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

**МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ**

**Метод обнаружения облученных продуктов газовой хроматографией**

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия

**Минск**

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

**20\_\_\_\_\_**

**Предисловие**

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

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены».

**Сведения о стандарте**

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт мясной промышленности имени В.М. Горбатова» (ФГБНУ «ВНИИМП им. В.М. Горбатова»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандартом)

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

За принятие проголосовали:

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

4 ВПЕРВЫЕ

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

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

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

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

**МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ**

**Метод обнаружения облученных продуктов газовой хроматографией**

Meat and meat products.

Method of detection of irradiated foods by gas chromatography

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

 Дата введения –

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на мясо, включая мясо птицы, субпродукты, мясные и мясосодержащие продукты (далее - продукты), и устанавливает метод обнаружения 2-алкилциклобутанонов, образующихся в результате воздействия ионизирующего облучения на продукт, с помощью газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектором (ГХ-МС).

Диапазон измерений массовой доли 2-алкилциклобутанонов (2-додецил-циклобутанона и 2-тетрадецилциклобутанона) составляет от 1,0 до 100,0 мг/кг.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004–91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007–76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

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

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

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

ГОСТ 12.4.009–83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ OIMLR 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 1)

ГОСТ 4025–95 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 4166-76 Реактивы. Натрий сернокислый. 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 измерений2)

ГОСТ ИСО 5725–6–2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике3)

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6995–77 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 7269–2015 Мясо. Методы отбора образцов и органолептические методы определения свежести

ГОСТ 8756.0–70 Продукты пищевые консервированные. Отбор проб и подготовка их к испытанию

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 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 20469–95 Электромясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 24363–80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

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

2) 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».

3) 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 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 26671-2014 Продукты переработки фруктов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Подготовка проб для лабораторных анализов

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 29224-91 «Посуда лабораторная стеклянная. Термометры жидкостные стеклянные лабораторные. Принципы устройства, конструирования и применения».

ГОСТ 29227–91 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31467-2012 Мясо птицы, субпродукты и полуфабрикаты из мяса птицы. Методы отбора проб и подготовка их к испытаниям

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

**3 Термины и определения**

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **2-алкилциклобутаноны:** Вещества, образующиеся в результате воздействия ионизирующего облучения на продукт, а именно 2-додецилциклобутанон и 2-тетрадецилциклобутанон, которые в процессе облучения образуются из пальмитиновой и стеариновой кислот соответственно

3.2 **аналит:** Вещество, определяемое при анализе.

**4 Сущность метода**

Метод основан на щелочном гидролизе пробы, выделении 2-алкилциклобу-танонов, образующихся в результате воздействия ионизирующего облучения на продукт, методом экстракции с гексаном и разделении компонентов с помощью газовой хроматографии.

Количественное определение осуществляют по площади пика идентифицированных соединений используя градуировочную зависимость, полученную при анализе градуировочных растворов известных соединений в аналогичных условиях.

**5 Требования безопасности**

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

5.2 Помещение, в котором проводятся испытания, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией. Работу необходимо проводить, соблюдая правила личной гигиены и противопожарной безопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004, и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

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

**6 Средства измерений, вспомогательное оборудование,**

**материалы и реактивы**

Хроматограф газовый укомплектованный:

- масс-спектрометрическим детектором с ионизацией электронным ударом, позволяющий проводить измерения в диапазоне от 33 до 550 атомных единиц массы (а.е.м.), с разрешением по шкале масс не более 1,0 а.е.м. и чувствительностью в режиме ионизации электронным ударом: при инжекции в колонку 2 пг гексахлорбензола (сканирование в диапазоне от 45 до 359 а.е.м. за 1 с) отношение сигнал/шум на молекулярном ионе с m/z 284 не менее 10/1;

- устройством для введения образца с делением потоков;

- капиллярной колонкой типа HP-5MS длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм, толщиной пленки жидкой фазы 0,25 мкм;

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

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

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

Баня водяная, обеспечивающая поддержание температуры от 20 ºС до 100 ºС, с точностью ±0,5 ºС.

