
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
33608—
2015

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

**Идентификация немясных ингредиентов
растительного происхождения методом газовой
хроматографии с масс-спектрометрическим
детектором**

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2016

Предисловие

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 (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 октября 2015 г. № 81-П)

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
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 25 марта 2016 г. № 214-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33608—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартиформ, 2016

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

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Идентификация немясных ингредиентов растительного происхождения методом газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектором

Meat and meat products. Identification of non-meat ingredients of vegetable origin using gas chromatography with mass spectrometry detection

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мясо, включая мясо птицы, субпродукты, мясные и мясосодержащие продукты и устанавливает метод газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектором (ГХ-МС) для идентификации (анализа) немясных ингредиентов растительного происхождения (наличия растительных жиров, ингредиентов, содержащих растительные жиры) по массовой доле фитостероинов (брассикастерин, кампестерин, стигмастерин, β -ситостерин).

Диапазон измерений фитостероинов составляет от 1 до 1000 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

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 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

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

** 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».

ГОСТ ИСО 5725-6—2003* Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 7269—79 Мясо. Методы отбора образцов и органолептические методы определения свежести

ГОСТ 7702.2.0—95 Мясо птицы, субпродукты и полуфабрикаты птицы. Методы отбора проб и подготовка к микробиологическим исследованиям

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 20469—95 Электромясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 23042—86 Мясо и мясные продукты. Методы определения жира

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 требования

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

П р и м е ч а н и е — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт 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 стерин: Природные соединения растительного и животного происхождения, относящиеся к классу стероидов; в зависимости от источников получения, разделяют на фитостерин (брассикастерин, кампестерин, стигмастерин, β -ситостерин), выделяемые из неомыляемой части липидов растений, и зоостерин из жировой ткани животных.

3.2 анализ: Вещество, определяемое в пробе объекта аналитического контроля.

4 Сущность метода

Метод основан на щелочном гидролизе пробы, экстракции фитостерина диэтиловым эфиром и последующем ГХ-МС анализе. Массовую долю стерина определяют по площади пика идентифицированных стерина относительно градуировочной зависимости, полученной при анализе градуировочных растворов стерина в аналогичных условиях.

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 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.

* 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»

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

6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Газовый хроматограф, 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 инъекции 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 на основе 5 %-фенил — 95 %-диметилполисилоксана длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм, толщиной пленки 0,25 мкм;

- 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 (I) класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,001$ г.

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

Испаритель роторный 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.

Банки стеклянные вместимостью 250—500 см³ с крышкой.

Пипетки градуированные вместимостью 1 и 10 см³ по ГОСТ 29227 или дозаторы автоматические с переменным объемом дозирования от 1 до 10 см³ и относительной погрешностью дозирования не более ± 1 %.

Фильтр мембранный из политетрафторэтилена с диаметром пор 0,45 мкм.

Колбы круглодонные К-1-100-29/32 по ГОСТ 25336.

Колба мерная 2-50-2 по ГОСТ 1770.

Колба коническая Кн-1-100(1000)-24/29 ТС по ГОСТ 25336.

Воронка В-56(75)-80 ХС по ГОСТ 25336.

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

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Гелий газообразный (сжатый) высокой чистоты.

н-Гексан, х. ч.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х. ч.

Метанол-яд по ГОСТ 6995.

Эфир диэтиловый, ч. д. а.

Эфир петролейный, ч. д. а.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166, х. ч.

Брассикастерин с содержанием основного вещества не менее 97,0 %.

Кампестерин с содержанием основного вещества не менее 96,0 %.

Стигмастерин с содержанием основного вещества не менее 98,0 %.

β-ситостерин с содержанием основного вещества не менее 99,0 %.

7 Отбор проб

7.1 Отбор проб по ГОСТ 9792, ГОСТ 7269, ГОСТ 7702.2.0.

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 см³ и закрывают крышкой.

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

8 Подготовка к испытанию

8.1 Приготовление растворов

8.1.1 Приготовление растворов стеринов массовой концентрации 0,5 мг/см³

Взвешивают 25,0 мг индивидуального фитостерина (брасикастерина, кампестерина, стигмастерина, β-ситостерина), переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доводят до метки метанолом. Растворы хранят в холодильнике при температуре минус (18 ± 2) °С в течение 1 мес.

