

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



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ

ГОСТ  
32587—  
2013



**ЗЕРНО И ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ,  
КОМБИКОРМА**

**Определение охратоксина А методом  
высокоэффективной жидкостной хроматографии**

**(ISO 15141-1:1998, NEQ)**

**Издание официальное**

Зарегистрирован

№ 8886

13 декабря 2013 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 № 44-2013 от 14 ноября 2013 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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Настоящий стандарт соответствует основным положениям международного стандарта ISO 15141-1:1998 Foodstuffs – Determination of ochratoxin A in cereals and cereal products - Part 1: High performance liquid chromatographic method with silica gel clean up (Продукты пищевые. Определение содержания охратоксина А в зерне и зерновых продуктах. Часть 1. Метод жидкостной хроматографии высокого разрешения и очисткой силикагелем)

Степень соответствия – неэквивалентная (NEQ)

### 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

**ЗЕРНО И ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ, КОМБИКОРМА**  
**Определение охратоксина А методом высокоэффективной**  
**жидкостной хроматографии**

Grain and products of its processing, mixed feeds.  
 Determination of ochratoxin A by high performance liquid chromatography

Дата введения –

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на зерно и продукты его переработки и устанавливает методы определения содержания охратоксина А с применением высокоэффективной жидкостной хроматографии (далее – ВЭЖХ) с флуориметрическим детектированием с применением:

- скрининга проб и очистки методом колоночной хроматографии (метод А) в продовольственном зерне, мукомольно-крупяных изделиях на основе пшеницы, кукурузы, ячменя, ржи, овса и риса, комбикормов и сырья для их производства на зерновой основе (жмых, шрот) в диапазоне измерений массовой доли охратоксина А от 0,0025 до 1,0 млн<sup>-1</sup>;

- очистки методом твердофазной экстракции (метод Б) в зерне злаков и муке в диапазоне измерений массовой доли охратоксина А более 0,0004 млн<sup>-1</sup>.

Примечание – 1 млн<sup>-1</sup> соответствует 1 мг/кг или 1000 мкг/кг.

## 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 2603–79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

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

ГОСТ 4166–76 Реактивы. Натрий серноокислый. Технические условия

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4209–77 Реактивы. Магний хлористый 6-водный. Технические условия

ГОСТ 5556–81 Вата медицинская гигроскопическая. 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

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

ГОСТ 5789–78 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 5848–73 Реактивы. Кислота муравьиная. Технические условия

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 9293–74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 9968–86 Метилен хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 13586.3–83 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб

## ГОСТ 32587–2013

ГОСТ 16317–87 Приборы холодильные электрические бытовые. Общие технические условия  
ГОСТ ИСО/МЭК 17025–2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 20015–88 Хлороформ. Технические условия

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

ГОСТ 26312.1–84 Крупа. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 27668–88 Мука и отруби. Приемка и методы отбора проб

ГОСТ 28311–89 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний

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

Часть 1. Общие требования

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 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 испытаниям

Отбор проб по ГОСТ 13586.3, ГОСТ 26312.1, ГОСТ 27668.

Из объединенной пробы выделяют лабораторную пробу массой не менее 100 г, которую размалывают до такого состояния, чтобы она проходила через сито с размером диаметра отверстий 1 мм. Выделенную размолотую лабораторную пробу тщательно перемешивают и хранят до проведения испытаний в сухом темном месте в сосуде под крышкой.

Пробы муки испытывают без размалывания.

### 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 Метод А

#### 5.1 Сущность метода

Метод основан на экстракции охратоксина А из анализируемой пробы продукта подкисленным хлороформом, скрининге проб, которые могут содержать охратоксин А, очистке их экстрактов методом колоночной хроматографии на силикагеле и определении массовой доли охратоксина А с применением ВЭЖХ с флуориметрическим детектированием.

**5.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, стандартные образцы, реактивы, посуда и материалы**

5.2.1 Хроматограф жидкостный с флуориметрическим или спектрофлуориметрическим детектором, обеспечивающим возбуждение флуоресценции в спектральной области (330 ± 20) нм и реги-