

---

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

---



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО  
9233-2—  
2011

---

## СЫРЫ И ПЛАВЛЕННЫЕ СЫРЫ

Определение содержания натамицина

Часть 2

Метод высокоэффективной жидкостной  
хроматографии

ISO 9233-2:2007

Cheese, cheese rind and processed cheese — Determination of natamycin content  
— Part 2: High-performance liquid chromatographic method for cheese,  
cheese rind and processed cheese  
(IDT)

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2013

## Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

### Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН ОАО «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (ОАО «ВНИИС») при участии Государственного научного учреждения «Всероссийский научно-исследовательский институт маслоделия и сыроделия» Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ «ВНИИМС») на основе аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 335 «Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17 октября 2011 г. № 456-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 9233-2:2007 «Сыры, сырные корки и плавленые сыры. Определение содержания натамицина. Часть 2. Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для сыров, сырных корок и плавленых сыров» (ISO 9233-2:2007 «Cheese, cheese rind and processed cheese — Determination of natamycin content — Part 2: High-performance liquid chromatographic method for cheese, cheese rind and processed cheese»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2004 (пункт 3.5)

### 5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет*

© Стандартиформ, 2013

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

## Содержание

1 Область применения . . . . .	1
2 Термины и определения . . . . .	1
3 Сущность метода . . . . .	1
4 Реактивы . . . . .	1
5 Аппаратура . . . . .	2
6 Отбор проб . . . . .	2
7 Приготовление пробы для испытания. . . . .	3
7.1 Сырная корка . . . . .	3
7.2 Внутренняя часть сыра и плавленый сыр . . . . .	3
8 Проведение испытания. . . . .	3
8.1 Подготовка пробы для анализа. . . . .	3
8.2 Приготовление испытуемого раствора. . . . .	3
8.3 Определение. . . . .	4
9 Расчет и выражение результатов . . . . .	5
9.1 Расчет массовой доли натамицина . . . . .	5
9.2 Расчет массы натамицина на единицу площади поверхности. . . . .	5
9.3 Поправка, вводимая в результат . . . . .	5
9.4 Обработка результатов . . . . .	5
10 Прецизионность . . . . .	5
10.1 Межлабораторные испытания . . . . .	5
10.2 Повторяемость. . . . .	5
10.3 Воспроизводимость . . . . .	6
11 Протокол испытания . . . . .	6
Приложение А (справочное) Примеры. . . . .	7
Приложение В (справочное) Результаты межлабораторных испытаний . . . . .	9
Библиография . . . . .	10

## НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

## СЫРЫ И ПЛАВЛЕННЫЕ СЫРЫ

## Определение содержания натамицина

## Часть 2

## Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии

Cheese and processed cheese. Determination of natamycin content.  
Part 2. High-performance liquid chromatographic method

Дата введения — 2013—01—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовой доли натамицина свыше 0,5 мг/кг в сырах, сырных корках и плавленых сырах и массы натамицина на единицу площади поверхности свыше 0,03 мг/дм<sup>2</sup> в сырных корках.

## 2 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

**2.1 содержание натамицина (natamycin content):** Массовая доля вещества, определенного в соответствии с методикой, установленной в настоящем стандарте.

**П р и м е ч а н и е** — Содержание натамицина выражают в миллиграммах на килограмм.

**2.2 масса натамицина на единицу площади поверхности в сырной корке (surface-area-related natamycin mass in cheese rind):** Масса натамицина на единицу площади поверхности, определенная в соответствии с методикой, установленной в настоящем стандарте.

**П р и м е ч а н и е** — Массу натамицина на единицу площади поверхности выражают в миллиграммах натамицина на квадратный дециметр сырной корки.

**2.3 сырная корка (cheese rind):** Наружный слой сыра толщиной 5 мм, за исключением слоя покрытия, если оно присутствует.

