

---

**ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
(ЕАСС)**

**EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION  
(EASC)**

---



**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ**

**ГОСТ**  
*(проект,  
первая  
редакция)*

---

## **МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ**

**Метод определения полициклических ароматических углеводов  
высокоэффективной жидкостной хроматографией с масс-  
спектрометрическим детектором**

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия

**Минск**

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

## 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 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены».

### Сведения о стандарте

1 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 наименование национального органа по 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

**ГОСТ**  
(проект, RU, первая редакция)

# МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

## МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

### Метод определения полициклических ароматических углеводородов высокоэффективной жидкостной хроматографией с масс- спектрометрическим детектором

Meat and meat products.

Method for determination of polycyclic aromatic hydrocarbons  
by high performance liquid chromatography with mass spectrometry detection

Дата введения –

#### 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мясо, включая мясо птицы, субпродукты, мясные и мясосодержащие продукты, и устанавливает метод определения массовой доли полициклических ароматических углеводородов (циклопента[с,д]пирена, бенз[а]антрацен, хризена, 5-метилхризена, бенз[і]флуорантена, бенз[б]флуорантена, бенз[к]флуорантена, бенз[а]пирена, дибенз[а,і]пирена, дибенз[а,н]антрацена, бенз[g,h,i]перилена, инден[1,2,3-сd]пирена, дибенз[а,е]пирена, дибенз[а,і]пирена, дибенз[а,н]пирена) с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором (ВЭЖХ-МС/МС).

Диапазон измерений полициклических ароматических углеводородов составляет от 0,0001 до 0,01 мг/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

(проект, RU, первая редакция)

ГОСТ 12.1.019–79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты <sup>1)</sup>

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 <sup>2)</sup>

ГОСТ 4025–95 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 4166-76 Реактивы. Натрий серноокислый. 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 <sup>3)</sup>

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

ГОСТ 5962-2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7269–79 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 9968-86. Метилен хлористый технический. Технические условия.

ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

---

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

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

<sup>3)</sup> 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».

<sup>4)</sup> 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 14198-78 Циклогексан технический. Технические условия

ГОСТ 20289-74 Реактивы. Диметилформаид. Технические условия

ГОСТ 20469-95 Электромясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования <sup>1)</sup>

ГОСТ 24363-80 Реактивы. Калия гидроокись. 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

**Примечание** – 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 и определения**

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

**3.1. полициклические ароматические углеводороды (ПАУ):** – Группа химических канцерогенов, для которых характерно наличие в химической структуре трех и более конденсированных бензольных колец.

**3.2 элюент:** Подвижная фаза (растворитель или смесь растворителей).

**3.3 аналит:** Вещество, определяемое в пробе объекта аналитического контроля.

---

<sup>1)</sup> В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228-2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

## **4 Сущность метода**

Метод основан на щелочном гидролизе пробы, экстракции ПАУ циклогексаном, переэкстракции ПАУ диметилформамидом (ДМФА), повторной экстракции ПАУ циклогексаном из водного раствора диметилформамида, очистке фракции ПАУ от органических примесей на картридже с силикагелем, последующем определении ПАУ высокоэффективной жидкостной хроматографией с масс-спектрометрическим детектором с источником химической ионизации при атмосферном давлении (APCI). Идентификацию ПАУ осуществляют по абсолютному времени удерживания хроматографических пиков, регистрируемых в режиме селективного ионного детектирования (SIM), 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**

Высокоэффективный жидкостной хроматограф, укомплектованный:

- трехквадрупольным масс-спектрометрическим детектором с источником химической ионизации при атмосферном давлении (APCI);
- градиентным насосом;
- хроматографической колонкой для ВЭЖХ длиной 50–150 мм и диаметром 2,1–4,6 мм с обращенной фазой C18 с привитыми фенильными группами типа PАН, размером частиц 1,8–5,0 мкм;
- блоком термостатирования колонок с поддержанием температуры 40 °С с точностью  $\pm 0,1$  °С;



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

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 специального или высокого класса точности с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более  $\pm 0,001$  г или весы лабораторные по ГОСТ 24104 специального или высокого класса точности с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более  $\pm 0,001$  г.

