг, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C_{ст} \cdot S_x \cdot V_р}{S_{ст} \cdot m \cdot 1000}, \quad (1)$$

где $C_{ст}$ — массовая концентрация индивидуального витамина в градуировочном растворе, мг/см^3;
S_x — площадь пика индивидуального витамина в анализируемой пробе, усл. ед.;
$S_{ст}$ — площадь пика индивидуального витамина в градуировочном растворе, усл. ед.;
$V_р$ — объем растворителя, взятый для растворения сухого остатка после упаривания, см^3;
m — масса исследуемой пробы, г;
1000 — коэффициент перевода массы г в кг анализируемой пробы.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных измерений, округленное до второго десятичного знака.

9 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности P = 0,95 приведены в таблице 1.

Таблица 1

Наименование определяемого витамина	Диапазон измеряемых концентраций, мг/кг	Границы относительной погрешности, ± δ, %	Предел повторяемости, r, мг/кг	Предел воспроизводимости, R, мг/кг
Витамин А	От 0,1 до 0,5 включ.	25	0,20 $x_{ср}$	0,30 $X_{ср}$
	От 0,5 до 5,0 включ.	20	0,15 $x_{ср}$	0,25 $X_{ср}$
	От 5,0 до 10,0 включ.	15	0,10 $x_{ср}$	0,20 $X_{ср}$
Витамин D_2 Витамин D_3	От 0,01 до 0,05 включ.	25	0,20 $x_{ср}$	0,30 $X_{ср}$
	От 0,05 до 0,5 включ.	20	0,15 $x_{ср}$	0,25 $X_{ср}$
	От 0,5 до 1,0 включ.	15	0,10 $x_{ср}$	0,20 $X_{ср}$
Витамин Е	От 1,0 до 5,0 включ.	20	0,15 $x_{ср}$	0,25 $X_{ср}$
	От 5,0 до 50,0 включ.	15	0,10 $x_{ср}$	0,20 $X_{ср}$
	От 50,0 до 100,0 включ.	10	0,10 $x_{ср}$	0,15 $X_{ср}$

$x_{ср}$ — среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, мг/кг.
$X_{ср}$ — среднеарифметическое результатов двух определений, выполненных в разных лабораториях, мг/кг.

Расхождение между результатами двух параллельных определений, выполненных одним оператором при анализе 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 1.

Результат анализа при доверительной вероятности P = 0,95 представляют в виде

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

где x_1 и x_2 — результаты параллельных измерений, мг/кг;
r — предел повторяемости, мг/кг.

Расхождение между результатами двух определений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости R, значения которого приведены в таблице 1.

Результат анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ представляют в виде

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

где X_1 и X_2 — результаты двух определений, выполненных в разных лабораториях, мг/кг;
R — предел воспроизводимости, мг/кг.

Границы относительной погрешности (δ), находящиеся с доверительной вероятностью $P = 0,95$, при соблюдении условий настоящего стандарта не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

10 Точность метода

Точность метода была установлена при межлабораторном испытании, проведенном в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6.

Показатели прецизионности метода определены в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-2.

11 Требования безопасности

11.1 При подготовке и проведении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

11.2 Помещение, в котором проводятся измерения, должно быть оснащено 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.

11.3 При работе с электроприборами необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ 12.1.019.

УДК 637.5.04/.07:006.354 МКС 67.120.10

Ключевые слова: мясо, мясные продукты, жирорастворимые витамины, высокоэффективная жидкостная хроматография

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Половой*

Сдано в набор 14.11.2019. Подписано в печать 27.11.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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 info@gostinfo.ru