



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
34596—
2019

**ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ, КОРМА,
ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ**

НИФСИТР ЦСМ при МЭ КР
**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

**Определение массовой доли соединений
метилртути и неорганических соединений ртути
методом высокоэффективной жидкостной
хроматографии – масс-спектрометрии с индуктивно
связанной плазмой**

Зарегистрирован
№ 14891
30 сентября 2019 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 «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 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 в АИС МГС (протоколом от 30 сентября 2019 г. №122-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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Институт стандартизации Молдовы
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономики Украины

© ЦСМ, 2020

4 Приказом Центра по стандартизации и метрологии при Министерстве экономики Кыргызской Республики от 20 июля 2020 г. № 24-СТ межгосударственный стандарт ГОСТ 34596–2019 введен в действие в качестве национального стандарта Кыргызской Республики

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»

Настоящий документ не может быть полностью или частично воспроизведен, копирован, тиражирован и распространен без разрешения Центра по стандартизации и метрологии при Министерстве экономики Кыргызской Республики

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ, КОРМА, ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ**Определение массовой доли соединений метилртути и неорганических соединений ртути методом высокоэффективной жидкостной хроматографии — масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой**

Food products, feed, food raw materials. Determination of the mass fraction of methylmercury compounds and inorganic mercury compounds by high performance liquid chromatography-mass spectrometry with inductively coupled plasma

Дата введения —2020-12-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевые продукты, продовольственное сырье и кормовые средства: рыбу, нерыбные объекты морского промысла, кормовую муку из рыбы, морских млекопитающих, ракообразных и беспозвоночных (далее — кормовая мука), корма на основе рыбной муки и устанавливает метод высокоэффективной жидкостной хроматографии — масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (далее — ВЭЖХ-ИСП-МС) для определения массовой доли соединений метилртути и неорганических соединений ртути в диапазоне измерений от 0,013 до 10,0 млн⁻¹ (мг/кг).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.018 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

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

ГОСТ 12.2.085 Арматура трубопроводная. Клапаны предохранительные. Выбор и расчет пропускной способности

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 10157 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 13496.0 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 14261 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 31339 Рыба, нерыбные объекты и продукция из них. Правила приемки и методы отбора проб

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

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

Примечание — 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 Сущность метода

Метод основан на экстракционном извлечении соединений метилртути и неорганических соединений ртути из анализируемой пробы водным раствором L-цистеина с последующим количественным определением их методом ВЭЖХ-ИСП-МС. Количественное определение проводят методом внешнего стандарта по площади пика идентифицированного соединения относительно градуировочной характеристики, полученной при анализе градуировочных растворов.

4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

4.1 Для определения массовой доли соединений метилртути и неорганических соединений ртути применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и посуду:

- весы неавтоматического действия высокого класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с максимальной нагрузкой не более 150 г и пределами допускаемой погрешности не более $\pm 0,001$ г;
- квадрупольный масс-спектрометр с индуктивно связанной плазмой, позволяющий проводить измерения в диапазоне масс от 3 до 256 атомных единиц массы (а.е.м.), оснащенный компьютерной системой обработки данных;
- систему высокоэффективную жидкостную хроматографическую, состоящую из бинарного насоса со смесителем, системы фильтрования и дегазации подвижных фаз, термостата хроматографической колонки, компьютера с установленным программным обеспечением;
- колонку хроматографическую длиной 150 мм, диаметром 3,0 мм, наполнителем C8 с размером пор 3,5 мкм*;
- баню водяную лабораторную с возможностью контроля температуры, с поддержанием температуры воды на уровне (60 ± 4) °С;
- автоматические дозаторы одноканальные переменной вместимости 5—50, 100—1000 и 1000—5000 мм³ с допустимой относительной погрешностью дозирования не более ± 1 %;
- измельчитель-гомогенизатор лабораторный погружной;
- морозильную камеру любого типа с рабочим диапазоном температур от минус 15 °С до минус 25 °С;
- мельницу лабораторную;
- систему получения деионизированной воды высокой чистоты с удельным сопротивлением 18,2 МОм·см при температуре 25 °С;
- холодильник бытовой с рабочим диапазоном температур от 2 °С до 8 °С;
- шкаф сушильный с максимальной температурой нагрева не менее 100 °С и погрешностью поддержания заданной температуры ± 5 °С;
- фильтры мембранные с размером пор не менее 0,45 мкм;
- шприцы полипропиленовые вместимостью 2, 5, 10 см³;
- виалы (флаконы) темного стекла для автоматического устройства ввода проб вместимостью 1 см³ с завинчивающимися крышками;
- пробирки полипропиленовые вместимостью 50 см³ с завинчивающимися крышками;

* Например, колонка хроматографическая Zorbax SB-C8 (3,5 мкм, 3,0 × 150 мм). Указанная колонка является рекомендуемой. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования других колонок с аналогичными характеристиками.