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

**Определение содержания остатка амитраза в мясе и мясной продукции методом газовой хроматографии с детектором электронного захвата**

*Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия*

# Минск

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

**202\_**

**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 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 Республиканским государственным предприятием на праве хозяйственного ведения «Казахстанский институт стандартизации и метрологии» Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в разделе 4

2 ВНЕСЕН Комитетом технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

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 Настоящий стандарт разработан с учетом требований МВИ 7988-22

5 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

**Содержание**

|  |  |
| --- | --- |
| 1 Область применения.................................................................................................  2 Нормативные ссылки.................................................................................................  3 Требования к показателям точности измерений.....................................................  4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы........................................................................................................................  5 Метод измерений.......................................................................................................  6 Требования безопасности, охраны окружающей среды.........................................  7 Требования к квалификации операторов.................................................................  8 Условия измерений....................................................................................................  9 Подготовка к выполнению измерений......................................................................  9.1 Подготовка измерительной аппаратуры.............................................................  9.2 Получение бидистиллированной воды...................................................  9.3 Приготовление градуировочных растворов инсектицидов массовой концентрации 1,0; 0.1; 0,01 и 0,001 мкг/см3................................................................  9.4 Очистка силикагеля АСК ….................................................................................  9.5 Установление градуировочной характеристики ...............................................  9.6 Построение градуировочного графика..............................................................  9.7 Герметичность.......................................................................................................  9.8 Отбор проб для анализа......................................................................................  9.9 Подготовка проб к анализу..................................................................................  10 Выполнение измерений...........................................................................................  11 Обработка результатов...........................................................................................  12 Форма представления результатов измерений ...................................................  13 Контроль показателей качества.............................................................................  13.1 Контроль погрешности.........................................................................................  13.2 Контроль точности с использованием метода добавок.....................................  13.3 Контроль прецизионности в условиях повторяемости......................................  13.4 Контроль прецизионности результатов анализа..............................................  Библиография................................................................................................................ |  |

|  |
| --- |
| **МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ** |
| **МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ**  **Метод определение содержания остатка амитраза в мясе и мясной продукции газовой хроматографии с детектором электрического захвата** |

**Дата введения –**

# 

# 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания остатка амитраза в мясе и мясной продукции методом газовой хроматотрафии с детектором электронного захвата.

Стандарт предназначен для оценки соответствия, установленным соответсвующим техническим регламентам, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

П р и м е ч а н и е – Информация о технических регламентах приведена в приложении Б.

Метод разработан в соответствии с требованиями   
ГОСТ 8.010.

Оценка показателей качества методики анализа проведена в соответствии с требованиями [1].

**2 Нормативные ссылки**

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные стандарты. Для датированных ссылок следует использовать только указанное издание, для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все его изменения):

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.010-2013 ГСИ. Методики выполнения измерений. Основные положения.

ГОСТ 12.2.007.0-75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.

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

ГОСТ 12.1.005-88 «Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны»

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная.

ГОСТ 2603-79 Реактивы. Ацетон. Технические условия.

ГОСТ 3956-76 Силикагель технический.

ГОСТ 4166-76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия.

ГОСТ 4328-77 Реактивы, Натрия гидроокись. Технические условия.

ГОСТ 5955-75 Реактивы. Бензол. Технические условия.

ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия.

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия.

ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия.

ГОСТ 20490-75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия.

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ 29228-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания.

ГОСТ ИСО 5725-1-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения.

ГОСТ ИСО 5725-3-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений.

ГОСТ ИСО 5725-4-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений.

П р и м е ч а н и е – 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 Требования к показателям точности измерений**

При доверительной вероятности P=0,95 относительные суммарные погрешности измерения, границы не исключенных систематических погрешностей, доверительные границы случайной погрешности метода в диапазоне определяемых концентраций 0,01–1,0 мг/см³ приведены в таблице 1.