Испаритель роторный по ГОСТ 28165.

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

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 см<sup>3</sup> с крышкой.

Пипетки градуированные 1-2-1-1, 1-2-1-5, 1-2-1-10 по ГОСТ 29227 или дозаторы автоматические с переменным объемом дозирования и относительной погрешностью дозирования не более  $\pm 1$  %.

Колбы мерные 2-100-2 по ГОСТ 1770.

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

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

Колбы конические со шлифом вместимостью 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 23932.

Холодильник стеклянный ХСВО 10ХС лабораторные по ГОСТ 25336.

Воронка делительная ВД-4-500 по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Флаконы – виалы хроматографические из темного стекла вместимостью 2,0 см<sup>3</sup>.

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

Циклогексан по ГОСТ 14198, в.с.

н-Гексан, х.ч.

N,N-диметилформамид по ГОСТ 20289, х.ч.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363, х.ч.

Натрий сернокислый, б/в по ГОСТ 4166.

Метилен хлористый, ос.ч. по ГОСТ 9968.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

## ГОСТ

(проект, RU, первая редакция)

Картриджи ТФЭ на основе силикагеля размером частиц 60 мкм.

Ацетонитрил, ос. ч.

Стандартный раствор смеси 15 ПАУ (циклопента[с,d]пирена, бенз[а]антрацен, хризена, 5-метилхризена, бенз[і]флуорантена, бенз[b]флуорантена, бенз[k]флуорантена, бенз[а]пирена, дибензо[а,l]пирена, дибенз[а,h]антрацена, бенз[g,h,i]перилена, инден[1,2,3-cd]пирена, дибенз[а,e]пирена, дибенз[а,i]пирена, дибенз[а,h]пирена) в ацетонитриле концентрации 10 мкг/см<sup>3</sup>

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также материалов и реактивов по качеству не нижеуказанных 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 см<sup>3</sup>, закрывают крышкой и хранят при температуре (4 ± 2) °С не более 2 сут.

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

## 8 Подготовка к измерению

### 8.1 Приготовление растворов

#### 8.1.1 Приготовление градуировочных растворов

Для определения ПАУ готовят градуировочные растворы массовой концентрации: 10 мкг/см<sup>3</sup> (раствор 1), 5 мкг/см<sup>3</sup> (раствор 2), 1 мкг/см<sup>3</sup> (раствор 3), 0,5 мкг/см<sup>3</sup> (раствор 4), 0,1 мкг/см<sup>3</sup> (раствор 5).

В качестве раствора используют смесь 15 ПАУ в ацетонитриле концентрации 10 мкг/см<sup>3</sup>.

**Примечание** – При расчете концентрации градуированных растворов учитывают содержание основного вещества в реактиве.

Для приготовления раствора 2 в хроматографическую виалу переносят 0,5 см<sup>3</sup> раствора 1 и 0,5 см<sup>3</sup> ацетонитрила.

Для приготовления раствора 3 в хроматографическую виалу переносят 0,1 см<sup>3</sup> раствора 1 и 0,9 см<sup>3</sup> ацетонитрила.

Для приготовления раствора 4 в хроматографическую виалу переносят 0,5 см<sup>3</sup> раствора 3 и 0,5 см<sup>3</sup> ацетонитрила.

Для приготовления раствора 5 в хроматографическую виалу переносят 0,1 см<sup>3</sup> раствора 3 и 0,9 см<sup>3</sup> ацетонитрила.

Растворы хранят в холодильнике при температуре минус (18 ± 2) °С не более 12 мес.

### **8.1.2 Приготовление раствора гидроксида калия молярной концентрации $c(\text{KOH}) = 2,0$ моль/дм<sup>3</sup>**

Взвешивают 11,22 г гидроксида калия, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в этиловом спирте, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

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

### **8.1.3 Приготовление раствора N,N-диметилформамида в воде в соотношении 9:1**

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> добавляют 90 см<sup>3</sup> N,N-диметилформамида, раствор доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

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

### **8.1.3 Приготовление раствора гексана и хлористого метилена (1:4)**

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> смешивают 20 см<sup>3</sup> гексана и 80 см<sup>3</sup> хлористого метилена. Раствор готовят в вытяжном шкафу.

