



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ

ГОСТ  
33482—  
2015

НИФСИТР ЦСМ при МЭ КР  
**РАБОЧИЙ  
ЭКЗЕМПЛЯР**

**ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ, СЫРЬЕ  
ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ, КОМБИКОРМА**

**Метод определения содержания анаболических  
стероидов и производных стирьбена с помощью  
высокоэффективной жидкостной хроматографии  
с масс-спектрометрическим детектированием**

Издание официальное

Зарегистрирован  
№ 11553  
2 ноября 2015 г.



## Предисловие

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

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены».

### Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Всероссийский государственный Центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов» (ФГБУ «ВГНКИ»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии Российской Федерации

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования (протоколом от 27 октября 2015 г. №81-П)

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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

### 4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

## ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ, СЫРЬЕ ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ, КОМБИКОРМА

**Метод определения содержания анаболических стероидов и производных стибена с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием**

Food products, food raw materials, mixed feeds.  
Method for determination of anabolic steroids and stilbene derivatives by high performance liquid chromatography — mass spectrometry

Дата введения —

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на пищевые продукты и переработанную пищевую продукцию животного происхождения в части мяса, в том числе из мяса птицы, субпродуктов (печень), комбикорма и устанавливает метод высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием (далее — ВЭЖХ-МС/МС) для определения содержания анаболических стероидов и производных стибена в диапазоне измерений:

- для  $\alpha$ -тренболона,  $\beta$ -тренболона в мясе — от 0,05 до 5,00 мкг/кг;
- меленгестрола ацетата,  $\alpha$ -нортестостерона,  $\beta$ -нортестостерона,  $\alpha$ -зеараланола,  $\beta$ -зеараланола,  $\alpha$ -зеараленола в мясе — от 0,2 до 5,0 мкг/кг;
- $\alpha$ -тренболона,  $\beta$ -тренболона,  $\alpha$ -зеараланола,  $\beta$ -зеараланола,  $\alpha$ -зеараленола в печени — от 0,5 до 30,0 мкг/кг;
- $\alpha$ -нортестостерона,  $\beta$ -нортестостерона в печени — от 2,0 до 30,0 мкг/кг;
- гексэстрола, диэтилстильбестрола, мегестрола ацетата, медроксипрогестерона, метилболденона, метилтестостерона,  $\beta$ -тестостерона, преднизолон, метилпреднизолон, дексаметазон в мясе, печени и комбикорме — от 0,5 до 30,0 мкг/кг.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

- ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны
- ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности
- ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания
- ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия
- ГОСТ 199—78 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия
- ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
- ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия
- ГОСТ ИСО 5725-6—2003<sup>1</sup> Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике
- ГОСТ ISO 6497—2014<sup>2</sup> Корма для животных. Отбор проб
- 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 9293—74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

<sup>1</sup> В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

<sup>2</sup> \* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 6497—2011 «Корма для животных. Отбор проб».

## ГОСТ 33482—2015

ГОСТ 22300—76 Реактивы. Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия

ГОСТ 24104—2001<sup>3</sup> Весы лабораторные. Общие технические требования

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

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

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

**Примечание** — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов 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 Сущность метода

Количественное определение содержания анаболических стероидов и производных стибена (аналитов) проводят методом внутреннего стандарта по площадям пиков идентифицированных соединений с помощью градуировочной характеристики высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием в режиме мониторинга выбранных реакций (*MRM*).

### 4 Требования безопасности и условия выполнения измерений

4.1 Применяемые в работе реактивы относятся к веществам 1-го и 2-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007, при работе с ними необходимо соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005.

4.2 Помещения, в которых проводят анализ и подготовку проб, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.

4.3 Приготовление градуировочных растворов проводят под тягой в вытяжном шкафу.

4.4 К выполнению измерений методом ВЭЖХ-МС/МС допускаются лица, владеющие техникой ВЭЖХ-МС/МС и изучившие инструкции по эксплуатации применяемой аппаратуры.

4.5 При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха..... от 20 °С до 30 °С;
- атмосферное давление ..... от 84 до 106 кПа;
- напряжение в питающей электросети ..... от 200 до 240 В;
- частота переменного тока ..... от 49 до 51 Гц;
- относительная влажность воздуха..... от 40 % до 80 %.

### 5 Средства измерений, аппаратура, материалы, посуда и реактивы

5.1 Для определения содержания аналитов применяют следующие средства измерений, аппаратуру, материалы и посуду:

- весы специального или высокого класса точности с действительной ценой деления 0,1 мг по ГОСТ OIMLR 76-1 или весы лабораторные по ГОСТ 24104 специального или высокого класса точности с наибольшим пределом взвешивания 210 г и ценой поверочного деления 0,1 мг;

- весы микроаналитические с наибольшим пределом взвешивания 52 г, с пределом абсолютной допускаемой погрешности не более  $\pm 0,001$  мг;

- масс-спектрометр с гибридным квадрупольным анализатором с диапазоном измерений от 5 до 1200 атомных единиц массы (а. е. м.), массовым разрешением не менее 1200, точностью измерения массы не менее 0,2 а. е. м., с режимом получения и анализа фрагментных ионов (режим МС/МС);

- рН-метр или универсальный иономер диапазоном измерения от 4 до 9 ед. рН с погрешностью измерения  $\pm 0,05$  ед. рН;

<sup>3</sup> В Российской Федерации не действует.