## 3 Сущность метода

Экстрагируют метанолом известное количество пробы. Экстракт разбавляют водой с последующим охлаждением до температуры от минус 15 °С до минус 20 °С для осаждения большей части жира, а затем фильтруют. Определяют в фильтрате (при необходимости после концентрирования) содержание натамицина или массу натамицина на единицу площади поверхности с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (HPLC).

## 4 Реактивы

Используют только реактивы признанного аналитического качества, если не оговорено иначе, а также только дистиллированную или деминерализованную воду или воду эквивалентной чистоты.

4.1 Метанол (CH<sub>3</sub>OH).

4.2 Метанол, водный раствор.

Смешивают два объема метанола (4.1) и один объем воды.

### 4.3 Стандартные растворы натамицина

#### 4.3.1 Стандартный основной раствор натамицина концентрацией 500 мг/дм<sup>3</sup>

Непосредственно перед использованием растворяют в метаноле (4.1) в мерной колбе с одной меткой вместимостью 100 см<sup>3</sup> (5.1) количество препарата с известным содержанием натамицина, соответствующее 50 мг чистого натамицина (C<sub>33</sub>H<sub>47</sub>NO<sub>13</sub>). Доводят до метки водой и перемешивают.

#### 4.3.2 Стандартный рабочий раствор натамицина концентрацией 5 мг/дм<sup>3</sup>

В мерную колбу с одной меткой вместимостью 50 см<sup>3</sup> (5.1) отбирают пипеткой 5,0 см<sup>3</sup> стандартного основного раствора натамицина (4.3.1). Разбавляют до метки водным раствором метанола (4.2) и перемешивают. Отбирают пипеткой 5,0 см<sup>3</sup> разбавленного таким образом раствора в другую мерную колбу с одной меткой вместимостью 50 см<sup>3</sup> (5.1). Разбавляют до метки водным раствором метанола (4.2) и перемешивают. Концентрация этого стандартного рабочего раствора натамицина составляет 5 мкг/см<sup>3</sup>. Концентрация должна быть близкой к концентрации испытуемого раствора, измеренной в 8.3.3. При необходимости регулируют концентрацию этого стандартного рабочего раствора путем отбора пипеткой и разбавления другого количества основного раствора.

#### 4.4 Уксусная кислота (CH<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>H), ледяная.

## 5 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее.

- 5.1 Мерные колбы с одной меткой вместимостью 50 и 100 см<sup>3</sup>.
- 5.2 Ломтерезка или аналогичное устройство, способное нарезать ломтики сыра толщиной 5 мм и шириной примерно 30 мм (см. рисунок А.1).
- 5.3 Ломтерезка для тонкой нарезки, способная нарезать тонкие ломтики сыра максимальной толщиной 1 мм (см. рисунок А.2).
- 5.4 Измельчитель или смеситель.
- 5.5 Острый нож, способный разрезать ломтики сыра на небольшие кусочки.
- 5.6 Магнитная мешалка или аппарат для встряхивания.
- 5.7 Конические колбы вместимостью 100 и 200 см<sup>3</sup>, изготовленные из цветного стекла и снабженные притертыми стеклянными пробками.
- 5.8 Шприцы одноразовые вместимостью 10 см<sup>3</sup>.
- 5.9 Мембранные микрофильтры с размером пор от 0,20 до 0,45 мкм, стойкие к воздействию спиртовых растворов.
- 5.10 Складчатые бумажные фильтры, быстрофильтрующие, диаметром 150 мм (например, S и S, No. 595 1/2<sup>1</sup>).
- 5.11 Воронка диаметром приблизительно 70 мм.
- 5.12 Морозильная камера, способная замораживать при температуре от минус 15 °С до минус 20 °С.
- 5.13 Экстракционные гильзы для концентрирования, при необходимости, отфильтрованного экстракта.
- 5.14 Жидкостный хроматограф с УФ-детектором, способный проводить измерения при длине волны 303 нм и оборудованный регистрирующим устройством и/или интегратором.
- 5.15 Аналитическая колонка длиной 150 мм, внутренним диаметром 4,6 мм, типа C8, с размером частиц 5 мкм (например, Lichrosorb RP8<sup>1</sup>).
- 5.16 Защитная колонка длиной 100 мм, внутренним диаметром 2,1 мм, типа C8, с размером частиц от 30 до 40 мкм.
- 5.17 Емкость для хранения пробы подходящей вместимости.

