МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 12856-2015

ПРОДУКЦИЯ ПИЩЕВАЯ

Определение ацесульфама калия, аспартама и сахарина методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

(EN 12856:1999, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0-2015 Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)

2 ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 февраля 2015 г. № 75-П)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 20 мая 2016 г. № 364-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 12856–2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 12856:1999 «Продукция пищевая. Определение ацесульфама калия, аспартама и сахарина методом высокоэффективной жидкостной хроматографии» («Foodstuffs.

Determination of acesulfame-K, aspartame and saccharin. High performance liquid chromatographic method», IDT).

Европейский стандарт разработан техническим комитетом CEN/TC 275 «Анализ пищевых продуктов. Горизонтальные методы», Европейского комитета по стандартизации (CEN).

Официальный экземпляр европейского стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и европейского стандарта, на которые дана ссылка, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Сведения о соответствии ссылочных европейских стандартов ссылочным межгосударственным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном 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

© Стандартинформ, 2016

В Российской Федерации 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
2 Нормативные ссылки
3 Сущность метода
4 Реактивы
5 Вспомогательное оборудование, посуда и материалы
6 Методика проведения испытания
6.1 Приготовление раствора пробы для анализа
6.2 Идентификация
6.3 Количественное определение
7 Обработка результатов
7.1 Метод внешних стандартов
7.2 Градуировочный график
7.3 Выражение результатов
8 Прецизионность
8.1 Общие положения
8.2 Повторяемость
8.3 Воспроизводимость
9 Протокол испытаний
Приложение А (обязательное) Примеры условий хроматографического анализа, обеспечивающих приемлемое качество хроматографического разделения
Приложение В (справочное) Типичные хроматограммы
Приложение С (справочное) Данные по прецизионности
Библиография
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных европейских стандартов ссылочным межгосударственным стандартам

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПРОДУКЦИЯ ПИЩЕВАЯ

Определение ацесульфама калия, аспартама и сахарина методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Foodstuffs.
Determination of acesulfame-K, aspartame and saccharin
High performance liquid chromatographic method

Дата введения — 2017–07–01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения ацесульфама калия, аспартама и сахарина в пищевой продукции с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) ([1], [2] и [3]).

Допускается применение настоящего метода при определении в пищевой продукции кофеина, сорбиновой и бензойной кислот, а также других добавок, приведенных в настоящем стандарте.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходим следующий ссылочный стандарт. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все его изменения).

EN ISO 3696:1995 Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний)

3 Сущность метода

Метод основан на экстрагировании искусственных подсластителей из пробы водой или разбавлении пробы водой, очистке экстракта методом твердофазной экстракции или с помощью реактивов Карреза и последующем количественном определении подсластителей с помощью ВЭЖХ с применением хроматографической колонки с обращенно-фазовым сорбентом и спектрофотометрического детектирования при длине волны 220 нм.

Издание официальное

4 Реактивы

Для проведения анализа, если не указано иное, используют только реактивы признанной аналитической чистоты и воду не ниже первой степени чистоты по EN ISO 3696. При приготовлении растворов учитывают массовую долю основного вещества в реактиве.

4.1 Ацетонитрил для ВЭЖХ.

4.2 Метанол для ВЭЖХ.

4.3 Калий фосфорнокислый однозамещенный (KH_2PO_4).

4.4 Калий фосфорнокислый двухзамещенный (K_2HPO_4).

4.5 Кислота фосфорная, $\rho_{20}(H_3PO_4)$ = 1,71 г/см³, $w(H_3PO_4)$ = 85 %[1)].

4.6 Кислота фосфорная, раствор массовой долей $w(H_3PO_4)$ = 5 %.

Аккуратно переносят пипеткой 6 см³ фосфорной кислоты (4.5) в мерную колбу вместимостью 100 см³, в которую предварительно помещено 80 см³ воды. Объем содержимого в колбе доводят до метки водой.

4.7 Раствор Карреза № 1

Растворяют 15 г гексацианоферрата калия (II) ($K_4[Fe(CN)_6]\cdot 3H_2O$) в некотором количестве воды и разбавляют до объема 100 см³.

4.8 Раствор Карреза № 2

Растворяют 30 г сульфата цинка ($ZnSO_4\cdot 7H_2O$) в некотором количестве воды и разбавляют до объема 100 см³.