Испаритель ротационный по ГОСТ 28165.

Мясорубка бытовая по ГОСТ 4025 или электромясорубка бытовая по ГОСТ 20469.

Холодильник бытовой электрический по ГОСТ 26678.

Часы электронно-механические по ГОСТ 26272.

Термометр по ГОСТ 29224, с диапазоном измерения температуры от 0 ºС до 100 ºС и ценой деления 1 ºС.

Банки стеклянные вместимостью 250–500 см3.

Воронка В-56(75)-80 ХС по ГОСТ 25336.

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

Холодильник ХШ-3-400-42 ХС, ХСВО10 ХС по ГОСТ 25336.

Колба круглодонная К-2-250-42 ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы конические Кн 2-250-34 ТХС, Кн-2-250-50 ТХС по ГОСТ 25336.

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

Колба 4-100-2 ГОСТ 1770.

Пробирка мерная П-2-25-14/23 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1-50 или 3-50 по ГОСТ 1770.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166-76, х.ч.

Флаконы – виалы для жидких проб вместимостью 2,5 см3 в комплекте автосамплера газового хроматографа.

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

*н*-Гексан, х.ч.

Гелий газообразный (сжатый) высокой чистоты.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х.ч.

Метанол по ГОСТ 6995, х.ч.

2- додецилциклобутанон с содержанием основного вещества не менее 95,0 %.

2-тетрадецилциклобутанон с содержанием основного вещества не менее 98,0 %.

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

**7 Отбор и подготовка проб**

7.1 Отбор проб проводят по ГОСТ 7269, ГОСТ 8756.0, ГОСТ 9792, ГОСТ 31467.

7.2 Подготовку проб мяса птицы, субпродуктов и полуфабрикатов из мяса птицы проводят по ГОСТ 31467.

7.3 Подготовку проб мясных и мясорастительных консервов проводят по ГОСТ 8756.0 и ГОСТ 26671.

7.4 Пробы мяса, мясных и мясосодержащих продуктов измельчают, дважды пропуская через мясорубку с диаметром отверстий решетки 2-4 мм, и тщательно перемешивают.

7.5 Подготовленную пробу помещают в стеклянную банку вместимостью 250– 500 см3 , закрывают крышкой и хранят при температуре (4±2) ºС до окончания испытаний.

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

**8 Подготовка к испытанию**

**8.1 Приготовление растворов**

**8.1.1 Приготовление градуировочных растворов**

Для определения 2-алкилциклобутанонов готовят градуировочные растворы массовой концентрации: 1000 мкг/см3 (раствор 1), 500 мкг/см3 (раствор 2), 100 мкг/см3 (раствор 3), 50 мкг/см3 (раствор 4), 10 мкг/см3 (раствор 5).

Для приготовления раствора 1 взвешивают по 100 мг 2- додецилциклобутанона и 2-тетрадецилциклобутанона и растворяют в 100 см3 гексана в мерной колбе вместимостью 100 см3.

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

Для приготовления раствора 2 в хроматографическую виалу с помощью дозатора переносят 0,5 см3 раствора 1 и 0,5 см3 гексана.

Для приготовления раствора 3 в хроматографическую виалу с помощью дозатора переносят 0,1 см3 раствора 1 и 0,9 см3 гексана.

Для приготовления раствора 4 в хроматографическую виалу с помощью дозатора переносят 0,5 см3 раствора 3 и 0,5 см3 гексана.

Для приготовления раствора 5 в хроматографическую виалу с помощью дозатора переносят 0,1 см3 раствора 3 и 0,9 см3 гексана.

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

8.1.2 Приготовление насыщенного раствора гидроксида калия в метаноле

В колбу вместимостью 250 см3 вносят 16,0 г гидроксида калия и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды (около 10 см3). Во избежание резкого вскипания смеси колбу охлаждают под струей холодной проточной воды, а затем добавляют 100 см3 метанола.

Раствор хранят в герметично укупоренном сосуде при комнатной температуре не более 2 мес.