## 6 Отбор проб

В лабораторию следует поставлять представительную пробу. Она не должна быть подвержена порче или изменению во время транспортирования или хранения.

<sup>1</sup>) Пример подходящего продукта, имеющегося в продаже. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не означает одобрения этого продукта национальным органом по стандартизации.

Отбор проб не рассматривается в методе, установленном в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приводится в ИСО 707.

Лабораторная проба должна составлять целую головку сыра или ее сегмент, представляющий целую головку.

## 7 Приготовление пробы для испытания

### 7.1 Сырная корка

При необходимости разрезают пробу для испытания на сектора или более мелкие части так, чтобы ширина сырной корки была не более 30 мм. С помощью ломтерезки (5.2) отделяют всю корку от всех полученных секторов или частей, нарезаая ломтиками максимальной толщиной 5 мм. Из полученной корки вырезают с помощью острого ножа (5.5) прямоугольный кусок площадью от 2 до 4 дм<sup>2</sup>. Определяют площадь его поверхности в квадратных дециметрах и массу в килограммах. Тщательно измельчают (5.4) всю корку, включая взвешенный и измеренный кусок, и хорошо перемешивают. Сразу же переносят приготовленную таким образом пробу в емкость для хранения пробы (5.17). После приготовления каждой пробы для испытания очищают все инструменты, которые находились в контакте с пробой, горячей водой, а затем метанолом (4.1). Тщательно сушат все инструменты, например, струей сжатого воздуха.

### 7.2 Внутренняя часть сыра и плавленный сыр

После удаления корки (7.1) используют ломтерезку для тонкой нарезки (5.3) для получения ломтика максимальной толщиной 1 мм со всего наружного среза пробы для испытания. Нарезают все ломтики пробы на мелкие куски площадью приблизительно 50 мм<sup>2</sup> и хорошо перемешивают. Сразу же переносят приготовленную таким образом пробу в емкость для хранения пробы (5.17). После приготовления каждой пробы для испытания очищают все инструменты, которые находились в контакте с пробой для испытания, горячей водой, а затем метанолом (4.1). Тщательно сушат все инструменты, например, струей сжатого воздуха.

## 8 Проведение испытания

### 8.1 Подготовка пробы для анализа

#### 8.1.1 Сырная корка

В коническую колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup> (5.7) взвешивают с точностью до 10 мг приблизительно 10,00 г пробы для испытания (7.1).

#### 8.1.2 Внутренняя часть сыра и плавленный сыр

В коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> (5.7) взвешивают с точностью до 10 мг приблизительно 5,00 г пробы для испытания (7.2).

### 8.2 Приготовление испытуемого раствора

#### 8.2.1 Сырная корка

##### 8.2.1.1 Первоначальная подготовка

В коническую колбу к пробе для анализа (8.1.1) добавляют 100 см<sup>3</sup> метанола (4.1). Перемешивают содержимое конической колбы в течение 90 мин на магнитной мешалке (5.6) или встряхивают в течение 90 мин в аппарате для встряхивания (5.6). Добавляют 50 см<sup>3</sup> воды. Сразу же переносят коническую колбу в морозильную камеру (5.12) приблизительно на 60 мин.