4.9 Фосфатный буферный раствор I, $c(KH_2PO_4)$ = 0,02 моль/дм³, pH ≈ 4,3.

Растворяют 2,72 г однозамещенного фосфорнокислого калия (4.3) в 800 см³ воды в мензурке вместимостью 1000 см³. Значение pH раствора доводят до 4,3 добавлением раствора фосфорной кислоты (4.6). Переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, объем содержимого в колбе доводят до метки водой.

4.10 Фосфатный буферный раствор II, $c(KH_2PO_4)$ = 0,0125 моль/ дм³, pH ≈ 3,5.

Растворяют 1,70 г однозамещенного фосфорнокислого калия (4.3) в 800 см³ воды в мензурке вместимостью 1000 см³. Значение pH раствора доводят до 3,5 до-

[1)] *w* — массовая доля.

бавлением раствора фосфорной кислоты (4.6). Переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, объем содержимого в колбе доводят до метки водой.

4.11 Подвижная фаза (смешанный раствор ацетонитрила и фосфатного буферного раствора)

Смешивают точно отмеренные объемы выбранного фосфатного буферного раствора и ацетонитрила в соотношении, приведенном в приложении А (А.5). Полученный раствор фильтруют через мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм и дегазируют любым приемлемым способом, например, в течение 5 мин на ультразвуковой бане. Подвижную фазу готовят в день использования.

4.12 Контрольный раствор (на усмотрение пользователей настоящего стандарта)

Контрольный раствор содержит ацесульфам калия, натриевую соль сахарина, аспартам, 5-бензил-3,6-диоксо-2-пиперазинуксусную кислоту (дикетопиперазин), аспартилфенилаланин, фенилаланин, кофеин, сорбиновую и бензойную кислоты, теобромин, гидроксиметилфурфурол и ванилин.

В мерную колбу вместимостью 100 см³ переносят взвешенные с точностью до 0,1 мг 30 мг ацесульфама калия, 20 мг натриевой соли сахарина, 220 мг аспартама, 60 мг кофеина, 100 мг сорбиновой кислоты, 100 мг бензойной кислоты, 100 мг ванилина, 10 мг дикетопиперазина, 10 мг фенилаланина, 10 мг аспартилфенилаланина, 20 мг гидроксиметилфурфурола и 70 мг теобромина. Растворяют, объем содержимого в колбе доводят до метки водой.

Пипеткой переносят 20 см³ полученного раствора в мерную колбу вместимостью 100 см³, объем содержимого в колбе доводят до метки водой.

4.13 Основной стандартный раствор

Взвешивают с точностью до 0,1 мг 100 мг ацесульфама калия, 100 мг натриевой соли сахарина, 100 мг аспартама и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Растворяют, объем содержимого в колбе доводят до метки водой. Массовая концентрация каждого подсластителя в полученном растворе составляет 1 г/дм³.

4.14 Градуировочные растворы (указанный диапазон массовых концентраций носит рекомендательный характер)

4.14.1 Градуировочный раствор I

Пипеткой переносят 10 см³ основного стандартного раствора (4.13) в мерную колбу вместимостью 100 см³, объем содержимого в колбе доводят до метки водой. Массовая концентрация каждого подсластителя в полученном растворе составляет 100 мг/дм³.

4.14.2 Градуировочный раствор II

Пипеткой переносят 5 см³ основного стандартного раствора (4.13) в мерную колбу вместимостью 100 см³, объем содержимого в колбе доводят до метки водой. Массовая концентрация каждого подсластителя в полученном растворе составляет 50 мг/дм³.

4.14.3 Градуировочный раствор III

Пипеткой переносят 1 см³ основного стандартного раствора (4.13) в мерную колбу вместимостью 100 см³, объем содержимого в колбе доводят до метки водой. Массовая концентрация каждого подсластителя в полученном растворе составляет 10 мг/дм³.

5 Вспомогательное оборудование, посуда и материалы

Используют стандартное лабораторное оборудование, в том числе перечисленное ниже.

5.1 Высокоскоростной блендер или гомогенизатор.

5.2 Колбы мерные вместимостью 1000, 500 и 100 см³.

5.3 Мензурка вместимостью 1000 см³.

5.4 Пипетки вместимостью 100, 25, 20, 10, 5 и 1 см³.