**8.2 Приготовление экстракта пробы**

Пробу продукта массой 5 г помещают в круглодонную колбу со шлифом вместимостью 250 см3, добавляют 50 см3 насыщенного раствора гидроксида калия в метаноле.

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

В колбу приливают 50 см3 дистиллированной воды и 50 см3 гексана, перемешивают, сливают в делительную воронку и дают отстояться. После расслаивания нижний водно-спиртовой слой сливают в коническую колбу вместимостью 250 см3, а верхний гексановый слой оставляют в делительной воронке. Переливают водно-спиртовой слой в другую делительную воронку, добавляют 50 см3 гексана, встряхивают, отстаивают и после расслаивания верхний гексановыйслой присоединяют к гексановому экстракту в первой делительной воронке.

Гексановый экстракт промывают дистиллированной водой порциями по 50 см3, отбрасывая нижний водный слой, повторяя данную процедуру трижды.

Промытый гексановй экстракт фильтруют в круглодонную колбу вместимостью 250 см3 через складчатый фильтр со слоем безводного сернокислого натрия (10–15 г), помещенный в коническую воронку. Гексан отгоняют на роторном испарителе при температуре не выше 30 ºС под вакуумом.

Сухой остаток растворяют в 0,5 см3 гексана, переносят в виалу из темного стекла вместимостью 2 см3 и проводят хроматографический анализ.

**9 Проведение измерений**

**9.1 Условия хроматографических измерений**

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

В соответствии с инструкцией по эксплуатации проводят включение газового хроматографа, устанавливая давление газа на входном манометре хроматографа 5 МПа. В соответствии с характеристиками хроматографа задают программируемый метод анализа.

9.2.2 Газовый хроматограф с масс-спектрометрическим детектором включают в соответствии с инструкцией по эксплуатации и устанавливают параметры, рекомендуемые изготовителем капиллярных колонок. Например, для капиллярной колонки 30м × 0,25мм × 0,25мкм применяют следующие хроматографические условия\*:

- газ-носитель – гелий;

- скорость потока газа-носителя 1 см3/мин;

- температура инжектора 250 ºС;

 - инжектор в режиме без деления потока;

- начальная температура термостата колонки 100 ºС в течение 2 мин;

- программируемый нагрев от 100 ºС до 290 ºС со скоростью 20 ºС/мин;

- объем пробы от 1 до 5 мм3.

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

\* В настоящем стандарте используется газовый хроматограф Agilent7890 с масс-спектрометрическим детектором Agilent 5975С и хроматографической колонкой Agilent HP-5MS, 30 м × 0,25 мм × 0,25 мкм. Данная информация является рекомендуемой.

- изотерма при температуре 290 ºС до 25 мин;

- время анализа 25 мин;

Допускается использование других хроматографических условий, обеспечивающих разделение компонентов пробы.

Для идентификации применяют следующие параметры:

- температура источников ионов 230 °С;

- температура квадруполя 150 ºС;

- энергия электронов 70 эВ;

- режим детектирования – сканирование полного масс-спектра (в диапазоне масс 33–550 а.е.м.).

**9.3 Градуировка газового хроматографа с масс-спектрометрическим**

**детектором**

9.3.1 Градуировку и настройку масс-спектрометрического детектора в режиме электронной ионизации и тандемной масс-спектрометрии проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

9.3.2 Измерения приготовленных по 8.1.1 градуировочных растворов проводят в условиях, установленных в соответствии с 9.1. Для каждого уровня анализируют по три параллельные пробы. Полученные хроматограммы обрабатывают с использованием компьютерной системы обработки данных. Определяют абсолютное время удерживания целевых веществ. С использованием средств программного обеспечения строят градуировочную зависимость площади пика определяемых веществ 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. В случае необходимости готовят новые градуировочные растворы.

Проведение градуировки обязательно при замене хроматографической колонки, а также при систематическом получении неудовлетворительных результатов контроля, выполняемого в соответствии с разделом 12.

**9.4** Контроль аналитической системы

Контроль выполняют с использованием приготовленных по 8.1.1 градуировочных растворов. Полученный результат анализа 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 перед началом проведения измерений, а также при смене хроматографической колонки, чистке блоков аналитического прибора.