##### 8.2.1.2 Фильтрация

Холодный экстракт фильтруют через складчатый бумажный фильтр (5.10), отбрасывая первые 5 см<sup>3</sup> фильтрата. Фильтрация следует проводить, пока суспензия остается еще холодной, чтобы избежать растворения жира и, следовательно, образования мутных фильтратов. Доводят фильтрат до комнатной температуры. С помощью шприца (5.8) отбирают порцию фильтрата. Фильтруют через мембранный микрофильтр с размером пор 0,45 мкм (5.9), а затем через мембранный микрофильтр с размером пор 0,20 мкм (5.9). Минимальное требуемое количество испытуемого раствора (фильтрата) составляет 20 мкл на ввод для прямого хроматографического измерения (8.3.4) и 25 см<sup>3</sup> или 50 см<sup>3</sup> для измерения при 5- или 10-кратной концентрации (8.3.5) соответственно.

#### 8.2.2 Внутренняя часть сыра и плавленный сыр

##### 8.2.2.1 Первоначальная подготовка

В коническую колбу к пробе для анализа (8.1.2) с помощью измерительного цилиндра добавляют 50 см<sup>3</sup> метанола (4.1). Перемешивают содержимое конической колбы в течение 90 мин на магнитной ме-

шалке (5.6) или встряхивают в течение 90 мин в аппарате для встряхивания (5.6). С помощью измерительного цилиндра добавляют 25 см<sup>3</sup> воды. Сразу же переносят коническую колбу в морозильную камеру (5.12) приблизительно на 60 мин.

#### 8.2.2.2 Фильтрация

Фильтруют раствор, как описано в 8.2.1.2.

### 8.3 Определение

#### 8.3.1 Определение и пределы обнаружения

Лаборатория, которая применяет данный метод, должна установить пределы обнаружения и провести определение в собственных инструментальных условиях, используя признанные методы расчета, для верификации того, что натамицин может быть определен при концентрациях вплоть до 0,5 мг/кг и 0,03 мг/дм<sup>2</sup>.

#### 8.3.2 Настройка жидкостного хроматографа (5.14)

Рекомендуется следующий хроматографический режим:

подвижная фаза: метанол (4.1) — вода — уксусная кислота (4.4) — 12:8:1 (объемных частей);

поток: 1 см<sup>3</sup>/мин;

установка детектора: 303 нм, 0,005 оптической единицы, вся шкала;

регистрирующее устройство: 10 мВ;

число теоретических (типичных) тарелок: минимум 1500.

При использовании другой колонки, отличной от приведенной в качестве примера (5.15), регулируют соотношение метанол:вода. Однако заданное относительное количество уксусной кислоты (4.4) к метанолу является существенным для сохранения максимальной оптической плотности при 303 нм. Для определения времени удерживания и проверки калибровочного графика (8.3.3) перед испытанием каждой серии проб в хроматограф должен вводиться стандарт с известным содержанием натамицина. Поскольку натамицин не устойчив в водном метаноле, выполняют измерение как можно быстрее.

#### 8.3.3 Построение калибровочного графика

Отбирают пипеткой 1, 2, 4, 6 и 8 см<sup>3</sup> стандартного рабочего раствора натамицина (4.3.2) соответственно в серию мерных колб с одной меткой вместимостью 50 см<sup>3</sup> (5.1). Доводят до метки водным метанолом (4.2) и перемешивают. Полученные таким образом калибровочные растворы содержат 0,1; 0,2; 0,4; 0,6 и 0,8 мкг/см<sup>3</sup> натамицина соответственно. Поочередно вводят в колонку по 20 мкл каждого калибровочного раствора. Определяют площадь или высоту полученных пиков. Наносят на график полученные площадь или высоту пика для каждого раствора по оси ординат относительно концентрации натамицина, в микрограммах на миллилитр, по оси абсцисс. HPL-хроматограмма образца приведена на рисунке А.3.

