

Сводка отзывов на первую редакцию проекта межгосударственного стандарта

«Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания антгельминтиков с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с массе-спектрометрическим детектором» (пересмотр ГОСТ 32834-2014)

Структурный элемент стандарта	Сокращенное наименование национального органа	Предложение, замечание	Заключение разработчика
В целом по стандарту	Госстандарт Республики Беларусь	Заменить слово «ангельминтики» словом «антигельминтики»	Принято.
Раздел 3	Госстандарт Республики Беларусь	Второй абзац считаем целесообразным корректно отразить сущность метода внутреннего стандарта, а именно, расчет проводят не по площади пика основного иона, а по зависимости отношения площади пика основного ион-продукта аналита к площади пика основного ион-продукта внутреннего стандарта от содержания аналита в растворе (см ³) или пробе (кг) - последнее на усмотрение разработчика.	Принято.
Раздел 5	Госстандарт Республики Беларусь	п.5.1 указать тип мембранного фильтра 0,2 мкм, используемого на завершающей стадии очистки п. 5.2: - указать ГОСТ для магния сульфата. Названия всех реактивов следует указывать в именительном падеже; - указать требования к размеру зерна обращения обращенно-фазного сорбента C ₁₈ ; - указать модель термометра или иного устройства для измерения температуры воздуха в лаборатории.	Уточнили.
		п.п. 5.3.1, 5.3.2 указать в качестве примера CAS номера аналитов, изотопно-меченных стандартов и фирму производителя	Отклонено. Т.к. разработчик использовал безводный магний сульфат (ГОСТ 4523-77 распространяется на магний сернокислый 7-водный) Принято Принято, указали
			Принято, указали регистрационные номера CAS образцов сравнения

Раздел 6	Госстандарт Республики Беларусь	п. 5.3.2, первое предложение изложить в редакции: «Изотопно-меченые вещества, применяемые в качестве внутренних стандартов...» и далее по тексту п. 6.3.1, первый абзац: - заменить слова «исходных стандартных растворов» словами «исходных градуировочных растворов»; - формула (1), пояснения, «M_c» изложить в редакции: «M_c – молярная масса аналита в солевой форме, г/моль». п.п. 6.3.1, 6.3.3 уточнить, пункты изложены некорректно в части применения пластиковых пробирок для приготовления градуировочных растворов. Следует заменить пластиковые пробирки мерными колбами. Считаем, что процедура приготовления градуировочных растворов в концентрационных единицах «$\text{мг}/\text{см}^3$» следует выполнять с учетом «объема» растворителя при стандартных условиях (20 ± 2) °C. Предлагаемая разработчиками процедура приготовления градуировочных растворов по массе и плотности растворителя крайне трудоемка и неудобна в повседневной лабораторной практике. В общепринятой лабораторной практике для приготовления растворов в концентрационной размерности «$\text{мг}/\text{см}^3$» принято использовать массу аналита и объем растворителя. Для лабораторной практики в настоящее время доступны мерные колбы малых объемов от 2 до 10 см^3. Просим разработчиков проекта межгосударственного стандарта аргументировать выбор процедуры приготовления растворов по массе и плотности. Необходимо пункты изложить с учетом общепринятой лабораторной практики, или дополнить фразой «допускается приготовление растворов объемно-весовым методом». Описанная процедура по определению плотности смеси метанол/ДМСО в мерной колбе на 10 см^3 при температуре воздуха от 15 °C до 30 °C не позволит с достаточной точностью (до четвертого знака после запятой) определить	Принято Принято Принято, частично. Выражаем полное согласие с тем, что изменение мерной посуды в соответствии с общепринятой лабораторной практикой было бы более правильным с методической точки зрения. Однако предложенный в проекте подход, который, вне всякого сомнения, не является идеальным, - является вынужденной мерой, т.к., при использовании мерных колб оператор обязан взвесить заданное количество стандарта с точностью до десятых долей миллиграмма. Стандартные образцы вепрепаратов обычно имеют форму порошка, и такое точное взвешивание, даже при применении антистатического оборудования, является нетривиальной задачей. Особенно когда необходимо взвешивать большое число стандартов (57), и нужно внести в колбы ровно по 5,0 мг каждого. На практике попытки такого точного взвешивания с большой вероятностью закончатся получением навески с массой, превышающей заданную, а извлечение избытка обратно из колбы, до получения точной массы, также едва ли осуществимо. Конечно, можно предусмотреть возможность
----------	---------------------------------	--	---