5.5 Пипеточный дозатор вместимостью 1000 мм³

5.6 Градуированный цилиндр вместимостью 1000 см³.

5.7 Складчатая фильтровальная бумага, обеспечивающая среднюю скорость фильтрации.

5.8 Ультразвуковая баня.

5.9 Центрифуга с центрифужными пробирками, подходящей вместимости, обеспечивающая центробежное ускорение в основании центрифужных пробирок не менее 1400*g*.

5.10 Устройство для дегазации растворителей (на усмотрение пользователей настоящего стандарта).

5.11 Мембранные фильтры с размером пор не более 0,45 мкм.

5.12 Держатель мембранных фильтров с подходящим шприцем.

5.13 Колонка для твердофазной экстракции, с картриджем RP C 18 (на усмотрение пользователей настоящего стандарта), содержащая 500 мг сорбента.

5.14 Высокоэффективный жидкостный хроматограф, укомплектованный ультрафиолетовым (УФ) детектором (пригодным для работы при длине волны 220 нм, предпочтителен диодно-матричный детектор), самописцем и/или интегратором, позволяющим измерять высоту и площадь пиков.

5.15 Хроматографическая колонка для ВЭЖХ, заполненная обращенно-фазовым сорбентом, с неподвижной фазой RP C 18 с размером частиц 3 – 10 мкм, длиной 100 – 300 мм, внутренним диаметром 3 – 4 мм, с защитной колонкой, заполненной сорбентом RP C 18 (на усмотрение пользователей настоящего стандарта, но обычно рекомендуется при анализе проб твердой консистенции).

Критерием пригодности разделительных колонок для данного вида анализа является разделение пиков аналита и соседних пиков на уровне базовой линии.

Примеры подходящих колонок и подходящие условия хроматографического анализа представлены в приложении А.

Если при использовании диодно-матричного детектора или при измерении на второй длине волны обнаруживают наложение пиков, то следует подобрать другие условия хроматографического анализа.

6 Методика проведения испытания

6.1 Приготовление раствора пробы для анализа

6.1.1 Прозрачная жидкая продукция (например, лимонады, кола, напитки)

Разбавляют 20 $см^3$ пробы в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ водой. Перед хроматографическим анализом фильтруют полученный раствор через мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм.

6.1.2 Мутная жидкая продукция (например, соки, ароматизированные молочные напитки)

В мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ разбавляют 20 $см^3$ гомогенизированной лабораторной пробы 50 $см^3$ воды, добавляют 2 $см^3$ раствора

Карреза № 1 (4.7), перемешивают и добавляют 2 см³ раствора Карреза № 2 (4.8). Колбу энергично встряхивают и выдерживают раствор при комнатной температуре в течение 10 мин. Объем содержимого в колбе доводят до метки водой. Полученный раствор фильтруют сначала через складчатую фильтровальную бумагу, отбрасывая первые 10 см³ фильтрата. Перед хроматографическим анализом фильтрат пропускают через мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм.

Если масса нерастворимого обезжиренного вещества в пробе для анализа (в данном случае, объемом 20 см³) превышает 3 г, следует ввести поправку на объем осадка. Для этого смесь пробы с растворами для осветления рекомендуется центрифугировать в течение 10 мин при центробежном ускорении не менее 1400*g*. Затем центрифугат количественно фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см³. Осадок дважды промывают водой и снова центрифугируют, собирая каждый раз центрифугаты в мерную колбу вместимостью 100 см³, после чего объем содержимого в колбе доводят до метки водой. Данную процедуру допускается также использовать, если количество нерастворимого вещества в пробе для анализа составляет менее 3 г.

6.1.3 Джемы, варенье, мармелады и аналогичная им продукция (исключая фруктовые кефиры)

Пробу для анализа массой около 20 г, взвешенную с точностью до 1 мг, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Добавляют около 60 см³ воды и помещают колбу в ультразвуковую баню при температуре 40 °С на 20 мин. Температура бани не должна превышать 40 °С, чтобы не допустить возможное разложение аспартама.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, после чего в колбу добавляют. 2 см³ раствора Карреза № 1 (4.7), содержимое колбы перемешивают, после чего в колбу добавляют 2 см³ раствора Карреза № 2 (4.8). Колбу энергично встряхивают, после чего раствор выдерживают при комнатной температуре в течение 10 мин. Объем содержимого в колбе доводят до метки водой. Полученный раствор фильтруют через складчатую фи фильтрат пропускают через мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм.