8.1.2 Приготовление смеси градуировочных растворов стеринов

Для определения стеринов из индивидуальных растворов массовой концентрации 0,5 мг/см³ готовят смесь градуировочных растворов массовой концентрации 100 мкг/см³ (раствор 1), 50 мкг/см³ (раствор 2), 25 мкг/см³ (раствор 3), 10 мкг/см³ (раствор 4), 1 мкг/см³ (раствор 5).

Для приготовления раствора 1 градуированной пипеткой в мерную колбу вместимостью 50 см³ переносят соответственно по 10 см³ индивидуального раствора стерина и тщательно перемешивают.

Для приготовления градуировочного раствора 2 в хроматографическую вialу переносят 0,5 см³ градуировочного раствора 1 и 0,5 см³ метанола.

Для приготовления градуировочного раствора 3 в хроматографическую вialу переносят 0,5 см³ градуировочного раствора 2 и 0,5 см³ метанола.

Для приготовления градуировочного раствора 4 в хроматографическую вialу переносят 0,2 см³ градуировочного раствора 2 и 0,8 см³ метанола.

Для приготовления градуировочного раствора 5 в хроматографическую вialу переносят 0,1 см³ градуировочного раствора 4 и 0,9 см³ метанола.

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

8.1.3 Приготовление раствора гидроокиси калия молярной концентрации с(КОН) = 10,0 моль/дм³

Взвешивают 56,0 г гидроокиси калия, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до метки.

Готовый раствор хранят в конических колбах с притертыми пробками, при комнатной температуре не более месяца.

8.2 Подготовка пробы

8.2.1 Щелочной гидролиз пробы

Пробу продукта массой 5—10 г выделяют жир по ГОСТ 23042 гексаном или петролейным эфиром. Полученный жир помещают в круглодонную колбу со шлифом вместимостью 100 см³ и добавляют 10 см³ раствора гидроокиси калия (см. 8.1.3). Колбу соединяют с обратным холодильником, помещают в водяную баню и нагревают при температуре (80 ± 2) °С в течение 30 мин, периодически перемешивая содержимое колбы. После этого содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры.

8.2.2 Экстракция стеринов

В колбу приливают 40 см³ дистиллированной воды и 30 см³ диэтилового эфира, перемешивают, сливают в делительную воронку вместимостью 500 см³ и дают отстояться в течение 5 мин. После расслаивания нижний водно-спиртовой слой сливают в коническую колбу вместимостью 100 см³, а верхний эфирный слой оставляют в делительной воронке. Переливают водно-спиртовой слой в другую делительную воронку, добавляют 30 см³ диэтилового эфира, встряхивают, отстаивают в течение 5 мин и после расслаивания верхний эфирный слой приливают к эфирному экстракту в первой делительной воронке.

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

Промытый эфирный экстракт фильтруют в круглодонную колбу вместимостью 100 см³ через складчатый фильтр со слоем безводного сернистого 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 см³ метанола, пропускают через мембранный фильтр и переносят в вialу из темного стекла вместимостью 2 см³ для проведения измерения.

9 Проведение измерений

9.1 Хроматографические условия измерений

Газовый хроматограф с масс-спектрометрическим детектором включают в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации и устанавливают параметры, рекомендуемые изготовителем капиллярных колонок. Например, для капиллярной колонки $30 \text{ м} \times 0,25 \text{ мм} \times 0,25 \text{ мкм}$ применяют следующие хроматографические условия*:

- газ-носитель — гелий;
- скорость потока газа-носителя $1 \text{ см}^3/\text{мин}$;
- температура инжектора $250 \text{ }^\circ\text{C}$;
- инжектор в режиме без деления потока;
- начальная температура термостата колонки $100 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 2 мин;
- программируемый нагрев от $100 \text{ }^\circ\text{C}$ до $290 \text{ }^\circ\text{C}$ со скоростью $20 \text{ }^\circ\text{C}/\text{мин}$;
- изотерма при температуре $290 \text{ }^\circ\text{C}$ до 25 мин;
- время анализа 25 мин;
- объем вводимой пробы от 1 до 5 мм^3 .

Допускается использование других хроматографических условий, обеспечивающих разделение компонентов пробы.

9.2 Параметры настройки масс-спектрометрического детектора

Градуировку и настройку масс-спектрометрического детектора в режиме электронной ионизации и tandemной масс-спектрометрии проводят согласно инструкции по эксплуатации прибора.

Для идентификации стеринам применяют следующие параметры:

- температура источников ионов $230 \text{ }^\circ\text{C}$;
- температура квадруполя $150 \text{ }^\circ\text{C}$;
- энергия электронов 70 эВ ;
- режим детектирования — сканирование полного масс-спектра (в диапазоне масс 33—550 а. е. м.).

