



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
33287–
2015

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

ВИНО И ВИНОМАТЕРИАЛЫ

**Определение содержания охратоксина А методом
высокоэффективной жидкостной хроматографии**

Издание официальное

Зарегистрирован
№ 11087
22 июня 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 Обществом с ограниченной ответственностью «Люмэкс-маркетинг» (ООО «Люмэкс-маркетинг»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии Российской Федерации

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 47-2015 от 18 июня 2015 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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
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.

ВИНО И ВИНМАТЕРИАЛЫ

**Определение содержания охратоксина А методом
высокоэффективной жидкостной хроматографии**

Wine and wine materials.
Determination of ochratoxin A content by high performance liquid
chromatography

Дата введения –

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на вино и виноматериалы и устанавливает метод определения массовой концентрации охратоксина А при помощи высокоэффективной жидкостной хроматографии (далее – ВЭЖХ).

Диапазон измерений массовой концентрации охратоксина А составляет от 0,001 до 0,1 мг/дм³.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие 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 Кислота уксусная. Технические условия

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

ГОСТ 4233–77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-6–2003¹⁾ Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9293–74 (ИСО 2435–73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

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

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

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

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

ГОСТ 31730–2012 Продукция винодельческая. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ OIML R 76-1–2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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

¹⁾ 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».

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 Отбор и подготовка пробы к испытанию

Отбор проб по ГОСТ 31730.

Вина с повышенным содержанием диоксида углерода предварительно дегазируют. Для этого 50 см³ продукта помещают в колбу с тубусом вместимостью 100 см³ (см. 6.22), встряхивают и подключают к вакуумному насосу (см. 6.6). Дегазируют в течение 10–15 мин до исчезновения пены и появления больших пузырей на поверхности жидкости.

4 Требования безопасности

При проведении измерений следует соблюдать требования:

- электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019 и технической документации на хроматограф;
- взрывобезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.010;
- пожарной безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004;
- безопасности при работе с вредными веществами в соответствии с ГОСТ 12.1.007.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ – Охратоксин А вызывает поражение почек и печени и предположительно является канцерогеном. Все работы, связанные с подготовкой пробы и приготовлением растворов охратоксина А, следует проводить в вытяжном шкафу с использованием защитной одежды, перчаток и защитных очков. Деконтаминацию стеклянной посуды, контактировавшей с охратоксином А, проводят 4 %-ным раствором гипохлорита натрия.

5 Сущность метода

Метод основан на экстракции охратоксина А из пробы подкисленным хлористым метиленом, концентрировании полученного экстракта, скрининге проб и определении массовой концентрации охратоксина А с применением ВЭЖХ на обращенно-фазовой колонке с флуориметрическим детектированием.

6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, стандартные образцы, реактивы, посуда и материалы

6.1 Хроматограф жидкостный с флуориметрическим или спектрофлуориметрическим детектором, обеспечивающим возбуждение флуоресценции в спектральной области (330 ± 20) нм и регистрацию интенсивности флуоресценции в спектральной области (465 ± 20) нм. Применяемый детектор должен обеспечивать предел обнаружения охратоксина А не более 5 нг/см³.

6.2 Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,01 г.

6.3 Колонка хроматографическая аналитическая, заполненная обращенно-фазовым сорбентом с размером частиц 5 мкм, имеющая эффективность не менее 5000 теоретических тарелок по пику охратоксина А¹⁾.

6.4 Предколонка того же внутреннего диаметра и заполненная тем же обращенно-фазовым сорбентом, что и аналитическая колонка.

6.5 Испаритель ротационный, снабженный водяной баней с регулятором температуры в диапазоне от 20 °С до 50 °С.

6.6 Насос лабораторный вакуумный, мембранный или водоструйный по ГОСТ 25336, обеспечивающий разрежение от 2,5 до 10 кПа.

¹⁾ Пример коммерческого продукта, удовлетворяющего указанным требованиям, – хроматографическая колонка внутренним диаметром 2,1 мм и длиной 120 мм, заполненная обращенно-фазовым сорбентом Кромасил С-18, Alltima C18 и др. с размером частиц 5 мкм, снабженная предколонкой длиной 25 мм. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является поддержкой указанного продукта.