#### 8.3.4 Испытуемый раствор

Вводят 20 мкл испытуемого раствора (8.2.1.2 или 8.2.2.2). Измеряют площадь или высоту пика с таким же временем удерживания, что и калибровочные растворы натамицина. Выполняют измерение по возможности быстрее. Если площадь или высота пика испытуемого раствора настолько мала, что интерполяция по калибровочному графику невозможна или почти невозможна, а определение тем не менее необходимо, следуют методике, указанной в 8.3.5. Примеры HPL-хроматограмм испытуемых растворов приведены на рисунке А.4.

**П р и м е ч а н и е** — Присутствие в сыре специй, особенно перца, может мешать определению, поскольку на хроматограмме может образовываться пик с тем же временем удерживания, что и у пика, соответствующего натамицину. Разделение этих двух пиков может быть достигнуто путем градиентного элюирования или изократического использования альтернативной подвижной фазы метанол (4.1): фосфатный буфер, рН 4,5 с соотношением 11:9 объемных частей. Раствор фосфата для буферного раствора можно приготовить при растворении 3,026 г дигидроортофосфата калия в 1 дм<sup>3</sup> воды.

#### 8.3.5 Низкое содержание натамицина

##### 8.3.5.1 Концентрирование

Решают вопрос о необходимости использования приблизительно 5- или 10-кратной концентрации. Основывают это решение на результате, полученном в 8.3.4, и на требуемом пределе определения. Затем в химический стакан отбирают пипеткой 25 см<sup>3</sup> или 50 см<sup>3</sup> (для 5- или 10-кратной концентрации соответственно) испытуемого раствора (8.2.1.2). В зависимости от требуемой концентрации добавляют 50 или 100 см<sup>3</sup> воды соответственно и перемешивают. Активируют экстракционную гильзу (5.13), используя от 3 до 5 см<sup>3</sup> метанола (4.1). Затем промывают 10 см<sup>3</sup> воды. Пропускают разбавленный испытуемый

раствор через гильзу со скоростью от 3 до 5 см<sup>3</sup>/мин с помощью шприца (5.8). Таким же образом промывают гильзу 10 см<sup>3</sup> воды и элюируют натамицин 3 см<sup>3</sup> метанола (4.1).

8.3.5.2 Измерение с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии

Разбавляют элюат (8.3.5.1) до 5 см<sup>3</sup> метанолом (4.1). Продолжают измерение, как указано в 8.3.4.

## 9 Расчет и выражение результатов

### 9.1 Расчет массовой доли натамицина

Массу натамицина во введенной аликвоте испытуемого раствора можно определить путем интерполяции по калибровочному графику (8.3.3).

Содержание натамицина в виде массовой доли  $w$ , мг/кг, в испытуемой пробе рассчитывают по формуле

$$w = \frac{c_n \cdot V}{m}, \quad (1)$$

где  $c_n$  — концентрация натамицина в испытуемом растворе (8.2.1.2 или 8.2.2.2), мг/см<sup>3</sup>;

$m$  — масса пробы для анализа (8.1.1 или 8.1.2), г;

$V$  — общий объем испытуемого раствора (8.2.1.1 или 8.2.2.1), см<sup>3</sup>.

Примечание — В том случае, если испытуемый раствор приготовлен из сыра, отобранного из-под корки,  $w$  представляет собой содержание натамицина в результате миграции в сыр.

### 9.2 Расчет массы натамицина на единицу площади поверхности

Массу натамицина на единицу площади поверхности  $m_{A,n}$ , мкг/дм<sup>2</sup>, рассчитывают по формуле

$$m_{A,n} = w_r \cdot \frac{m}{A}, \quad (2)$$

где  $w_r$  — массовая доля натамицина в пробе для испытания, взятой из сырной корки (7.1), мг/кг;

$m$  — масса взвешенного куска пробы для испытания, взятой из сырной корки (7.1), кг;

$A$  — площадь взвешенного куска пробы для испытания, взятой из сырной корки (7.1), дм<sup>2</sup>.