9.3 Градуировка ГХ-МС системы

Приготовленные по 8.1.2 градуировочные растворы анализируют ГХ-МС в условиях, выбранных в соответствии с 9.1, 9.2. Проводят по три параллельных измерения для каждой концентрации градуировочных растворов. Полученные хроматограммы обрабатывают с использованием компьютерной системы обработки данных. Определяют абсолютное время удерживания стеринам. С использованием средств программного обеспечения хроматографа строят градуировочную зависимость площади пика стеринам 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 разделу 12.

9.4 Контроль аналитической системы

Контроль выполняют с использованием приготовленных по 8.1.2 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 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

В вials вместимостью 2 см^3 вносят подготовленную пробу по 8.2 и проводят два измерения на системе ГХ-МС при условиях, указанных в 9.1 и 9.2.

* В настоящем стандарте используется газовый хроматограф Agilent 7890 с масс-спектрометрическим детектором Agilent 5975C и хроматографической колонкой Agilent HP-5MS, 30 м , $0,25 \text{ мм}$, $0,25 \text{ мкм}$. Данная информация является рекомендуемой, приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования других средств измерений с аналогичными характеристиками.

Идентификацию индивидуальных стеринов 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 превышать 20 %. Относительная интенсивность двух вспомогательных ионов в масс-спектрах определяемых стеринов 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.

По значению площади хроматографического пика с использованием установленной градуировочной характеристики и программы обработки данных находят массовую концентрацию стеринов в анализируемой пробе.

Вычисление массовой доли стеринов в анализируемой пробе экстракта проводят для каждого из двух параллельных определений.

10 Обработка результатов

В соответствие с данными, полученными при анализе градуировочных растворов, создают таблицу пиков с использованием программного обеспечения. Расчеты площади пика и массовой доли стеринов выполняются системой обработки данных в автоматическом режиме.

Массовую долю стеринов X , мг/кг, вычисляют по формуле

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

где $C_{ст}$ — массовая концентрация индивидуального стерина в градуировочном растворе, мг/см³;

S_x — площадь пика индивидуального стерина в анализируемой пробе, усл. ед.;

V_p — объем раствора для растворения стеринов после пробоподготовки, см³;

$S_{ст}$ — площадь пика индивидуального стерина 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 на хроматограмме присутствуют пики с временем удерживания, характерным для β -ситостерина или других стеринов растительного происхождения (брассикастерина, кампестерина, стигмастерина), и масс-спектр соответствует параметрам идентификации, установленным в 9.5, то это подтверждает наличие растительных жиров (ингредиентов, содержащих растительные жиры) в анализируемой пробе.

П р и м е ч а н и е — Массовую долю стеринов выражают в мг/кг, что равнозначно получаемой по формуле (1) размерности мг/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

Аналит	Границы относительной погрешности $\pm \delta, \%$	Предел повторяемости r , мг/кг	Предел воспроизводимости R , мг/кг
Брассикастерин	22	$0,18x_{ср}$	$0,25x_{ср}$
Кампестерин	20	$0,15x_{ср}$	$0,20x_{ср}$
Стигмастерин	23	$0,17x_{ср}$	$0,20x_{ср}$
β -ситостерин	15	$0,10x_{ср}$	$0,20x_{ср}$
$x_{ср}$ — 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 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.

Условия приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, при доверительной вероятности $P = 0,95$, должны удовлетворять условию

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

где x_1 и x_2 — результаты двух параллельных измерений, %;

r — предел повторяемости, %.

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

Условия приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, при доверительной вероятности $P = 0,95$, должны удовлетворять условию

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

где X_1 и X_2 — результаты двух определений, выполненных в разных лабораториях, %;

R — предел воспроизводимости, %.

11.4 Границы относительной погрешности ($\pm \delta$), 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 Процедуру контроля стабильности показателей качества результатов измерений (повторяемости, промежуточной прецизионности и погрешности) проводят в соответствии с порядком, установленным в лаборатории, по ГОСТ ИСО 5725-6.

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.

Ключевые слова: мясо, мясные продукты, немясные ингредиенты растительного происхождения, стерины, фитостерины, brassicasterin, campesterin, stigmasterin, β -sitosterin, газовая хроматография с масс-спектрометрическим детектором

Редактор *Д.А. Мезинова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабацова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 01.04.2016. Подписано в печать 05.04.2016. Формат 60×84 $\frac{1}{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 45 экз. Зак. 955.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru