

ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И
СЕРТИФИКАЦИИ (EACC)

EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND
CERTIFICATION (EASC)



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
(проект RU,
первая
редакция)

**СМЕСИ И НАПИТКИ ДЛЯ ПИТАНИЯ ДЕТЕЙ
РАННЕГО ВОЗРАСТА НА МОЛОЧНОЙ И
БЕЗМОЛОЧНОЙ ОСНОВЕ**

**Метод определения эфиров
монохлорпропандиолов и глицидиловых
эфиров жирных кислот в пересчете на
монохлорпропандиол и глицидол**

Настоящий проект стандарта не подлежит применению
до его утверждения

Москва
Стандартинформ

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 общие правила 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, применения, обновления и отмены».

Сведения о стандарте

- 1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждение науки Федеральный исследовательский центр питания, биотехнологии и безопасности пищи (ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологии»)
- 2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)
- 3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (Протокол № _____ от _____)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азгосстандарт
Армения	AM	Минторгэкономразвития
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	GE	Грузстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Институт стандартизации Молдовы
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Туркмения	TM	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Госпотребстандарт Украины

4 ВВЕДЕНИЕ В ПЕРВЫЕ

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.

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе (каталоге) «Межгосударственные стандарты», а текст этих изменений – в информационных указателях «Межгосударственные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая

Оглавление

1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	2
3	Термины и определения	3
4	Сущность метода	3
5	Требования безопасности	3
6	Требования к оператору	4
7	Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы	4
8	Отбор проб	6
9	Приготовление растворов стандартов и контрольной пробы	6
10	Приготовление растворов реактивов	10
11	Приготовление калибровочных растворов	11
12	Приготовление проб	11
13	Проведение измерений	13
14	Обработка и оформление результатов	15
15	Метрологические характеристики методики	19

информация будет опубликована
«Межгосударственные стандарты».

ГОСТ (проект RU, первая редакция)
в информационном указателе

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств.

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СМЕСИ И НАПИТКИ ДЛЯ ПИТАНИЯ ДЕТЕЙ РАННЕГО ВОЗРАСТА НА
МОЛОЧНОЙ И БЕЗМОЛОЧНОЙ ОСНОВЕ**

**Метод определения эфировmonoхлорпропандиолов и
глицидиловых эфиров жирных кислот в пересчете на
монохлорпропандиол и глицидол**

Milk and milk-free infant formula, follow-up formula and drinks for young children.
Determination method of bounded monochlorpropanediols fatty acid esters and glycidyl fatty acid esters as free monochloropropanediol and glycidol.

Дата введения –

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на адаптированные молочные смеси, смеси на основе частично гидролизованных белков, напитки для детей старше года, смеси и напитки диетического профилактического и диетического лечебного питания и устанавливает метод определения (измерения) содержания эфиров 2-, 3-монохлорпропандиолов в пересчете на 2-, 3-монохлорпропандиол (2-, 3-МХПД) и глицидиловых эфиров жирных кислот в пересчете на глицидол методом газовой хроматографии/тандемной масс-спектрометрии с предварительной экстракцией жира и длительной щелочной переэтерификацией.

Стандарт распространяется только на смеси и напитки, содержащие в составе растительные жиры.

Диапазон измерений содержания 2-МХПД, 3-МХПД и глицидола составляет:

- 15-150 мкг каждого на кг смеси для детей раннего возраста, последующей смеси или специализированной молочной смеси для детского питания (сухие)
- 2-18 мкг каждого на кг смеси для детей раннего возраста, последующей смеси или специализированной молочной смеси для детского питания (жидкие)

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Пожарная безопасность. Общие требования (с Изменением N1)

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание (с Изменением N 1)

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Системы вентиляционные. Общие требования (с Изменением N 1)

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности (с Изменениями N 1, 2)

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты (с Поправкой)

ГОСТ 1770 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия (с Изменениями N 1-10)

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры (с Изменениями N 1-4)

ГОСТ 24104 Весы лабораторные. Общие технические требования¹

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия (с Изменениями N 1, 2)²

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия (с Изменениями N 1,

2)

ГОСТ 6995 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия (с Изменениями N 1, 2)

ГОСТ 20015 Хлороформ. Технические условия (с Изменениями N 1, 2)

ГОСТ 22300 Реактивы. Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия (с Изменениями N 1, 2, 3)

ГОСТ 6552 Кислота ортофосфорная. Технические условия (с Изменениями N 1, 2)

ГОСТ 9293 (ИСО 2435-73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия (с Изменениями N 1, 2, 3, с Поправками N 1, 2)

ГОСТ 26809.14 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 1. Молоко, молочные, молочные составные и молокосодержащие продукты (с Поправкой)

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

1 В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228-2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания (с Изменением N 1)

2 В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия (с Изменением N 1)

в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Каталог межгосударственных стандартов», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Каталог межгосударственных стандартов» за текущий год. Если ссылочный документ 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 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт³.

4 Сущность метода

Методика основана на определении связанных форм 2,3-монохлорпропандиолов в виде фенилборных дериватов 2,3-МХПД и глицидола в виде бром-производного фенилборного деривата 3-монобромпропандиола (3-МБПД) в экстрагированном из молочной смеси жире методом газовой хроматографии/тандемной масс-спектрометрии с длительной щелочной переэтерификацией (ГХ-МС/МС).

Примечание 1 – В процессе длительной щелочной переэтерификации происходит высвобождение МХПД и глицидола из их этерифицированных с жирными кислотами форм. При этом использование низких температур предотвращает нежелательное образование глицидола из свободных МХПД. Добавление подкисленного раствора бромида натрия останавливает реакцию высвобождения и способствует образованию стабильной формы МБПД (3-МБПД >> 2-МБПД) из свободного нестабильного глицидола.

Примечание 2. На всех этапах щелочной переэтерификации следует избегать нагревания проб. Рекомендуется проверять кислотность водной фазы после добавления к пробе раствора бромида натрия.

5 Требования безопасности

При выполнении работ необходимо соблюдать следующие требования: помещение лаборатории должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с ГОСТ 12.4.021. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать гигиенических нормативов⁴.

При подготовке и проведении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реагентами по ГОСТ 12.1.007.

Помещения, в которых проводятся измерения, должны быть снабжены приточно-вытяжной вентиляцией. Работу необходимо проводить, соблюдая правила личной гигиены и противопожарной безопасности в соответствии с требованиями

³ В Российской Федерации действует ГОСТ Р 57573–2017 Продукция пищевая специализированная. Продукция пищевая для детского питания. Термины и определения.

⁴ СанПиН 1.2.3685-21 Гигиенические нормативы и требования к обеспечению безопасности и (или) безвредности для человека факторов среды обитания

ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

При работе с электроприборами необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ 12.1.019.

6 Требования к оператору

Работу по указанной методике могут выполнять специалисты, обладающие необходимыми специальными навыками и познаниями в области хроматомасс-спектрометрии и аналитической химии.

7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы.

7.1 Средства измерений

Газовый хроматограф, оснащенный тройным квадрупольным масс-селективным детектором;

Хроматографическая колонка с фазой (5%-фенил)-метилполисилоксан, 30м*0,25мм*0,25 мкм, с малым уносом подвижной фазы (для ГХ-МС);

Весы неавтоматического действия по ГОСТ 24104 или ГОСТ Р 53228 специального класса точности с пределом допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,001$ г. и $\pm 0,0001$ г.;

Дозаторы вместимостью 0,2; 1, 5 и 10 см³ (с переменным объемом);

Колбы мерные наливные 2-25-2, 2-50-2 и 2-100-2 по ГОСТ 1770;

Цилиндры мерные 1-100-2 и 1-25-2 по ГОСТ 1770;

7.2 Вспомогательное оборудование

Устройство для упаривания серии проб (центрифужный концентратор, прибор для упаривания в токе азота или аналогичные устройства);

Лабораторный встряхиватель;

Орбитальный шейкер;

Ультразвуковая ванна;

Центрифуга для микропробирок;

Центрифуга для пробирок;

Ротационный испаритель;

Сушильный шкаф;

7.3 Реактивы и материалы

Пробирки центрифужные с завинчивающейся крышкой объемом 10 или 15 см³;

Пробирки центрифужные с завинчивающейся крышкой объемом 50 или 100 или 200 см³;

Колбы грушевидные для упаривания объемом до 250 см³, ГОСТ 25336

Микроцентрифужные пробирки с защелкивающейся крышкой объемом 2 см³;

Виалы стеклянные объемом 2 см³,

Вставки в виалы объемом до 200 мм³;

Универсальная индикаторная бумага;

3-монохлорпропан-1,2-диол (3-МХПД) (CAS No. 96-24-2, содержание основного вещества не менее 98 %)

3-монохлорпропан-1,2-диол-1,1,2,3,3-d5 (3-МХПД-d5) (CAS No. 342611-01-2, содержание основного вещества не менее 97 %, изотопная чистота не менее 97,7 %);

1,2-дипальмитоил-3- монохлорпропандиол (1,2-дипальмитат-3-МХПД) (CAS No. 51930-97-3, содержание основного вещества не менее 98 %);

1,3- дипальмитоил-2- монохлорпропандиол (1,3- дипальмитат-2-МХПД) (CAS No. 169471-41-4, содержание основного вещества не менее 98 %);

1,2-дипальмитоил-3-монохлорпропандиол-1,1,2,3,3-d5 (1,2-дипальмитат-3-МХПД-d5) (CAS No. 1185057-55-9, содержание основного вещества не менее 98 %, изотопная чистота не менее 98 %);

1,3-дипальмитоил-2- монохлорпропандиол-1,1,2,3,3-d5 (1,3-дипальмитат-2-МХПД -d5) (CAS No. 1426395-62-1, содержание основного вещества не менее 98 %, изотопная чистота не менее 97,4 %);

Глицидол (CAS No. 556-52-5, содержание основного вещества не менее 95%)

Глицидол пальмитат (CAS No. 7501-44-2, содержание основного вещества не менее 98 %)

3-монобромпропан-1,2-диол-1,1,2,3,3-d5 (3-МБПД-d5) (CAS No. 1246820-48-3, содержание основного вещества не менее 97 %, изотопная чистота не менее 98,4 %);

Неочищенное растительное масло холодного отжима, не подвергавшееся термической обработке (кроме пальмовых).

Примечание – примерами подходящих растительных масел могут быть оливковое масло класса extra virgin, неочищенные рапсовое, горчичное масло и другие, которые не подвергались нагреву и в которых не обнаруживаются эфиры 3-МХПД, эфиры 2-МХПД или эфиры глицидола.

Кислота фенилборная (ФБК) (CAS № 98-80-6, содержание основного вещества не менее 95 %);

Хлороформ, х.ч., ГОСТ 20015

Метанол, х.ч., ГОСТ 6995

Метанол для ВЭЖХ с содержанием основного вещества не менее 99,8%⁵;

Толуол, ч.д.а. с содержанием основного вещества не менее 99,5%⁵;

Изооктан эталонный, ГОСТ 12433;

Натрия гидроксид, х.ч., ГОСТ 4328;

Эфир диэтиловый, ч.д.а., с содержанием воды не более 0,3%⁵;

Этилацетат, х.ч., ГОСТ 22300;

Натрий бромистый, ч. с содержанием основного вещества не менее 98%⁵;

Натрий гидроокись, ч.д.а., ГОСТ 4328

Гексан, х.ч., с содержанием основного вещества не менее 99%⁵;

Кислота ортофосфорная, х.ч., ГОСТ 6552;

Вода для лабораторного анализа по ГОСТ 6709 или по ГОСТ Р 52501, первой степени чистоты;

Гелий со степенью чистоты не менее 99,9999%⁵;

Примечание – Допускается использование других средств измерений с метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования с техническими характеристиками, не уступающих вышеуказанным, а также реагентов и материалов по качеству не ниже вышеуказанных.

8 Отбор проб

Отбор проб проводят по ГОСТ 26809-1.

Пробы жидких молочных смесей перемешивают путем перевертывания посуды с пробами не менее трех раз или переливания продукта в другую посуду и обратно не менее двух раз.

Допускается использование автоматических перемешивающих устройств при условии наличия обоснованных режимов, сохраняющих структуру и свойства продукта.

Пробы сухих молочных продуктов растирают в ступке, тщательно перемешивая.

9 Приготовление растворов стандартов и контрольной пробы⁶.

⁵ Требуемое качество реагентов устанавливается по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

⁶ Для приготовления растворов, указанных в п.9 настоящего ГОСТа, допускается использование стандартов с аналогичными или лучшими характеристиками. При этом приготовление каждого раствора

9.1 Приготовление раствора внутреннего стандарта 3-МХПД-d5

В виалу с 10 мг 3-МХПД-d5 (масса, указанная поставщиком) вносят около 1 см³ метанола, виалу закрывают крышкой, перемешивают на лабораторном встряхивателе до растворения аналита и переносят в колбу на 50 см³. Затем виалу промывают метанолом 3-4 раза, который также переносят в колбу на 50 см³, добавляют около 25 см³ метанола, перемешивают, доводят до метки и снова перемешивают. 2,5 см³ полученного раствора переносят в мерную колбу на 50 см³, доводят до метки метанолом, перемешивают. Ориентировочная концентрация 3-МХПД-d5 в растворе должна составлять около 10 мкг/см³. Точную концентрацию внутреннего стандарта 3-МХПД-d5 рассчитывают исходя из заявленной производителем чистоты стандарта. Приготовленный раствор хранят в морозильной камере при температуре от -22 °С до -25 °С в течение 6-ти месяцев.

9.2 Приготовление раствора внутреннего стандарта 3-МБПД-d5

В виалу с 1 мг 3-МБПД-d5 (масса, указанная поставщиком) вносят около 1 см³ метанола, виалу закрывают крышкой, перемешивают на лабораторном встряхивателе до растворения аналита и переносят в колбу на 50 см³. Затем виалу промывают метанолом 3-4 раза, который также переносят в колбу на 50 см³, добавляют около 25 см³ метанола, перемешивают, доводят до метки и снова перемешивают. 25 см³ полученного раствора переносят в мерную колбу на 50 см³, доводят до метки метанолом, перемешивают. Ориентировочная концентрация полученного 3-МБПД-d5 в растворе должна составлять около 10 мкг/см³. Точную концентрацию внутреннего стандарта 3-МБПД-d5 рассчитывают исходя из заявленной производителем чистоты стандарта. Приготовленный раствор хранят в морозильной камере при температуре от -22 °С до -25 °С в течение 6-ти месяцев.

9.3 Приготовление совместного раствора внутреннего стандарта 1,2-дипальмитоил-3-МХПД-d5 и 1,3-дипальмитоил-2-МХПД-d5

В каждую виалу с 2,5 мг 1,2-дипальмитоил-3-МХПД-d5 и 2,5 мг 1,3-дипальмитоил-2-МХПД-d5 (масса, указанная поставщиком) вносят около 1 см³ толуола, виалы закрывают крышкой, перемешивают на лабораторном встряхивателе до растворения анализаторов и переносят в колбу на 25 см³. Затем виалы промывают толуолом 3-4 раза, который также переносят в ту же колбу на 25 см³, перемешивают, доводят до метки и снова перемешивают. Затем 6,40 см³ полученного раствора 1,2-дипальмитат-3-МХПД-d5 и 1,3-дипальмитат-2-МХПД-d5

следует скорректировать в соответствии с требуемой конечной концентрацией аналита.

переносят в мерную колбу на 25 см³, доводят до метки толуолом, перемешивают. Ориентировочные концентрации 1,2-дипальмитоил-3-МХПД-d5 и 1,3-дипальмитоил-2-МХПД-d5 в полученном растворе должны составлять около 25,6 мкг/см³ каждого. Точные концентрации 1,2-дипальмитоил-3-МХПД-d5 и 1,3-дипальмитоил-2-МХПД-d5 рассчитывают исходя из заявленной производителем чистоты стандартов. Приготовленный раствор хранят в морозильной камере при температуре от -22 °С до -25 °С в течение 6-ти месяцев.

9.4 Приготовление совместного раствора 3-МХПД и глицидола для градуировки

Навески около 10 мг 3-МХПД и глицидола (погрешность взвешивания ± 0,5 мг) количественно переносят в мерную колбу на 100 см³, добавляют около 25 см³ метанола, перемешивают до растворения, доводят до метки метанолом (основной стандартный раствор с концентрациями около 100 мкг/см³). Точные концентрации 3-МХПД и глицидола рассчитывают исходя из масс навесок и заявленной производителем чистоты стандартов.

9.5 Приготовление совместного раствора 1,2-дипальмитоил-3-МХПД и 1,3-дипальмитоил-2-МХПД для градуировки

В мерную колбу на 100 см³ отвешивают около 10 мг 1,3-дипальмитоил-2-МХПД, добавляют около 25 см³ толуола, перемешивают, доводят до метки и снова перемешивают. Допустимо отбирать навеску на кусочек фольги и количественно переносить ее в колбу с помощью метанола.

В виалу с 10 мг 1,2-дипальмитоил-3-МХПД (масса, указанная поставщиком) вносят около 1 см³ толуола, виалу закрывают крышкой, перемешивают на лабораторном встряхивателе до растворения аналита и переносят в ту же колбу на 100 см³ с 1,3-дипальмитоил-2-МХПД. Затем виалу промывают толуолом 3-4 раза, который также переносят в указанную колбу, добавляют около 25 см³ толуола, перемешивают, доводят до метки и снова перемешивают. Полученная концентрация 1,3-дипальмитоил-2-МХПД и 1,2-дипальмитоил-3-МХПД должна составить около 100 мкг/см³.

В мерную колбу на 25 см³ отбирают по 6,65 см³ приготовленного раствора, доводят до метки толуолом (основной стандартный раствор 1,2-дипальмитоил-3-МХПД и 1,3-дипальмитоил-2-МХПД с концентрациями около 26,6 мкг/см³ каждого, что эквивалентно 5 мкг/см³ свободных 3-МХПД и 2-МХПД соответственно). Точные концентрации 1,2-дипальмитоил-3-МХПД и 1,3-дипальмитоил-2-МХПД

рассчитывают исходя из массы навески и заявленной производителем чистоты стандартов.

9.6 Приготовление совместного раствора 1,2-дипальмитоил-3-МХПД, 1,3-дипальмитоил-2-МХПД для контрольной пробы.

Используют совместный раствор 1,2-дипальмитоил-3-МХПД и 1,3-дипальмитоил-2-МХПД с концентрацией около 100 мкг/см³, приготовленный п.9.5. Точные концентрации 1,2-дипальмитоил-3-МХПД и 1,3-дипальмитоил-2-МХПД рассчитывают исходя из массы навески и заявленной производителем чистоты стандартов.

9.7 Приготовление раствора глицидил пальмитата для контрольной пробы.

В виалу с 10 мг глицидил пальмитата (масса, указанная поставщиком) вносят около 1 см³ толуола, виалу закрывают крышкой, перемешивают на лабораторном встряхивателе до растворения аналита и переносят в мерную колбу на 100 см³. Затем виалу промывают толуолом 3-4 раза, который также переносят в указанную колбу, добавляют около 25 см³ толуола, перемешивают, доводят до метки и снова перемешивают. Полученная концентрация глицидил пальмитата должна составить около 100 мкг/см³. Точную концентрацию рассчитывают исходя из масс навесок и заявленной производителем чистоты стандартов.

9.8 Приготовление контрольной пробы масла с известной концентрацией 3-МХПД, 2-МХПД и глицидола.

Контрольную пробу рекомендуется готовить непосредственно в день подготовки проб и анализировать в каждой последовательности неизвестных, а также градуировочных образцов.

В пробирку на 7 см³ на аналитических весах вносят 160 мм³ совместного раствора 1,2-дипальмитоил-3-МХПД, 1,3-дипальмитоил-2-МХПД по п.9.6 и 130 мм³ раствора глицидил пальмитата по п. 9.7

В пробирку добавляют неочищенное растительное масло холодного отжима так, чтобы итоговая масса составила около 3 г. Полученную массу записывают.

Контрольную пробу плотно закрывают крышкой и тщательно (не менее 15 сек) перемешивают на лабораторном встряхивателе до полного растворения толуола в масле.

Подготовку контрольной пробы для анализа осуществляют одновременно с неизвестными и/или калибровочными образцами согласно п. 12.2

Ориентировочные эквивалентные концентрации 3-МХПД, 2-МХПД и глицидола в полученном масляном растворе должны составлять около 1 мг/кг каждого. Точные эквивалентные концентрации 3-МХПД, 2-МХПД и глицидола рассчитывают исходя из заявленной производителем чистоты стандартов и итоговой массы содержимого пробирки с контрольной пробой.

10 Приготовление растворов реагентов

10.1 Приготовление раствора гидроксида натрия

Навеску 250 мг (погрешность взвешивания $\pm 0,5$ мг) гидроксида натрия количественно помещают в мерную колбу на 100 см³, добавляют около 50 см³ метанола, перемешивают, доводят до метки и снова перемешивают (возможно неполное растворение реагента). Раствор хранят при температуре от -22 °С до -25 °С в течение 2-х месяцев. При подготовке проб используют раствор комнатной температуры.

10.2 Приготовление раствора бромида натрия 55%

Навеску 55 г бромида натрия (погрешность взвешивания $\pm 0,5$ г) количественно помещают в мерную колбу на 100 см³, добавляют около 85 см³ воды дейонизированной, перемешивают до полного растворения, доводят водой дейонизированной до метки, перемешивают. К приготовленному раствору добавляют 0,33 см³ концентрированной ортофосфорной кислоты, при этом pH приготовленного раствора должен быть в диапазоне 1-3.

Перед подготовкой проб проверяют нейтрализующую способность раствора бромида натрия. Для этого к 600 мм³ этого добавляют 500 мм³ раствора гидроксида натрия и с помощью индикаторной бумаги измеряют pH смеси, который должен быть нейтральным.

10.3 Приготовление смеси диэтилового эфира и этилацетата 40:60 (об.)

Дозируют 40 см³ диэтилового эфира в мерный цилиндр на 100 см³, доводят объем до 100 см³ этилацетатом. Смесь готовят непосредственно перед использованием.

10.4 Приготовление насыщенного раствора фенилборной кислоты

Навеску 1 г фенилборной кислоты количественно помещают в мерную колбу на 50 см³, добавляют 0,1 см³ воды дейонизированной и доводят до метки диэтиловым эфиром. Для дериватизации используют только чистую надосадочную жидкость. Раствор хранят при температуре от -22 °С до -25 °С в течение 2-х месяцев.

11 Приготовление калибровочных растворов

11.1 Калибровочные растворы совместного разведения 3-МХПД и глицидола

Из раствора, приготовленного по п.9.4 путем последовательных разведений готовят рабочие стандартные растворы 3-МХПД и глицидола с ориентировочными концентрациями 0,05 мкг/см³, 0,2 мкг/см³, 0,50 мкг/см³, 2,00 мкг/см³ и 5,00 мкг/см³, которые допустимо хранить в морозильной камере в течение 6-ти месяцев. Точные концентрации 3-МХПД и глицидола рассчитывают исходя из заявленной производителем чистоты стандартов.

11.2 Калибровочные растворы совместного разведения 1,2-дипальмитоил-3-МХПД и 1,3-дипальмитоил-2-МХПД

Из раствора, приготовленного по п.9.5 путем последовательных разведений готовят рабочие стандартные растворы 1,2-дипальмитоил-3-МХПД и 1,3-дипальмитоил-2-МХПД с ориентировочными концентрациями, эквивалентными концентрациям свободных 3-МХПД и 2-МХПД 0,05 мкг/см³, 0,2 мкг/см³, 0,50 мкг/см³, 2,00 мкг/см³ и 5,00 мкг/см³, которые допустимо хранить в морозильной камере в течение 6-ти месяцев. Точные концентрации 1,2-дипальмитоил-3-МХПД и 1,3-дипальмитоил-2-МХПД рассчитывают исходя из заявленной производителем чистоты стандартов.

11.3 Приготовление калибровочных растворов

В центрифужные пробирки градуировочных проб А на 15 см³ дозируют по 600 мм³ рабочих стандартных совместных растворов 3-МХПД и глицидола, приготовленных по п.11.1 и добавляют по 50 мм³ растворов 3-МХПД-d5 по п.9.1 и 3-МБПД-d5 по п.9.2.

В центрифужные пробирки градуировочных проб Б на 15 см³ дозируют по 600 мм³ рабочих стандартных совместных растворов 1,2-дипальмитоил-3-МХПД и 1,3-дипальмитоил-2-МХПД, приготовленных по п.11.2 и добавляют по 100 мм³ совместного раствора 1,2-дипальмитоил-3-МХПД-d5 и 1,3-дипальмитоил-2-МХПД-d5 по п.9.3.

Далее подготовка градуировочных проб А и Б осуществляется аналогично п.12.2 начиная с 5 абзаца.

12 Приготовление проб

12.1 Экстракция жира

ГОСТ (проект RU, первая редакция)

Образец отбирают согласно п.8 в центрифужную пробирку подходящего объема. Навеску образца выбирают таким образом, чтобы после упаривания и досушивания растворителя получилось около 1 грамма жира.

К образцу приливают смесь хлороформ:метанол в соотношении 2:1 по объему соответственно массе навески. Соотношение массы навески и требуемого объема растворителя должно составлять 1:10.

Образцы слегка встряхивают и мешают на орбитальном шейкере на 1,5 ч.

Затем к образцу приливают дистиллированную воду (количество воды должно составлять треть объема смеси растворителей с учетом содержания воды в образце).

Образцы центрифугируют 5 минут при 1791 г.

Нижний (хлороформный) слой отбирают в предварительно взвешенные круглодонные колбы. К оставшимся образцам приливают соответствующее 1 экстракции количество хлороформа, мешают и центрифугируют 5 минут при 1791 г.

Объединенные хлороформные экстракти упаривают на роторном испарителе до исчезновения запаха растворителя.

Колбы с полученным жиром помещают в сушильный шкаф при температуре ≤ 80 °С на 10-15 мин. Высушивание проводят до постоянной массы колбы, которую проверяют после остывания колбы.

Примечание – определение содержания эфиров 2-,3-МХПД и глицидиловых эфиров нельзя проводить в жире, полученном методами с применением кислотного гидролиза, кипячения или иными методами «жесткой» экстракции.

12.2 Подготовка проб экстрагированного жира

Взвешивают 100 мг \pm 20 мг жира в 2 центрифужные пробирки на 10 или 15 см³ (пробы А и Б).

Примечание – для повышения гомогенности и удобства отбора проб твердые жиры допустимо расплавлять. Для этого испытуемый жир помещают в сушильный шкаф или водяную баню при ≤ 80 °С до расплавления. Пробы перемешивают стеклянной палочкой и отбирают необходимое количество в пробирки для анализа.

К пробе А добавляют по 50 мм³ растворов внутренних стандартов 3-МХПД-d5 и 3-МБПД-d5, приготовленных по п.9.1 и п. 9.2 соответственно.

К пробе Б добавляют 100 мм³ совместного раствора 1,2-дипальмитоил-3-МХПД-d5 и 1,3-дипальмитоил-2-МХПД-d5 по п.9.3.

Далее подготовка проб А и Б осуществляется следующим образом:

К пробам добавляют 1 см³ диэтилового эфира и перемешивают до полного растворения образца. Раствор помещают в морозильную камеру с температурой -

25 °C на 30 мин (для предотвращения образования глицидола из МХПД в щелочной среде).

Примечание – перед добавлением эфира навеску масла или жира можно погреть для ускорения растворения (при ≤80 °C). Пробирку с маслом (жиром), внутренними стандартами и добавленным эфиром греть не рекомендуется ввиду быстрого испарения растворителей.

Не дожидаясь размораживания проб добавляют 500 мм³ метанольного гидроксида натрия комнатной температуры по п.10.1, перемешивают и помещают в морозильную камеру с температурой -25 °C на 16 часов.

Не дожидаясь размораживания проб добавляют 600 мм³ подкисленного бромида натрия по п.10.2 для прекращения реакции и перемешивают.

Верхний слой упаривают без нагревания.

Добавляют 600 мм³ гексана и перемешивают. Дают отстояться до расслоения (можно центрифугировать) и удаляют верхний слой. Повторяют этот этап еще один раз.

Добавляют 900 мм³ смеси диэтилового эфира: этилацетата по п.10.3, перемешивают и дают отстояться до расслоения. Верхний слой отбирают в другую центрифужную пробирку на 10 или 15 см³. Экстракцию повторяют еще раз.

К полученным экстрактам добавляют 300 мм³ раствора ФБК по п.10.4, мешают и дают отстояться около 15 мин для дериватизации.

Раствор упаривают до полного высыхания и добавляют 1 см³ изооктана. Допускается использовать большие объемы растворителя.

Пробы озвучивают до разбиения белесого осадка, переносят в микроцентрифужные пробирки на 2 см³ и центрифугируют при не менее 15700 g в течение 5 минут.

Около 800 мм³ чистой надосадочной жидкости переносят в виалу для газохроматографического анализа.

Примечание – допустимо использовать вставки в виалы объемом до 200 мм³ для уменьшения используемого объема аликвоты.

Примечание – пробы рекомендуется анализировать сразу или в день приготовления; при хранении более суток возможно выпадение кристаллического осадка фенилборной кислоты, который перед анализом следует отделить от исследуемого раствора с помощью центрифугирования.

13 Проведение измерений

13.1 Условия проведения измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия: температуре воздуха (20±5) °C, относительная влажность не более 80% (условия измерений

должны соответствовать требованиям, изложенным в паспортах или иных документах на используемое оборудование и материалы).

13.2 Хроматографические условия измерений

Хромато-масс-спектрометр включают и настраивают в соответствии с техническим руководством по его эксплуатации и устанавливают хроматографические параметры, представленные в таблице 2.

Таблица 2. Основные параметры работы хромато-масс-спектрометра

Температурная программа	Начальная температура 60 °C, 5 °C/мин до 190 °C, 20 °C/мин до 280 °C, задержка 5 мин, по окончании 300 °C 5 мин
Режим работы инжектора	Без деления потока
Температура инжектора	250°C
Вводимый объем пробы	1 мм ³
Тип лайнера	одинарный конический, для режима без деления потока, со стекловатой
Газ-носитель	Гелий
Скорость потока газа-носителя	1,2 см ³ /мин
Режим потока	Постоянный поток
Температура интерфейса	280°C
Температура источника	230°C
Температура квадруполя	150°C

Рекомендуется следующий порядок ввода пробы:

1. Не менее 5 раз промыть шприц гексаном или изооктаном;
2. 2 раза промыть шприц вводимой пробой;
3. Удалить пузырьки воздуха;
4. Ввести 1 мм³ пробы в хроматограф и начать анализ;
5. Не менее 5 раз промыть шприц гексаном или изооктаном.

Работу проводят в режиме мониторинга выбранных реакций, при этом устанавливают параметры для переходов, представленные в таблице 3. Первый ион-фрагмент соответствующего аналита используется для количественного расчета, второй является подтверждающим.

Таблица 3. Примеры параметров режима мониторинга выбранных реакций⁷

Аналит	Ион-предшественник, m/z	Ион-фрагмент, m/z	Энергия соударения, eВ	Временной сегмент

⁷ В зависимости от характеристик используемого оборудования указанные значения m/z ионов-фрагментов и энергии соударения могут отличаться от приведенных. Данные таблицы могут использоваться для тройного квадрупольного масс-детектора Agilent 7000C.

3-МХПД	196	147	10	1 (15,0-18,4 мин.)
	198	147	5	
3-МХПД-d5	201	150	10	2 (18,4-19,5 мин.)
	203	150	5	
2-МХПД	196	104	25	2 (18,4-19,5 мин.)
	198	104	15	
2-МХПД-d5	201	107	10	3 (19,5-23,0 мин.)
	203	107	10	
3-МБПД	240	147	5	3 (19,5-23,0 мин.)
	242	147	10	
3-МБПД-d5	245	150	5	3 (19,5-23,0 мин.)
	247	150	10	

13.3 Построение градуировочной кривой

При построении градуировочной зависимости для количественного определения 3-МХПД, 2-МХПД и глицидола анализируют рабочие стандартные градуировочные растворы различных уровней концентраций в указанных условиях, приготовленные по п.11. Затем строят графики зависимости отношения площади хроматографического пика аналита к площади пика внутреннего стандарта от отношения массы аналита к массе внутреннего стандарта во вводимой пробе для каждого фрагментного иона, используемого для количественного определения. Построение графиков может проводиться при помощи программы обработки данных ГХ-МС/МС или при помощи программы для работы с электронными таблицами.

Рассчитанная в ходе градуировки концентрация по фрагментарному иону, используемому для количественного определения, должна совпадать с теоретической в пределах 20%.

Градуировочная зависимость считается приемлемой, если рассчитанное значение квадрата коэффициента корреляции для градуировочной кривой каждого фрагментного иона, используемого для количественного определения, составляет не менее 0,98.

14 Обработка и оформление результатов

14.1 Расчет содержания эфиров 3-МХПД, выраженного в виде свободного 3-МХПД

$$C_{3-\text{МХПД(б)}} = \frac{G_1 \times 0,6}{m_6}; \quad (1)$$

$$k_{\text{извлеч. 3-МХПД}} = \frac{C_{3-\text{МХПД(б, контрольная проба)}}}{C_{3-\text{МХПД(теоретическая концентрация)}}}; \quad (2)$$

$$C_{3-\text{МХПД(жир)}} = \frac{C_{3-\text{МХПД(б)}}}{k_{\text{извлеч. 3-МХПД}}}; \quad (3)$$

$$C_{3-\text{МХПД(смесь)}} = \frac{C_{3-\text{МХПД(жир)}} * \omega_{\text{жира}}}{100\%}; \quad (4)$$

где

$C_{3-\text{МХПД(б)}}$ – содержание эфиров 3-МХПД в пробе Б, выраженное в виде свободного 3-МХПД, мг/кг;

G_1 – масса эфиров 3-МХПД во вводимой в хромато-масс-спектрометр пробе Б, рассчитанная по градуировке (выражена в виде свободного 3-МХПД, мкг);

m_6 – масса навески жира пробы Б, г.

$k_{\text{извлеч. 3-МХПД}}$ – коэффициент извлечения 3-МХПД в контрольной пробе, %

$C_{3-\text{МХПД(б, контрольная проба)}}$ – содержание эфиров 3-МХПД в контрольной пробе, рассчитанное по (1) и выраженное в виде свободных 3-МХПД, мг/кг;

$C_{3-\text{МХПД(теоретическая концентрация)}}$ – теоретическая концентрация эфиров 3-МХПД в контрольной пробе, рассчитанная по итоговой массе контрольной пробы и концентрации 1,2-дипальмитоил-3-МХПД во внесенном совместном растворе, приготовленном по п.9.6. Выражена в виде свободного 3-МХПД, мг/кг.

$C_{3-\text{МХПД(жир)}}$ – скорректированное содержание эфиров 3-МХПД в пробе Б, выраженное в виде свободного 3-МХПД, мг/кг;

$C_{3-\text{МХПД(смесь)}}$ – окончательное содержание эфиров 3-МХПД в молочной смеси, выраженное в виде свободного 3-МХПД, мг/кг;

$\omega_{\text{жира}}$ – % содержания жира в продукте⁸.

14.2 Расчет содержания эфиров 2-МХПД, выраженного в виде свободного 2-МХПД

$$C_{2-\text{МХПД(б)}} = \frac{G_2 \times 0,6}{m_6}; \quad (5)$$

$$k_{\text{извлеч. 2-МХПД}} = \frac{C_{2-\text{МХПД(б, контрольная проба)}}}{C_{2-\text{МХПД(теоретическая концентрация)}}}; \quad (6)$$

$$C_{2-\text{МХПД(жир)}} = \frac{C_{2-\text{МХПД(б)}}}{k_{\text{извлеч. 2-МХПД}}}; \quad (7)$$

⁸ Для расчетов в каждом отдельном продукте предпочтительно использовать содержание жира, которое было предварительно измерено с использованием соответствующей аттестованной стандартной методики. В случае невозможности провести измерение содержания жира допустимо использовать этикеточное содержание жира. При этом протокол исследований должен содержать информацию о том, измеренное или этикеточное значение было использовано в расчетах.

$$C_{2-\text{МХПД}(\text{смесь})} = \frac{C_{2-\text{МХПД}(\text{жир})} * \omega_{\text{жира}}}{100\%}; \quad (8)$$

где

$C_{2-\text{МХПД}(\text{б})}$ – содержание эфиров 2-МХПД в пробе Б (выраженное в виде свободного 2-МХПД, мг/кг);

G_2 - масса эфиров 2-МХПД во вводимой в хромато-масс-спектрометр пробе Б, рассчитанная по градуировке, выражена в виде свободного 2-МХПД, мкг;

m_b – масса навески образца пробы Б, г.

$k_{\text{извлеч. 2-МХПД}}$ – коэффициент извлечения 2-МХПД в контрольной пробе, %

$C_{2-\text{МХПД}(\text{б, контрольная проба})}$ – содержание эфиров 2-МХПД в контрольной пробе, рассчитанное по (5) и выраженное в виде свободных 2-МХПД, мг/кг;

$C_{2-\text{МХПД}(\text{теоретическая концентрация})}$ – теоретическая концентрация эфиров 2-МХПД в контрольной пробе, рассчитанная по итоговой массе контрольной пробы и концентрации 1,3-дипальмитоил-2-МХПД во внесенном совместном растворе, приготовленном по п. 9.6. Выражена в виде свободного 2-МХПД, мг/кг.