### 9.3 Поправка, вводимая в результат

В том случае, если отфильтрованный экстракт подвергался концентрированию, как указано в 8.3.5, вносят поправку в результаты испытания для  $w$  (9.1) и  $m_{A,n}$  (9.2) следующим образом:

а) для приблизительно 5-кратной концентрации делят полученный результат на 5;

б) для приблизительно 10-кратной концентрации делят полученный результат на 10.

Если требуется параллельное определение при условии соблюдения требований к повторяемости, за конечный результат содержания натамицина в пробе для испытания принимают среднеарифметическое результатов двух определений, полученных в соответствии с разделом 10, округленное с точностью до первого десятичного знака.

### 9.4 Обработка результатов

Выражают результаты испытания с точностью до первого десятичного знака.

## 10 Прецизионность

### 10.1 Межлабораторные испытания

Значения повторяемости и воспроизводимости были получены по результатам межлабораторного испытания, проведенного в соответствии с ИСО 5725:1986 [2] (относительно результатов см. [4]).

### 10.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в одной лаборатории одним оператором на одном и том же оборудовании в пределах короткого промежутка времени, будет не более чем в 5 % случаев превышать значения, указанные в таблице В.1.

### **10.3 Воспроизводимость**

Абсолютное расхождение между результатами двух единичных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в разных лабораториях разными операторами на различном оборудовании, будет не более чем в 5 % случаев превышать значения, указанные в таблице В.1.

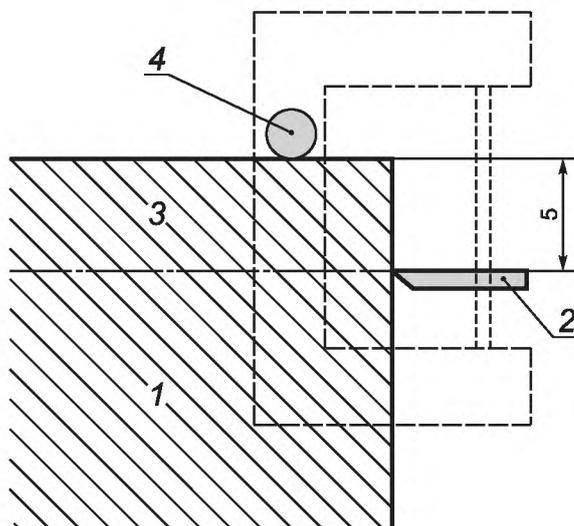
## **11 Протокол испытания**

Протокол испытания должен содержать:

- a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- b) используемый метод отбора проб, если известен;
- c) используемый метод испытания со ссылкой на настоящий стандарт;
- d) все подробности, не указанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как необязательные, вместе с подробностями всех побочных обстоятельств, которые могут повлиять на результат(ы) испытания;
- e) полученный(е) результат(ы) испытания и, в случае проверки повторяемости, конечный полученный результат.

Приложение А  
(справочное)

Примеры



1 — сыр; 2 — нож; 3 — корка; 4 — ролик

Рисунок А.1 — Пример ломтерезки для нарезания кусков сырной корки толщиной 5 мм (5.2)