	плотность раствора, что в дальнейшем приведет к неточным результатам концентраций градуировочных растворов при выполнении пересчета от массы смеси к ее объему.	взвешивания в мерной посуде навесок с допущением диапазона массы (например, от 4,0 до 6,0 мг, чтобы это было осуществимо), и далее доводить до метки. Однако это приводит к тому, что концентрации исходных растворов будут неодинаковые, и придется брать различные аликваты для приготовления смесей, что делает методику приготовления стандартов еще более запутанной. По упомянутому выше причинам просим рассмотреть возможность использования первоначально предложенного подхода, с добавлением фразы «допускается приготовление растворов объемно-весовым методом». С замечанием об избыточно широком диапазоне температур при определении плотности смеси метанол/ДМСО выражаем согласие и предлагаем данную процедуру проводить при $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$, а также предлагаем для этой цели использовать колбу объемом 100 см^3, а не 10 см^3, что снижает неопределенность, связанную с определением плотности.
	п. 6.3.3: - заменить слова «исходных стандартных растворов D_0» словами «исходные растворы D_0 внутренних стандартов»; - процедура приготовления растворов внутренних стандартов по массе и плотности растворителя крайне трудоемка и неудобна в повседневной лабораторной практике. В общей принятой лабораторной практике для приготовления растворов в концентрационной размерности «мг/см³» принято использовать массу аналита и объем растворителя. В настоящее время доступны мерные колбы малых объемов от 2 до 10 см^3. Считаем, что данную процедуру следует откорректировать.	Принято Уточнено.

Раздел 8	Госстандарт Республики Беларусь	п. 6.3.6 уточнить, процедура приготовления градуировочного раствора G_6 некорректна. Привести в соответствие объем аликвоты рабочего раствора C_3 с объемом пипеток одноканальных (п. 5.1) п. 8.2.3 указать процедуру количественного обсева и качественного подтверждения для аналитов, которые дают один ион-продукт, например, альбендазол, клорсулон, триклабендазола сульфид и др.	Принято, внесли пометки одноканальные переменной вместимости 2 – 20 мм³
Раздел 9	Госстандарт Республики Беларусь	п. 9.3: - второе предложение откорректировать и однозначно указать, отношение каких ион-продуктов каждого аналита не должно отличаться от соотношения ион-продуктов внутренних стандартов. - таблица 10, первый столбец заменить «(% от основного пика)» на «(% от основного ион-продукта)»	Принято Исправлена табл. 8. П. 8.2.3 уточнен. Одному аналиту может соответствовать два иона-предшественника с различным отношением массы к заряду (клорсулон и др.), что обусловлено химической структурой этих соединений. Количественная оценка проводится по наиболее интенсивному <i>MRM</i>-переходу ион-предшественник/ион-продукт. Вторым <i>MRM</i>-переход является подтверждающим.
Раздел 9	Госстандарт Республики Беларусь	п. 9.4 указать количество параллельных проб и количество инъекций из каждой параллельной пробы, т.к. первое предложение противоречит утверждению во втором предложении. Указать формулу расчета остаточного содержания антимонитов в мкг/кг	Принято, формулировка уточнена. Принято. Отклонения относительных ионных интенсивностей ионов в анализируемой пробе (отношение пика площади менее интенсивного иона-продукта к пику площади более интенсивного иона-продукта, выраженное в %) от относительных ионных интенсивностей ионов, полученных при анализе градуировочных растворов, не должны превышать значений, указанных в таблице 10. Принято. Выполняют минимум по одной инъекции для каждого параллельного изменения (2 идентичных пробы).

Раздел 10	Госстандарт Республики Беларусь	Заменить слова «расширенной неопределенностью результатов аналитических измерений при коэффициенте охвата $k = 2$, указанной в таблице 11» словами «расширенной неопределенностью результатов аналитических измерений, указанной в таблице 11 (при коэффициенте охвата $k = 2$)». Таблица 12 указать предел воспроизводимости и во втором столбце заменить слова «Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение повторяемости) σ_r, %» словами «Предел воспроизводимости R, %».	Принято, заменили.
По всему тексту стандарта	Кыргызстандарт	Без замечаний и предложений	Принято.

Гл. специалист сектора технического регулирования
и стандартизации ФГБУ «ВГНКИ»



А.В. Беляцкая