$C_{2-\text{МХПД}(\text{жир})}$ – скорректированное содержание эфиров 2-МХПД в пробе Б, выраженное в виде свободного 2-МХПД, мг/кг;

$C_{2-\text{МХПД}(\text{смесь})}$ – окончательное содержание эфиров 2-МХПД в молочной смеси, выраженное в виде свободного 2-МХПД, мг/кг;

$\omega_{\text{жира}}$ – % содержания жира в продукте.

14.3 Расчет содержания эфиров глицидола, выраженного в виде свободного глицидола

$$C_{3-\text{МХПД}(\text{а})} = \frac{G_3 \times 0,6}{m_a}; \quad (9)$$

$$C_{\text{глицидол}(\text{а})} = \frac{G_4 \times 0,6}{m_a}; \quad (10)$$

$$C_{\text{глицидол}(\text{б})} = \frac{C_{3-\text{МХПД}(\text{б})}}{C_{3-\text{МХПД}(\text{а})}} \times C_{\text{глицидол}(\text{а})}; \quad (11)$$

$$k_{\text{извлеч. глицидол}} = \frac{C_{\text{глицидол}(\text{б, контрольная проба})}}{C_{\text{глицидол(теоретическая концентрация)}}}; \quad (15)$$

$$C_{\text{глицидол}(\text{жир})} = \frac{C_{\text{глицидол}(\text{б})}}{k_{\text{извлеч. глицидол}}}; \quad (16)$$

$$C_{\text{глицидол}(\text{смесь})} = \frac{C_{\text{глицидол}(\text{жир})} * \omega_{\text{жира}}}{100\%}; \quad (17)$$

где

$C_{3-\text{МХПД}(\text{а})}$ – содержание эфиров 3-МХПД в пробе А, выраженное в виде свободного 3-МХПД, мг/кг;

m_a – масса навески образца пробы А, г.

G_3 – масса эфиров 3-МХПД во вводимой в хромато-масс-спектрометр пробе А, рассчитанная по градуировке, выражена в виде свободного 3-МХПД, мкг;

$C_{\text{глицидол (а)}}$ – содержание эфиров глицидола в пробе А, выраженное в виде свободного глицидола, мг/кг;

G_4 – масса эфиров глицидола во вводимой в хромато-масс-спектрометр пробе А, рассчитанная по градуировке (выражена в виде свободного глицидола, мкг);

$C_{\text{глицидол (б)}}$ – содержание эфиров глицидола в пробе Б, выраженное в виде свободного глицидола, мг/кг;

$k_{\text{извлеч. глицидол}}$ – коэффициент извлечения глицидола в контрольной пробе, %

$C_{\text{глицидол (б, контрольная проба)}}$ – содержание эфиров глицидола в контрольной пробе (выраженное в виде свободного глицидола, мг/кг);

$C_{\text{глицидол (теоретическая концентрация)}}$ – теоретическая концентрация эфиров глицидола в контрольной пробе, рассчитанная по итоговой массе контрольной пробы и концентрации внесенного раствора глицидол пальмитата, приготовленного по п. 7.7. Величина выражена в виде свободного глицидола, г/кг.

$C_{\text{глицидол (жир)}}$ – скорректированное содержание эфиров глицидола в пробе Б, выраженное в виде свободного глицидола, мг/кг;

$C_{\text{глицидол (смесь)}}$ – окончательное содержание эфиров глицидола в молочной смеси, выраженное в виде свободного глицидола, мг/кг;

14.4 Поправка на возможное новообразование глицидола из 3-МХПД

В случае если площадь стандарта 3-МБПД-d5 в пробе Б составляет более 5% от площади стандарта 3-МХПД-d5 в пробе Б, проводят корректировку итогового содержания глицидола. В остальных случаях корректировку содержания глицидола с учетом его возможного новообразования из 3-МХПД считают не значимой и не вносят в итоговый результат.

$$A_{\text{Нов 3-МБПД-d5(а)}} = \frac{A_{3-\text{МБПД-d5(б)}}}{A_{3-\text{МБПД(б)}}} \times A_{3-\text{МБПД(а)}} \quad (12)$$

$$C_{\text{Нов 3-МБПД-d5 (а)}} = \frac{A_{\text{Нов 3-МБПД-d5(а)}}}{A_{3-\text{МБПД-d5(а)}} - A_{\text{Нов 3-МБПД-d5(а)}}} \times C_{3-\text{МБПД-d5(а)}} \quad (13)$$

$$C_{\text{глицидол (а, скорр)}} = C_{\text{глицидол (а)}} - \frac{C_{\text{Нов 3-МБПД-d5 (а)}} * C_{\text{глицидол(а)}}}{C_{\text{Нов 3-МБПД-d5 (а)}} + C_{3-\text{МХПД-d5(а)}}} \quad (14)$$

где

$A_{\text{Нов 3-МБПД-d5 (а)}}$ – расчетная площадь 3-МБПД-d5, образовавшегося из 3-МХПД-d5 в пробе А.

$A_{3\text{-MBPD-d5(b)}}$ – площадь пика фенилборного производного 3-MБПД-d5 в пробе Б;

$A_{3\text{-MBPD(a)}}$ – площадь пика фенилборного производного 3-MБПД в пробе А;

$A_{3\text{-MBPD(b)}}$ – площадь пика фенилборного производного 3-MБПД в пробе Б;

$C_{\text{Нов 3-MБПД-d5 (a)}}$ – расчетная концентрация 3-MБПД-d5, образовавшегося из 3-MХПД-d5 в пробе А.

$C_{3\text{-MBPD-d5(a)}}$ – концентрация стандарта 3-MБПД-d5 в пробе А;

$A_{3\text{-MBPD-d5(a)}}$ – площадь пика фенилборного производного стандарта 3-MБПД-d5 в пробе А;

$C_{\text{глицидол (a, скорр)}}$ – содержание эфиров глицидола в пробе А после коррекции с учетом возможного образования из МХПД (выраженное в виде свободного глицидола, мг/кг);

$C_{3\text{-MXPD-d5(a)}}$ – концентрация стандарта 3-MХПД-d5 в пробе А;

Полученное значение « $C_{\text{глицидол (a, скорр)}}$ » подставляют в формулу (11) вместо « $C_{\text{глицидол (a)}}$ » и далее считают по приведенной схеме.