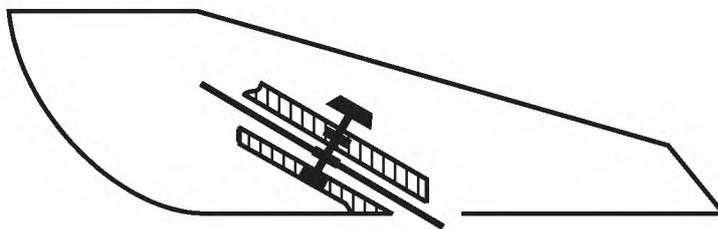
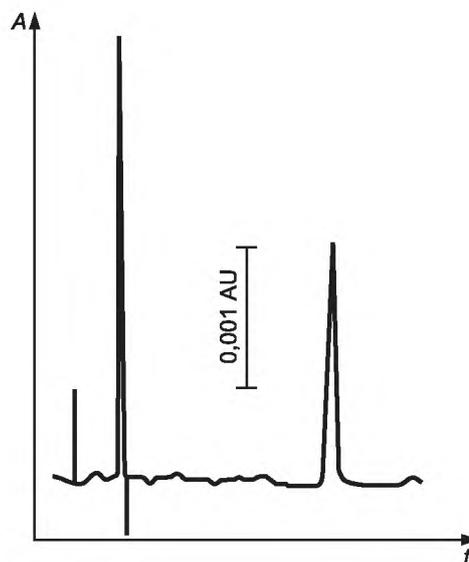
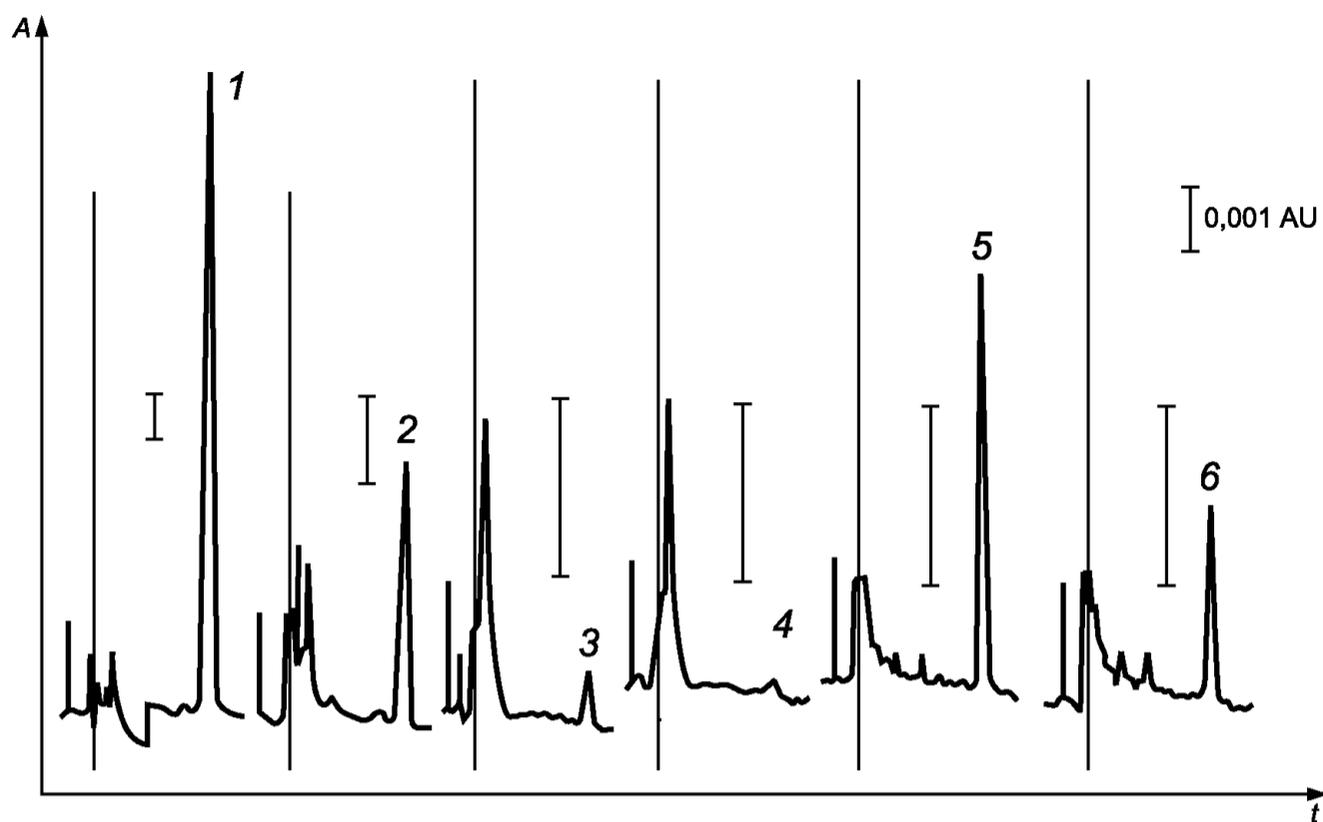