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

## **8.2 Приготовление экстракта пробы**

### **8.2.1 Щелочной гидролиз пробы**

Пробу массой 10 г взвешивают с записью результата до второго десятичного знака, помещают в круглодонную колбу со шлифом вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 50 см<sup>3</sup> раствора гидроксида калия (8.1.2). Колбу соединяют с обратным холодильником, помещают в водяную баню и нагревают при температуре (90 ± 5) °С в течение 30 мин, периодически перемешивая содержимое колбы. После этого в колбу через холодильник добавляют 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры и переносят в делительную воронку вместимостью 500 см<sup>3</sup>.

### **8.2.2 Экстракция ПАУ**

В колбу приливают 50 см<sup>3</sup> циклогексана, перемешивают, дают отстояться. После расслаивания нижний водно-спиртовой слой сливают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, а верхний эфирный слой оставляют в делительной воронке. Переливают водно-спиртовой слой в другую делительную воронку, добавляют 50 см<sup>3</sup> циклогексана, встряхивают, отстаивают и после расслаивания верхний циклогексановый слой присоединяют к циклогексановому экстракту в делительной воронке. Экстракт трижды промывают дистиллированной водой порциями по 50 см<sup>3</sup> и переносят в круглодонную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Циклогексан частично упаривают на роторном испарителе до объема 50 см<sup>3</sup> при температуре не выше 40°C.

Упаренный экстракт переносят в делительную воронку вместимостью 500 см<sup>3</sup> и добавляют 50 см<sup>3</sup> смеси N,N-диметилформамида в воде (8.1.3), перемешивают. Экстракцию повторяют, собирая нижний слой диметилформамидного экстракта и переносят в делительную воронку. К экстракту приливают 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, перемешивают и проводят экстракцию 50 см<sup>3</sup> циклогексана, повторяя процедуру дважды. Циклогексановый слой промывают двумя объемами дистиллированной воды по 50 см<sup>3</sup>. Экстракт осушают, пропуская через складчатый фильтр с 10 г безводного сульфата натрия. После циклогексан упаривают на роторном испарителе при температуре не выше 40°C. Сухой остаток растворяют в 1 см<sup>3</sup> гексана.

### **8.2.3 Очистка пробы методом ТФЭ**

Картридж ТФЭ предварительно активируют, пропуская 3 см<sup>3</sup> гексана. Анализируемый раствор наносят на картридж со скоростью 1 см<sup>3</sup>/мин. Картридж промывают, пропуская 20 см<sup>3</sup> гексана. Аналиты элюируют 50 см<sup>3</sup> смеси гексана и хлористого метилена и переносят в круглодонную колбу. Раствор упаривают досуха на роторном испарителе при температуре 40 °С. К сухому остатку приливают 1 см<sup>3</sup> ацетонитрила и переносят в хроматографическую вialу вместимостью 2 см<sup>3</sup> 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.

Например, для системы ВЭЖХ-МС/МС с хроматографической колонкой C18 PAK, 4,6x150 мм, 5 мкм применяют следующие хроматографические условия:

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

объем вводимой пробы – 0,02 см<sup>3</sup>;

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		Скорость потока, см <sup>3</sup> /мин	Температура колонки, °С
	Ацетонитрил, %	Вода, %		
0	80	20	1,0	40
20	100	0	1,0	40
35	100	0	1,0	40

## 9.2 Настройка масс-спектрометрического детектора

Настройку масс-спектрометрического детектора проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

Для настройки масс-спектрометрического детектора устанавливают следующие параметры:

температура источника – 100 °С;

температура газа десольвации – 320 °С;

скорость потока газа десольвации – 8 дм<sup>3</sup>/мин;

давление иглы распылителя – 30 *psi* (2,07 Бар);

Напряжение на капилляре 4,5 кВт.

