

ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
(EACC)  
EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION  
(EASC)



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ

ГОСТ  
32835—  
2014

**ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ**

**Определение микотоксинов методом tandemной  
высокоэффективной жидкостной хроматомасс-  
спектрометрии**

**(ВЭЖХ-МС/МС)**



**Издание официальное**

Зарегистрирован  
№ 9523  
30.06.2014 г.



**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 образовательным учреждением высшего профессионального образования «Московский государственный университет пищевых производств» (ФГБОУ ВПО «МГУПП»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии Российской Федерации

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 45-2014 от 25 июня 2014 г.)

За принятие стандарта 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
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Настоящий стандарт разработан с учетом положений следующих международных документов:

- CODEX STAN 247—2005 Codex General Standard For Fruit Juices And Nectars of the Codex Alimentarius Commission (Единый международный стандарт Комиссии Кодекс Алиментариус на фруктовые соки и нектары);

- Regulation of the Commission of the European Union of 23.02.2006 г. No. 406/2006/EC Laying down the sampling methods and methods of analysis for the official control of the levels of mycotoxins in foodstuffs (Регламент Комиссии Европейского союза от 23.02.2006 г. № 406/2006/EC «О методах отбора проб и методах анализа для официального контроля уровней микотоксинов в пищевых продуктах»);

- AIJN Code of Practice for Evaluation of Quality and Authenticity of Fruit and Vegetable Juices of the European Fruit Juice Association (Свод правил для оценки качества и подлинности фруктовых и овощных соков Европейской ассоциации фруктовых соков).

### 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, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных (государственных) органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация также будет опубликована в сети Интернет на сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

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

**ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ**

**Определение микотоксинов методом tandemной высокоэффективной жидкостной хроматомасс-спектрометрии (ВЭЖХ-МС/МС)**

Juice products. Determination of mycotoxins by tandem high performance liquid mass spectrometry (HPLC-MS/MS)

Дата введения — ~

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на соки и другую соковую продукцию из фруктов и овощей, за исключением клеток цитрусовых фруктов, и устанавливает метод определения микотоксинов – патулина и охратоксина А – с применением tandemной высокоэффективной жидкостной хроматомасс-спектрометрии в диапазоне измерений массовой концентрации патулина от 0,1 до 100,0 мкг/дм<sup>3</sup> и охратоксина А от 0,1 до 20,0 мкг/дм<sup>3</sup>.

П р и м е ч а н и е – Настоящий стандарт рекомендуется применять в целях апробации и накопления дополнительной информации в части его применения.

## 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. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.010–76 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования

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

ГОСТ 61–75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

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. Цилиндыры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ ISO 3696–2013 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля

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

ГОСТ ИСО 5725-2–2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ 5789–78 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 16317–87 Приборы холодильные электрические бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 20015–88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные. Типы. Основные параметры и размеры

ГОСТ 26313–84 Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки, методы отбора проб

ГОСТ 26671–85 Продукты переработки плодов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Подготовка проб для лабораторных анализов

# ГОСТ 32835—2014

ГОСТ 29030—91 Продукты переработки плодов и овощей. Пикнометрический метод определения относительной плотности и содержания растворимых сухих веществ

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

ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 32689.1—2014 Продукция пищевая растительного происхождения. Мультиметоды для газохроматографического определения остатков пестицидов Часть 1. Общие положения

ГОСТ 32689.2—2014 Продукция пищевая растительного происхождения. Мультиметоды для газохроматографического определения остатков пестицидов Часть 2. Методы экстракции и очистки

ГОСТ 32689.3—2014 Продукция пищевая растительного происхождения. Мультиметоды для газохроматографического определения остатков пестицидов Часть 3. Определение и подтверждение результатов

**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 Сокращения

ВЭЖХ-МС/МС – tandemная высокоеффективная жидкостная хроматомасс-спектрометрия;

OTA – охратоксин А;

ПАТ – патулин;

ESI – ионизация распылением в электрическом поле (*Electrospray Ionization*);

IARC – Международное агентство по исследованию онкологических заболеваний;

LOD – предел детектирования;

LOQ – предел количественного определения;

SRM – идентификация компонентов в режиме контроля селективных реакций (*Selected Reaction Monitoring*).

## 4 Сущность метода

Сущность метода заключается в предварительной экстракции микотоксинов ПАТ и OTA ацетонитрилом в присутствии безводного сульфата магния, концентрировании, перерастворении в ацетонитриле и количественном определении массовой концентрации микотоксинов с применением ВЭЖХ-МС/МС с ионизацией распылением в электрическом поле и идентификацией компонентов в режиме контроля селективных реакций.

## 5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, стандартные образцы, реагенты и посуда

Система аналитическая ВЭЖХ-МС/МС\* с трехквадрупольным масс-детектором для измерения в диапазоне масс от 10 до 3000 атомных единиц массы (а. е. м.), с точностью измерения массы не ниже 0,1 а. е. м., ионизацией распылением в электрическом поле, возможностями работы в режиме контроля выбранных реакций и сканирования дочерних и родительских ионов, минимальным отношением сигнал/шум  $\geq 1000:1$ . Аналитическая система должна включать модуль ВЭЖХ, состоящий из бинарного насоса со смесителем, термостат хроматографической колонки, обеспечивающий температуру нагрева до 50 °C, и хроматографическую колонку с обращенно-фазовым сорбентом зернением 5 мкм C<sub>18</sub> длиной 150 мм и внутренним диаметром 3 мм. Применяемая система должна обеспечивать обнаружение микотоксинов в интервале от 0,1 до 100,0 мкг/дм<sup>3</sup>.

Спектрофотометр диапазоном измерения, позволяющим проводить испытания при длине волн от 250 до 400 нм, допускаемой абсолютной погрешностью измерений оптической плотности не более 0,1 %.

\* Дополнительная информация о рекомендуемых ВЭЖХ-МС/МС системах приведена в приложении А.