Рисунок А.2 — Пример ломтерезки для тонкой нарезки ломтиков сыра максимальной толщиной 1 мм (5.3)



A — оптическая плотность; t — время; AU — оптическая единица

Рисунок А.3 — HPL-хроматограмма образца стандартного раствора, содержащего 0,5 мкг/см<sup>3</sup> натамицина



$A$  — оптическая плотность;  $t$  — продолжительность; AU — оптическая единица; 1 — сырная корка, массовая доля натамицина 61 мг/кг; 2 — сырная корка, массовая доля натамицина 15 мг/кг; 3 — сыр, массовая доля натамицина 1,7 мг/кг; 4 — сыр, массовая доля натамицина 0,3 мг/кг; 5 — как 3, после 5-кратного концентрирования; 6 — как 4, после 10-кратного концентрирования

Рисунок А.4 — Примеры HPL-хроматограмм различных испытуемых растворов

**Приложение В**  
**(справочное)**

**Результаты межлабораторных испытаний**

Результаты были получены в соответствии с ИСО 5725 при совместном исследовании, проведенном в 1984 году в 36 лабораториях, которые использовали восемь проб. Значения в миллиграммах на квадратный дециметр были рассчитаны из значений в миллиграммах на килограмм для сырных корок толщиной 5 мм и плотностью 1,3 г/см<sup>3</sup>.

Т а б л и ц а В.1 — Параметры прецизионности

Натамицин		Коэффициент вариации повторяемости $CV(r)$ , %	Коэффициент вариации воспроизводимости $CV(R)$ , %	Относительная повторяемость, $r_{rel} = 2,83 \cdot CV(r)$ , %	Относительная воспроизводимость, $R_{rel} = 2,83 \cdot CV(R)$ , %
Масса на единицу площади поверхности, мг/дм <sup>2</sup>	Массовая доля, мг/кг				
4 <sup>a</sup>	60 <sup>a</sup>	9,3	20,6	26	60
1 <sup>a</sup>	15 <sup>a</sup>	7,1	25,6	20	70
0,08 <sup>b</sup>	1,3 <sup>b</sup>	23,4	37	65	105
0,02 <sup>b</sup>	0,3 <sup>b</sup>	29	39	80	110

<sup>a</sup> Прямое определение.  
<sup>b</sup> Определение после 10-кратного концентрирования.

**Библиография**

- [1] ISO 707/IDF 50 Milk and milk products — Guidance on sampling
- [2] ISO 5725:1986 Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests
- [3] DE RUIG W.G., VAN OOSTROM J.J., LEENHEER, K. Spectrometric and liquid chromatographic determination of natamycin in cheese and cheese rind. J. Assoc. Off. Anal. Chem., 1987, 70, pp. 944—8
- [4] DE RUIG, W.G. Determination of natamycin in cheese and cheese rind: Interlaboratory collaborative study. J. Assoc. Off. Anal. Chem., 1987, 70, pp. 949—54

УДК 633.11:006.354

ОКС 67.100.30

Н19

ОКСТУ 9209

Ключевые слова: сыры, плавленые сыры, натамицин, высокоэффективная жидкостная хроматография, сырная корка

---

Редактор *Л.В. Коретникова*  
Технический редактор *Н.С. Гришанова*  
Корректор *Е.Д. Дульнева*  
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 11.03.2013. Подписано в печать 21.03.2013. Формат 60x84<sup>1</sup>/<sub>8</sub>. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,86.  
Уч.-изд. л. 1,10. Тираж 173 экз. Зак. 302.

---

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.  
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.