Условия регистрации аналитических сигналов в режиме селективного ионного детектирования (*SIM*) представлены в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 – Параметры воздействия на ионы в режиме SIM и условия химической ионизации при атмосферном давлении (APCI) с регистрацией положительных ионов

Аналит	Молекулярный ион, m/z	Потенциал декластеризации (Frag), В
Циклопента[с, d]пирен	227,3	90
Бенз[а]антрацен	229,3	135
Хризен	229,3	135
5-метилхризен	243,3	90
Бенз[ <i>j</i> ]флуорантен	253,3	90

## ГОСТ

(проект, RU, первая редакция)

Бенз[ <i>b</i> ]флуорантен	253,3	90
Бенз[ <i>k</i> ]флуорантен	253,3	90
Бенз[ <i>a</i> ]пирен	253,3	90
Дибенз[ <i>a,l</i> ]пирен	303,4	90
Дибенз[ <i>a,h</i> ]антрацен	279,4	90
Бенз[ <i>g,h,l</i> ]перилен	277,3	90
Инден[1,2,3- <i>cd</i> ]пирен	277,3	90
Дибенз[ <i>a,e</i> ]пирен	303,4	90
Дибенз[ <i>a,l</i> ]пирен	303,4	90
Дибенз[ <i>a,h</i> ]пирен	303,4	90

Условия детектирования оптимизируют в ручном режиме. Для этого используют градуировочные растворы ПАУ массовой концентрации 10 мкг/см<sup>3</sup>, 5 мкг/см<sup>3</sup>, 1 мкг/см<sup>3</sup>, 0,5 мкг/см<sup>3</sup>, 0,1 мкг/см<sup>3</sup>. 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.

### 9.3 Градуировка ВЭЖХ-МС/МС системы

9.3.1 Градуировку ВЭЖХ-МС/МС системы проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

9.3.2 Для градуировки ВЭЖХ-МС/МС системы используют градуировочные растворы, приготовленные по 8.1.1. Измерения градуировочных растворов проводят в условиях, выбранных в соответствии с 9.1–9.2. Для каждой концентрации градуировочных растворов проводят по три параллельных измерения.

Полученные хроматограммы обрабатывают с использованием компьютерной системы обработки данных хроматографа. Определяют абсолютное время удерживания каждого ПАУ. С использованием средств программного обеспечения строят градуировочную зависимость площади пиков молекулярных ионов ПАУ от концентрации аналита в пробе.

Коэффициент линейной корреляции полученной градуировочной зависимости должен быть не менее 0,99. При невыполнении этого условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

Проведение градуировки обязательно при замене хроматографической колонки, а также при систематическом получении неудовлетворительных результатов контроля, выполняемого по 12.

#### 9.4 Контроль аналитической системы

Контроль выполняют с использованием приготовленных по 8.1.1 градуировочных растворов. Полученный результат измерений не должен отличаться от действительного значения концентрации определяемых веществ в градуировочном растворе более чем на 3 %, относительное стандартное отклонение времени удерживания аналитов – не более чем на 5 %. В случае невыполнения указанного критерия стабильности градуировочной характеристики проводят новую градуировку.

Контроль аналитической системы осуществляется при условиях, указанных в 9.1–9.2, перед началом проведения измерений, а также при смене хроматографической колонки, чистке блоков аналитического прибора и т.д.

#### 9.5 Выполнение измерений

Для контроля фона прибора перед началом серии измерений в хроматограф вводят 2 мкл ацетонитрила.

В вials вместимостью 2 см<sup>3</sup> вносят приготовленный экстракт пробы и проводят измерения на системе ВЭЖХ-МС/МС при условиях, указанных в 9.1–9.2.

По площади хроматографических пиков двух молекулярных ионов с использованием установленной градуировочной характеристики и программы обработки данных находят массовую концентрацию ПАУ в анализируемой пробе.