Относительные значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95 указаны в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 – Относительные значения показателей точности, правильности, повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности P = 0,95

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Диапазон измерений концентрации амитразы, мг/см³ | Показатель повторяемости (СКО повторяемости),δr, % или мг/см³ | Показатель воспроизводимости (СКО воспроизводимости), δR, % или мг/см3 | Показатель точности, Δ, % или мг/см³ |
| От 0,01 до 1,0 | 1,4 | 4,9 | 9,9 |

**4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы**

4.1 Типы средств измерения должны быть внесены в реестр ГСИ и своевременно поверены.

4.2 При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

4.2.1 Средства измерений:

- газовый хроматограф, с колонкой хроматографической капиллярной, температура прогрева от минус 60 °С до 325/350 °С;

- амитраза АС-156;

- весы лабораторные специального класса точности, с пределом допускаемой погрешности взвешивания не более 0,1 мг по ГОСТ OIML R 76-1;

- виалы (флаконы стеклянные) вместимостью 1,5 см³ с герметично закрывающимися крышками;

- посуда мерная стеклянная 2 класса точности по ГОСТ 1770, ГОСТ 29227, ГОСТ 29228;

- дозаторы переменного объема дозирования в диапазоне 100-1000 мкл.

3.2.2 Вспомогательные устройства:

- печь муфельная обеспечивающая нагрев и поддержание температуры до (1000 - 1100) °С;

- плита электрическая по ГОСТ 14919;

- стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336;

- стекло часовое;

- чашка выпарительная 4 по ГОСТ 9147;

- эксикатор 2-190 по ГОСТ 25336.

3.2.3 Материалы и реактивы:

- вода бидистиллированная;

- н-Гексан для хроматографа;

- бензол по ГОСТ 5955;

- натрия гидроокись по ГОСТ 4328;

- калий марганцовокислый по ГОСТ 20490;

- ацетон по ГОСТ 2603;

- сернокислый натрий безводный по ГОСТ 4166;

- силикагель технический по ГОСТ 3956;

- мембранные фильтры с размером пор 0,22 мкм;

- бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

П р и м е ч а н и е - Допускается применение других типов средств измерений, вспомогательных устройств, материалов и реактивов, обеспечивающих показатели качества измерений, нормируемые настоящем стандартом.

**5 Метод измерений**

Метод основан на экстракции и количественном определении амитраза в мясе и мясной продукции с помощью экстракции и газового хроматографа с детектором электронного захвата.

**6 Требования безопасности, охраны окружающей среды**

6.1 При выполнении измерений по настоящей стандарту соблюдают действующие в стране санитарно-эпидемиологические требования к лабораториям, а также:

a) общие требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007;

b) требования электробезопасности по ГОСТ 12.2.007;

c) пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и требования действующих в лаборатории инструкций по охране труда и технике безопасности.

Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных норм по ГОСТ 12.1.005.

6.2 Когда газовый хроматограф подключен к источнику питания, даже если питание выключено, под опасным напряжением находятся следующие компоненты:

- провода, соединяющие разъем кабеля питания газового хроматографа и блок питания переменного тока, блок питания и провода, соединяющие блоки питания и выключатель питания.

Когда питание прибора включено, под опасным напряжением также находятся следующие компоненты:

- все электронные платы внутри прибора,

- внутренние провода, подключенные к этим платам.

- провода, соединяющие нагревающиеся компоненты (термостат, детектор, впускной канал или клапанная коробка).

6.3 Для обеспечания экологической безопасности отработанные реагенты собирают и обезвреживают согласно рабочей инструкции, действующей в лаборатории.

6.4 Персонал на всех этапах испытаний, включая отбор проб,должен:

a) использовать одноразовые перчатки, лабораторные халаты, защищать глаза, во время работы с образцами и реактивами;

b) избегать контакта растворов проб и реагентов с кожей, г.лазами, слизистой оболочкой. При контакте с реактивами немедленно промыть пораженное место водой и обратиться за медицинской помощью;

c) по окончании работы необходимо тщательно вымыть руки теплой водой с мылом.

**7 Требования к квалификации операторов**

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц с высшим или средним профессиональным образованием, имеющих стаж работы в лаборатории и освоивших методику.

**8 Условия измерений**

При выполнении измерений в лаборатории согласно должны быть соблюдены следующие условия:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| температура окружающего воздуха | (20 ± 5) °С; | |
| атмосферное давление | (97 ± 10) кПа; |
| относительная влажность воздуха | (60 ± 15) %; |
| напряжение в сети | (220 ± 10) В; |
| частота тока сети | (50 ± 1) Гц. |

П р и м е ч а н и е - В помещениях, предназначенных для проведения испытаний, не должно быть загрязненнение воздуха рабочей зоны пылью, агрессивными веществами, должны отсутствовать вибрация или другие факторы, влияющие на измерения массы и объема.

**9 Подготовка к выполнению измерений**

**9.1 Подготовка измерительной аппаратуры**

Включают хроматограф согласно инструкции по эксплуатации. Устанавливают рабочие режимы для блока насосов и детектора. Проводят стабилизацию работы хроматографа на рабочих режимах в течение 30-40 мин.

**9.2 Получение бидистиллированной воды**

Собирают установку для дистилляции воды, состоящую из круглодонной колбы (объем 2 дм3), прямого холодильника и приемной колбы. В круглодонную колбу наливают 1,5 дм3 дистиллированной воды, добавляют 10 г калия марганцовокислого и кипятят. Нагревание воды проводят на электрической плитке с закрытой спиралью. Полученную дистиллированную воду хранят не более 1 месяца.

П р и м е ч а н и е - Допускается изменять объем приготавливаемого раствора в зависимости от потребности.

**9.3 Приготовление градуировочных растворов инсектицидов массовой концентрации 1,0; 0.1; 0,01 и 0,001 мкг/см3**

Из основных растворов отдельно для каждого готовят градуировочные растворы массовых концентраций: 1,0 мкг/см³ (раствор 1): 0,1 мкг/см³ (раствор 2); 0,01 мкг/см3 (раствор 3) и 0,001 мкг/см³ (раствор 4).

Для этого в мерные колбы вместимостью 10 см³ переносят пипеткой соответственно 1,0 см³ (для раствора 1) и 0,1 см³ (для раствора 2) основного раствора инсектицидов и доводят объем раствора до метки гексаном.

Для приготовления градуировочного раствора 3, массовой концентрации 0.01 мкг/см³. в мерную колбу вместимостью 10 см³ переносят 1.0 см³ 1 градуировочного раствора 1 и доводят до метки гексаном.

Для приготовления градуировочного раствора 4, массовой концентрации 0.001 мкг/см³, в мерную колбу вместимостью 10 см³ переносят 1,0 см³ градуировочного раствора 2 и доводят до метки гексаном.

Хранят градуировочные растворы инсектицидов герметично укупоренными в стеклянной емкости в холодильнике в течение 6 месяцев. Допускается использование готовых стандартных растворов инсектицидов.

**9.4 Очистка силикагеля АСК**

В химический стакан насыпают силикагель, заливают гексаном и перемешивают, гексан сливают. Промывку повторяют три раза. Промытый силикагель прокаливают в сушильном шкафу при температуре (180±5) °С в течение 2 часов и хранят в плотно закрытой стеклянной емкости в течении 6 месяцев.

**Т а б л и ц а 2 – Схема приготовления градуировочных растворов**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| № градуировочного раствора | Концентрация амитраза в градуировочном растворе, мкг/см³ | Аликвотная часть рабочего стандартного раствора, см³ | Объем градуировочного раствора, см³ |
| 1 | 0,01 | 1,0 | 100,0 |
| 2 | 0,1 | 1,0 | 100,0 |
| 3 | 0,5 | 0,1 | 100,0 |
| 4 | 1 | 1,0 | 100,0 |

**9.5 Установление градуировочной характеристики**

В соответствии с инструкцией по эксплуатации газавого хроматографа проводят его включение, устанавливая давление газа на входном манометре хроматографа 5 МПа. В соответствии с характеристиками хроматографа задают программируемый метод анализа. Для хроматографа с электронозахватным детектором и капиллярной колонкой выставляют параметры: повышение температуры колонки в термостате от 40 °С до 240 °С со скоростью 10 °С/мин; температура инжектора 250 °С, детектора 300 °С; поток азота 30 мл/мин; скорость потока колонки 1,0 мл/мин; деление потока 1:50; время анализа 20мин; ввод 1 мм3 пробы.

До измерения опытных образцов проводят калибровку метода. Для этого в хроматограф в автоматическом режиме в соответствии с заданной программой вводят 1 мм3 растворов массовой концентрации 1,0; 0,1; 0,01 и 0.001 мкг/см3.

После каждого использования промывайте шприц растворителем, растворяющим образец. Не следует промывать шприцы щелочными, фосфорсодержащими и моющими средствами. После использования растворителя промойте шприц деионизированной водой и затем ацетоном. Насухо протрите снаружи цилиндра. Чистоту колонки оценивают по отсутствию пиков поглощения с временем выхода, соответствующего определяемым инсектицидам при введении в хроматограф 1 мм3 чистого гексана. Продувку колонки осуществляют при нагреве колонки при 260 °С.

В таблицу автоматического обсчета результатов автоматической программы анализа вносят установленные времена выхода пиков для каждого пестицида с отклонением ± 0,2 мин. Калибровку проверяют и сверяют с ранее полученными калибровками ежедневно, а также после выполнения подряд более десяти анализов.

**9.6 Построение градуировочного графика**

Для построения градуировочных графиков требуется не менее пяти точек, которые должны быть равномерно распределены по диапазону измерений, при этом максимальное и минимальное значения измерений устанавливают пределы диапазона измерений.

**9.7 Контроль градуировочного графика**

Контроль градуировочного графика осуществляется по градуировочным растворам амитраза. Для контроля должны применяться растворы с концентрацией, входящей в диапазон измерений, но не повторяющие по значениям концентрации, по которым рассчитывались параметры градуировочной прямой. Допустимые расхождения между заданными и установленными по графику значениями концентраций, используемых для контроля градуировочных растворов, не должны превышать 5,0 %. В противном случае необходимо построение нового градуировочного графика не менее чем по 4 точкам.

График подлежит обязательной проверке при замене партии реактивов и посуды, после ремонта оборудования, но не реже одного раза в месяц.

**9.8 Отбор проб для анализа**

Отбор проб проводит специалист, уполномоченный заинтересованными сторонами и подготовленный должным образом в соответствующей области. Он должен действовать самостоятельно и не допускать вмешательства третьей стороны, под свою ответственность может использовать помощь других лиц. Специалист по отбору проб и его помощники должны принять соответствующие меры для предотвращения загрязнения поставки или партии и отбираемых проб (например перед отбором проб тщательно вымыть руки).

По возможности представителям заинтересованных сторон должно быть обеспечено присутствие при отборе проб.

К направляемым в лабораторию образцам должен прилагаться сопроводительный документ (например отчет или протокол, или акт) за подписью специалиста по отбору проб и представителей заинтересованных сторон, в случае их присутствия. Сопроводительный документ должен содержать следующую основную информацию:

- фамилию и адрес специалиста по отбору проб;

- фамилии и адреса представителей заинтересованных сторон (при их

присутствии);

- место, дату и время отбора проб;

- тип и источник (происхождение) поставки или партии (партий);

-количество и число единиц продукции, составляющих поставку или

партию (партии);

- маркировку (обозначение) и номер партии (партий);

- идентификацию используемых железнодорожных вагонов, грузовых

автомобилей или судна;

- наименование пункта отправки груза;

- наименование пункта назначения груза;

- дату прибытия поставки или партии (партий);

- наименование и адрес продавца (изготовителя);

- наименование и адрес покупателя;

- номер и дату накладной или контракта;

- метод отбора проб;

- количество отобранных проб от каждой партии;

- обозначение (наименование) отобранных проб;

- номер и маркировку партии (партий), от которой отобраны пробы;

- массу отдельных единичных проб;

- наименование организаций (например лаборатории, центра), куда

направлены отобранные пробы.

В сопроводительном документе также должны быть указаны все факторы, которые могут повлиять на отбор проб, например состояние упаковки и условия окружающей среды (температура и влажность), температура продукта и отдельных видов проб, методы стерилизации инструментов и контейнеров, используемых для отбора проб, а также любая другая специальная информация, относящаяся к материалам, от которых отбираются пробы.

Каждый направляемый в лабораторию образец должен быть изолирован (опломбирован, опечатан) и этикетирован. Опечатывание должно быть осуществлено таким образом, чтобы доступ к содержимому или этикетке был открыт только при разрушении печати (пломбы). Этикетки должны иметь качество и размер, соответствующие их назначению (например слегка окрашенная, жиронепроницаемая, водонепроницаемая пластина с упрочненным отверстием). Маркировка должна быть несмываемой и нестираемой и содержать информацию, необходимую для идентификации единичных проб:

- тип и источник (происхождение) поставки или партии (партий);

- количество и число единиц продукции, составляющих поставку или

партию (партии);

- место, дату отбора проб;

- наименование продавца (изготовителя) и покупателя;

- номер и маркировку партии (партий), от которой отобраны

единичные пробы;

- температуру окружающего воздуха в момент отбора проб

непосредственно вблизи места отбора.

Образцы хранятся:

a) при температуре от 0 °С до 2 °С, если исследование должны проводиться в течение 24 ч;

b) при температуре не выше минус 24 °С, если исследование будет проводиться более чем через 24 ч; образцы для физического или органолептического анализа, в общем случае, не должны быть заморожены.

При транспортировании необходимо принять меры предосторожности против воздействия прямых солнечных лучей на отобранные пробы. Пробы должны быть доставлены в лабораторию в неповрежденном состоянии, без нарушения целостности упаковки и изоляции (пломбы, печати).

**9.9 Подготовка проб к анализу**

Мясо и мясные продукты пропускают через мясорубку или мелко нарезают. Пробу 20 г перемешивают с безводным сернокислым натрием и помещают в колбу с притертой пробкой. Инсектициды экстрагируют дважды смесью гексана и ацетона или эфира и ацетона в соотношении 1:1 порциями по 50 см3 в течение   
1,5 ч при встряхивании. Экстракт фильтруют через воронку с бумажным фильтром, заполненным на 2/3 безводным сернокислым натрием, затем растворитель отгоняют, сухой остаток растворяют в 20 см3 гексана и вносят его в колонкус силикагелем АСК. После впитывания экстракта в сорбент пестицид элюируют 110 см3 смеси бензола с гексаном в соотношении 3:8 порциями от   
25 см3 до 30 см3. Элюат собирают в круглодонную колбу со шлифом емкостью от 250 см3 до 300 см3. Через 10 мин после впитывания последней порции растворителя сорбент отжимают с помощью груши. Элюат отгоняют до объема 0,1 см3 и наносят на хроматографическую пластинку. После загрузки образца проточный раствор собирают в виалу объемом 2,0 см3. Подготовленную пробу вводят в хроматограф в количестве 1 мм3 (10 мкл).

**10 Выполнение измерений**

Анализ полученных растворов проводится на газовом хроматографе. Условия хроматографирования такие же, как и при построении градуировочного графика. Определяют площади пиков, используя компьютерную программу обработки данных. Проводят анализ двух параллельных проб. Каждую пробу хроматографируют не менее двух раз.