14.5 Выражение результатов

Результат анализа содержания представляет собой суммы эфиров 2-МХПД и 3-МХПД в пересчете на 2-МХПД и 3-МХПД соответственно, рассчитанных по формулам 4 и 8, а также сумму глицидиловых эфиров пересчете на глицидол, рассчитанную по формуле 17.

Результат анализа представляют в виде:

$$C \pm 0,01 \times \delta \times C, \text{ при } P = 0,95;$$

где С – итоговый результат, рассчитанный с точностью до второго десятичного знака, мг/кг молочной смеси;

δ – значение относительной погрешности измерений, %.

15 Метрологические характеристики методики

Метрологические характеристики методики в настоящее время уточняются и будут внесены на этапе формирования доработанной первой редакции стандарта.

15.1 Повторяемость

Каждую пробу анализируют дважды, начиная со взятия навески испытуемой пробы. Расхождение между результатами двух параллельных измерений (X_1, X_2), считают удовлетворительным, если:

$$|X_1 - X_2| \leq 0,01 \cdot r \cdot X_{\text{ср}}, \text{ где}$$

$X_{ср.}$ – величина среднего арифметического,

r – предел повторяемости (расхождение между двумя параллельными определениями, выполненными в условиях повторяемости).

Для вероятности 0,95 %:

$$r=2,83 \cdot Rr \cdot X_{ср.} / 100, \text{ где}$$

Rr-относительное стандартное отклонение предела повторяемости, %;

X- средняя концентрация элемента в продукте, мг/кг (мг/дм³). Значение r приведено в таблице мг/кг (мг/дм³).

При превышении предела повторяемости (сходимости) испытание повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

15.2 Воспроизводимость

Воспроизводимость R в мг/кг (мг/дм³) представляет собой максимально допустимое расхождение результатов между двумя определениями, полученными в разных лабораториях.

Для вероятности 0,95%:

$$R=2,83 \cdot RR \cdot X_{ср.} / 100, \text{ где}$$

RR- относительное стандартное отклонение воспроизводимости (%);

X- средняя концентрация элемента в продукте, мг/кг (мг/дм³).

Значение R приведено в таблице мг/кг (мг/дм³).

Расхождение между результатами двух определений (X_1, X_2), выполненными в разных лабораториях, считают удовлетворительным, если:

$$|X_1 - X_2| \leq 0,01 \cdot R \cdot X, \text{ где}$$

X – величина среднего арифметического,

R – предел воспроизводимости (расхождение между двумя определениями, выполненными в условиях воспроизводимости).

При превышении предела воспроизводимости испытание повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

Таблица 4. Метрологические параметры. Значения характеристики погрешности, нормативов оперативного контроля точности, повторяемости, воспроизводимости определения эфировmonoхлорпропандиолов и глицидиловых эфиров в смесях для детей раннего возраста, последующих смесях или специализированных молочных смесях для детского питания.

ГОСТ (проект RU, первая редакция)

Аналит	Диапазон определяемого содержания, мг/кг		Показатель точности (границы относительной погрешности δ , $P=0,95$), $\pm \%$	Предел повторяющейся, $P=0,95$ отклонение предела повторяемости R_r , %	Относительное стандартное отклонение предела воспроизводимости, $P=0,95$, R , мг/кг ($\text{мг}/\text{дм}^3$)	Относительное стандартное отклонение предела воспроизводимости, RR , %
	Нижний	Верхний				
3-МХПД (сухие смеси)	15	150				
3-МХПД (жидкие смеси)	2	18				
2-МХПД (сухие смеси)	15	150				
2-МХПД (жидкие смеси)	2	18				
Глицидол (сухие смеси)	15	150				
Глицидол (жидкие смеси)	2	18				

УДК 613.221: 543.421

МКС 67.050 ОКСТУ 9109

ОКС 67.100

Ключевые слова: адаптированные молочные смеси, смеси на основе частично гидролизованных белков, напитки для детей старше года, смеси и напитки диетического профилактического и диетического лечебного питания, эфирыmonoхлорпропандиолов жирных кислот, глицидиловые эфиры жирных кислот, глицидол, длительная щелочная переэтерификация, газовая хроматография, tandemная масс-спектрометрия

Сведения о разработчике

Разработчик межгосударственного стандарта – Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Федеральный исследовательский центр питания, биотехнологии и безопасности пищи (ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологии»)

Юридический адрес: 109240, г. Москва, Устьинский проезд, д.2/14.
Тел./факс: +7 (495) 698-52-74, +7 (495) 698-53-92;
E-mail: mailbox@ion.ru, bessonov@ion.ru, dragon.soul1992@ya.ru.

Руководитель организации – разработчика:

Директор

член-корреспондент РАН, доктор медицинских наук, профессор



Д.Б. Никитюк

(подпись)

Руководитель разработки:

Заведующий лабораторией химии пищевых продуктов ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологии», д.б.н.

В.В. Бессонов

(подпись)

Исполнители:

Старший научный сотрудник лаборатории химии пищевых продуктов ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологии», к.ф.н.

А.Д. Малинкин

(подпись)

Научный сотрудник лаборатории химии пищевых продуктов ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологии»

М.А. Макаренко

(подпись)

Научный сотрудник лаборатории химии пищевых продуктов ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологии», к.ф.н.

М.А. Палеева

(подпись)

Научный сотрудник лаборатории химии пищевых продуктов ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологии», к.ф.н.

М.Н. Богачук

(подпись)

Научный сотрудник лаборатории химии пищевых продуктов ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологии», к.ф.н.

Д.О. Боков

(подпись)

Научный сотрудник лаборатории химии пищевых продуктов ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологии», к.б.н.

В.А. Зотов

(подпись)

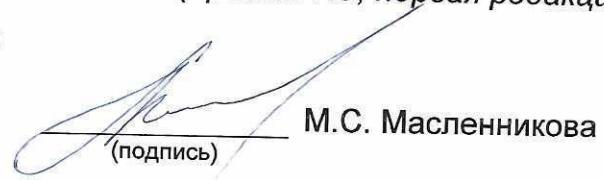
Младший научный сотрудник лаборатории химии пищевых продуктов ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологии»

А.В. Селифанов

(подпись)

ГОСТ (проект RU, первая редакция)

Младший научный сотрудник лаборатории
химии пищевых продуктов ФГБУН «ФИЦ
питания и биотехнологии»


M.S. Масленникова
(подпись)