Проводят два параллельных измерения анализируемой пробы и для каждого проводят вычисление массовой доли ПАУ 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 ПАУ, 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 Массовую долю ПАУ  $X$ , мг/кг, вычисляют по формуле

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

где  $C_{\text{СТ}}$  – массовая концентрация ПАУ в градуировочном растворе, мг/см<sup>3</sup>;

$\sum S_x$  – площадь пика молекулярного иона ПАУ в анализируемой пробе, усл. ед.;

$V_p$  – объем раствора ПАУ в ацетонитриле (см. 8.2.3), см<sup>3</sup>;

## ГОСТ

(проект, RU, первая редакция)

$\Sigma S_{ст}$  – площадь пика молекулярного иона ПАУ в градуировочном растворе, усл. ед.;

$m$  – масса анализируемой пробы, г.

10.3 За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, округленное до второго десятичного знака, если удовлетворяются условия повторяемости (сходимости).

Примечание – Результат выражают в мг/кг, что равнозначно получаемой по формуле 1 размерности мкг/г.

## 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 ПАУ	Показатели точности		
	Границы относительной погрешности, $\pm\delta$ , %	Предел повторяемости (сходимости), $r$ , мг/кг	Предел воспроизводимости, $R$ , мг/кг
Циклопента[с,д]пирен	15	0,10 $x_{ср}$	0,20 $X_{ср}$
Бенз[а]антрацен	15	10 $x_{ср}$	0,20 $X_{ср}$
Хризен	15	10 $x_{ср}$	0,20 $X_{ср}$
5-метилхризен	20	15 $x_{ср}$	0,25 $X_{ср}$
Бенз[і]флуорантен	20	15 $x_{ср}$	0,25 $X_{ср}$
Бенз[b]флуорантен	15	10 $x_{ср}$	0,20 $X_{ср}$
Бенз[k]флуорантен	20	15 $x_{ср}$	0,25 $X_{ср}$
Бенз[а]пирен	15	10 $x_{ср}$	0,20 $X_{ср}$
Дибенз[а,і]пирен	30	25 $x_{ср}$	0,35 $X_{ср}$
Дибенз[а,н]антрацен	25	20 $x_{ср}$	0,30 $X_{ср}$
Бенз[g,h,i]перилен	25	20 $x_{ср}$	0,30 $X_{ср}$
Инден[1,2,3-сd]пирен	25	20 $x_{ср}$	0,30 $X_{ср}$
Дибенз[а,е]пирен	30	25 $x_{ср}$	0,35 $X_{ср}$
Дибенз[а,і]пирен	30	25 $x_{ср}$	0,35 $X_{ср}$
Дибенз[а,н]пирен	30	25 $x_{ср}$	0,35 $X_{ср}$

$x_{ср}$  – среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, мг/кг;  
 $X_{ср}$  – среднеарифметическое значение результатов двух измерений, выполненных в разных лабораториях, мг/кг.

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 1.

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

где  $x_1$  и  $x_2$  – результаты двух параллельных измерений, мг/кг;

$r$  – предел повторяемости, мг/кг.

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

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

где  $X_1$  и  $X_2$  – результаты двух измерений, выполненных в разных лабораториях, мг/кг;

$R$  – предел воспроизводимости, мг/кг.

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

## 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 1.

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 1.

**ГОСТ**

*(проект, RU, первая редакция)*

---

УДК 637.5.04.07:006.354

МКС 67.120.10

Ключевые слова: мясо, мясо птицы, субпродукты, мясные продукты, мясосодержащие продукты, полициклические ароматические углеводороды, ПАУ, высокоэффективная жидкостная хроматография, масс-спектрометрический детектор, метод, определение, массовая доля

---

Разработчики стандарта:

ФГБНУ «ВНИИМП им. В.М. Горбатова»

Директор

А.Б. Лисицын

Заместитель директора  
по научной работе

А.А. Семенова

Заместитель директора  
по научной работе

О.А. Кузнецова

Руководитель отдела технического  
регулирования и систем управления  
качеством

З.А. Юрчак

Руководитель «Научно-исследовательского  
испытательного центра»

И.М. Чернуха

И.о. заведующего лабораторией научно-  
методических работ, биологических и  
аналитических исследований

А.В. Куликовский

**ГОСТ**  
(проект, RU, первая редакция)