**11 Обработка результатов измерений**

Обработку результатов измерений выполняют следующим способом:

Количество (X, мг/дм3) каждого амитраза в исследуемой пробе рассчитывают по формуле:

(1)

где: С концентрация амитраза, рассчитанная по градуировочному графику, мкг/см3.

Коэффициент перевода мкг/см3 в мг/дм3 равен 1;

m - масса навески пробы, взятые на анализы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое из концентраций каждого амитраза, найденное в двух параллельных пробах. Вычисление проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака после запятой.

(2)

где: X1 - значение в первом параллельном опыте;

Х2 - значение во втором параллельном опыте;

Хcр - среднее значение, найденное по результатам двух параллельных опытов.

Допустимое расхождение между параллельными измерениями не должно превышать 2,0 %.

**12 Форма представления результатов измерений**

12.1 Результаты анализов оформляют по форме, принятой в организации, проводящей исследования.

12.2 Результат измерений X параметра в документах, предусматривающих его использование представляют в виде:

Хср ± Δ, мкг/ см3 (3)

где Хср — среднее арифметическое значение результатов не менее двух параллельных определений содержание примесей в разных материалах, мкг/см3;

Δ - абсолютная погрешность измерений содержание примесей, при доверительной вероятности Р = 0,95 (таблица 3).

12.3 Результаты измерений могут быть представлены в виде расширенной неопределенности результатов измерений:

(Хср ± U 0,95), (k = 2), (4)

где U0.95 - численное значение расширенной неопределенности измерений, мкг/см3, при вероятности Р = 0.95;

k- коэффициент охвата (k = 2 при Р = 0,95).

Результаты должны включать следующую информацию:

- наименование (шифр) пробы;

- дату проведения анализа;

- результаты измерений, включая все необходимые данные и промежуточные расчеты;

- результаты параллельных определений;

- окончательный результат измерений;

- значение приписанной или рассчитанной погрешности измерения, или ее составляющих;

-фамилию оператора.

12.4 Результаты измерений оформляют по форме протокола, принятой в лаборатории предприятия и представляют в виде:

Хi ± Δ, Р = 0,95, (5)

Xi - значение измерения параметра;

Δ - значение показателя точности (погрешности) результата измерения параметра, данные приведены в Таблице 1 настоящем стандарте

**13 Контроль показателей качества**

Контроль погрешности метода осуществляется с целью оперативной информации о качестве измерений рабочих проб и для принятия оперативных мер, предупреждающих ухудшение точности результатов [2].

В процессе внутреннего оперативного контроля определяются показатели повторяемости, воспроизводимости и точности.

В качестве средств контроля в процессе определения показателей качества результатов анализа применяются:

- рабочие пробы - для определения показателей повторяемости и воспроизводимости;

- рабочие пробы с добавкой - при определении показателей точности.

Результаты контроля воспроизводимости и точности фиксируются в соответствии с установленной системой регистрации контроля правильности выполнения измерений, результаты контроля повторяемости выполняются для каждого анализа и фиксируются в рабочих журналах исполнителей.

**13.2 Контроль точности с использованием метода добавок**

Контроль точности результатов измерений осуществляется с использованием метода добавок. Образцами для контроля точности являются рабочие пробы и эти же пробы с добавкой амитраза.

Добавка вводится в пробу на самой ранней стадии измерений (стадия взятия пробы) в целях проведения пробы с добавкой через все последующие стадии пробоподготовки и анализа. Количество вводимой добавки составляет среднюю концентрацию стандартных растворов.

**Приготовление контрольного образца концентрацией амитраза   
0,1 мкг/см3:**

1 см3 амитраза. помещают в мерную колбу с образцом мясо 20 г вместимостью 100 см3 и доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Далее образец обрабатывают в соответствии с методикой измерений.

Контроль точности проводится по результатам измерений пробы до введения добавки (Хпр) и после введения добавки амитраза (Хпр-доб) концентрацией Сдоб в исходную пробу. Разница (Кк) между найденной   
(Хдоб = Хпр.доб - Хпр) и введенной Сдоб концентрацией добавки не должна превышать по абсолютной величине значения норматива точности К.