**9.5** Выполнение измерений

В виалы вместимостью 2 см3 вносят 1 см3 пробы, приготовленной по 8.2, и проводят ГХ-МС анализ при условиях, указанных в 9.1.

Идентификацию индивидуальных веществ осуществляют по абсолютным временам удерживания и относительной интенсивности основного и двух подтверждающих ионов. При этом в масс-спектре должны присутствовать все пики, имеющие в эталонном масс-спектре относительную интенсивность 10 % и более, максимальное расхождение в значениях от этой величины не должно составлять более 20 %.

Относительная интенсивность двух вспомогательных ионов в масс-спектрах определяемых веществ не должна отличаться более чем на 20 % от интенсивности этих же пиков в спектрах градуировочных растворов. Соотношение сигнал/шум для каждого из выбранных ионов не должно быть меньше 3:1.

**10 Обработка результатов**

10.1 В соответствие с данными, полученными при анализе градуировочных растворов, создают таблицу пиков с использованием программного обеспечения хроматографа. Расчеты площади пиков и массовой доли 2-алкилциклобутанонов выполняются системой обработки данных в автоматическом режиме. По значению площади хроматографического пика с использованием установленной градуировочной характеристики и программы обработки данных находят массовую концентрацию 2-алкилциклобутанона в анализируемом растворе. Вычисление массовой доли 2-алкилциклобутанона (аналита) в анализируемой пробе экстракта проводят для каждого из двух параллельных определений по формуле (1).

10.2 Массовую долю индивидуального 2-алкилциклобутанона, Х, мг/кг, вычисляют по формуле

*,* (1)

где *С*ст – массовая концентрация индивидуального 2-алкилциклобутанона в градуировочном растворе, мкг/см3;

*S*x – площадь пика индивидуального 2-алкилциклобутанона в анализируемой пробе, усл. ед.;

*V*p – объем раствора для растворения аналита, см3;

*S*ст – площадь пика индивидуального 2-алкилциклобутанона в градуировочном растворе, усл. ед.;

 *m* – масса анализируемой пробы, г.

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

Наличие в пробе 2-алкилциклобутанонов свидетельствует об использовании воздействия ионизирующего излучения.

П р и м е ч а н и е – 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 1.

Т а б л и ц а 1

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Наименование определяемого показателя | Диапазон измерениймассовой доли индивидуального 2-алкилциклобутанона,мг/кг | Показатели точности |
| Границыотносительной погрешности,±δ, % | Предел повторяемости (сходимости),r, мг/кг | Предел воспроиз-водимости, R, мг/кг |
| Массовая доля индивидуального 2-алкилциклобутанона | От 1 до 5 включ. | 25 | 18*х*ср | 20 *Х*ср |
| Св. 5 до 100 включ. | 18 | 15*х*ср | 18*Х*ср |
| *х*ср – среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, мг/кг;Хср – среднеарифметическое значение результатов двух измерений, выполненных вразных лабораториях, мг/кг. |

11.2 Расхождение между результатами двух параллельных измерений, выполненных одним оператором при испытании 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.

|*х1* – *х2*| ≤ *r*, (2)

где *х1*и *х2* – 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.

|*X1* – *X2*| ≤ *R*, (3)

где *X1* и *X2* – результаты двух измерений, выполненных в разных лабораториях, мг/кг;

*R* – предел воспроизводимости, мг/кг.

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

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

УДК 637.5.04.07:006.354 МКС 67.120.10

Ключевые слова: мясо, мясо птицы, субпродукты, мясные продукты, мясосодержащие продукты, облученные продукты, 2-алкилциклобутаноны, газовая хроматография, метод, определение

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

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 З.А. Юрчак

качеством

Руководитель «Научно-исследовательского И.М. Чернуха

испытательного центра»

Заведующий лабораторией научно-

методических работ, биологических и

аналитических исследований Н.Л. Вострикова

Ведущий научный сотрудник,

руководитель направления А.В. Куликовский