Значения Кк и К рассчитываются по формулам:

КК = Хпр.доп. – Хпр – Сдоп (6)

где: Кк - рассчитанный параметр точности;

Хпр.доп. - содержание амитраза в пробе с добавкой, мг/дм3;

Хпр - содержание амитраза в исходной пробе, мг/дм3;

Сдоп - величина введенной добавки, мг/дм3.

К = 1,41 Δ - для доверительной вероятности Р = 0,95;

Точность контрольных измерений, а также точность результатов измерений рабочих проб, выполненных в условиях соблюдения требований метода, признается удовлетворительной, если |КК | К.

Относительный контроль точности:

KK%  (7)

**13.3 Контроль прецизионности в условиях повторяемости** rk:

Повторяемость измерения rk:

rk = Xmax – Xmin ≤ rn (8)

где rk – результат контрольной процедуры при контроле повторяемости, в единицах измеряемых содержаний;

Xmax (Xmin) – максимальный (минимальный) результат из контрольных определений;

Х – среднее арифметическое значений результатов контрольных определений;

rn – предел повторяемости для результатов параллельных определений, установленных методикой анализа:

предел повторяемости rn рассчитывается по формуле:

rn = Q (P, n) δr (9)

где δr – СКО результатов единичного анализа, полученных по методике в условиях повторяемости (СКО повторяемости);

Q (P, n) – коэффициент, зависящий от числа контрольных определений и доверительной вероятности.

Значения коэффициента для доверительной вероятности 0,95 приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Значение коэффициента Q (P, n) для доверительной  
 вероятности 0,95

|  |  |
| --- | --- |
| Число измерений | Q (P, n) |
| 2 | 2,77 |
| 3 | 3,31 |
| 4 | 3,63 |
| 5 | 3,86 |
| 6 | 4,03 |
| 7 | 4,17 |
| 8 | 4,29 |
| 9 | 4,39 |
| 10 | 4,47 |

Стандартные отклонения (СКО):

δr = (10)

Относительное стандартное отклонение:

(11)

Относительный предел повторяемости:

(12)

**13.4 Контроль прецизионности результатов анализа** RK

Воспроизводимость измерения:

RK = | X1 – X2 | (13)

где Rk – результатконтрольной процедуры при контроле внутрилабораторной прецизионности, в единицах измеряемых содержаний;

Х1 и Х2 – при реализации контрольной процедуры получают два результата контрольных измерений одной и той же пробы в условиях внутри-лабораторной прецизионности.

Предел внутрилабораторной прецизионности Rл расчитывают по формуле:

Rл = Q(0,95,2)δRл  (14)

где, δRл – СКО результатов анализа, полученных в условиях внутрилабораторной прецизионности.

(15)

Относительное стандартное отклонение:

δR%  (16)

Относительный предел воспроизводимости:

R%  (17)

# Приложение А

*(справочное)*

**Информация о применяемых технических регламентах в странах СНГ**

|  |  |
| --- | --- |
| **Технический регламент** | **Государство-участник СНГ** |
| ТР ТС 034/2011 «Технический регламент Таможенного союза  «О безопасности мяса и мясной продукции» | AM, BY, KZ, KG, RU |

**Библиография**

[1] РМГ 76-2014 Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

|  |  |
| --- | --- |
| МКС 67.050, 67.120 |  |
| Ключевые слова: мясо, остаток амитраза, градуировочный график | |
| МКС 67.050, 67.120 |  |
| Ключевые слова: мясо, остаток амитраза, градуировочный график | |

**РАЗРАБОТЧИК**

РГП на ПХВ «Казахстанский институт стандартизации и метрологии» Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

Заместитель

Генерального директора Хамитов И. В.

Руководитель

Департамента разработки

стандартов Сопбеков А. Н.

Ведущий специалист

Департамента разработки

стандартов Балдикова С.К.