Если масса нерастворимого обезжиренного вещества в пробе для анализа превышает 3 г, следует ввести поправку на объем осадка. Для этого смесь пробы с

растворами для осветления рекомендуется центрифугировать в течение 10 мин при центробежном ускорении не менее 1400*g*. Затем центрифугат количественно фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см³. Осадок дважды промывают водой и снова центрифугируют, собирая каждый раз центрифугаты в мерную колбу вместимостью 100 см³, после чего объем содержимого в колбе доводят до метки водой. Данную процедуру допускается также использовать, если количество нерастворимого вещества в пробе для анализа составляет менее 3 г.

6.1.4 Продукция твердой и полутвердой консистенции (например, десерты из творожного сыра, йогурты, деликатесные салаты, кроме заварного крема)

Пробу для анализа массой от 10 г до 20 г, взвешенную с точностью до 1 мг, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Добавляют около 50 см³ воды и помещают колбу в ультразвуковую баню при температуре 40 °С на 20 мин. Температура бани не должна превышать 40 °С, во избежание разложения аспартама.

Полученный раствор охлаждают до комнатной температуры. Добавляют 2 см³ раствора Карреза № 1 (4.7), перемешивают, после чего добавляют 2 см³ раствора Карреза № 2 (4.8). Колбу с раствором пробы энергично встряхивают и выдерживают при комнатной температуре в течение 10 мин. Объем содержимого в колбе доводят до метки водой, после чего раствор фильтруют через складчатую фильтровальную бумагу, отбрасывая первые 10 см³ фильтрата.

В случае проб сложного состава рекомендуется проводить дополнительную очистку с использованием колонки для твердофазной экстракции (5.13) с целью защиты разделительной колонки, поскольку очистка растворами Карреза не позволяет отделить красители, ароматизаторы и жир. В данном случае 2 см³ очищенного фильтрата пропускают через колонку для твердофазной экстракции, предварительно активированную путем последовательного пропускания через нее 3 см³ метанола (4.2) и 20 см³ воды. Далее для элюирования анализируемых компонентов через колонку пропускают около 20 см³ подвижной фазы (4.11). Перед хроматографическим анализом элюат фильтруют через мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм.

Если масса нерастворимого обезжиренного вещества в пробе для анализа превышает 3 г, следует ввести поправку на объем осадка. Для этого смесь пробы с растворами для осветления рекомендуется центрифугировать в течение 10 мин при центробежном ускорении не менее 1400*g*. Затем центрифугат количественно фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см³. Осадок дважды промывают водой и снова центрифугируют, собирая каждый раз центрифугаты в мерную колбу вместимостью 100 см³, после чего объем содержимого в колбе доводят до метки водой. Данную процедуру допускается также использовать, если количество нерастворимого вещества в пробе для анализа составляет менее 3 г.

6.1.5 Заварной крем

Пробу для анализа массой около 10 г, взвешенную с точностью до 1 мг, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³. В колбу добавляют около 400 см³ воды и далее действуют по описанной выше процедуре, то есть для очистки раствора пробы в колбу добавляют 6 см³ раствора Карреза № 1 (4.7), содержимое колбы перемешивают, после чего добавляют 6 см³ раствора Карреза № 2 (4.8).

Если масса нерастворимого обезжиренного вещества в пробе для анализа превышает 3 г, следует ввести поправку на объем осадка. Для этого смесь пробы с растворами для осветления рекомендуется центрифугировать в течение 10 мин при центробежном ускорении не менее 1400*g*. Затем центрифугат количественно фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см³. Осадок дважды промывают водой и снова центрифугируют, собирая каждый раз центрифугаты в мерную колбу вместимостью 100 см³, после чего объем содержимого в колбе доводят до метки водой. Данную процедуру допускается также использовать, если количество нерастворимого вещества в пробе для анализа составляет менее 3 г.

6.2 Идентификация

Интенсивные (искусственные) подсластители в растворе пробы идентифицируют путем сравнения времени удерживания пика аналита на хроматограмме раствора пробы со временем удерживания пика аналита на хроматограмме градуировочного раствора или на хроматограмме, полученной путем одновременной инжекции градуировочного раствора и идентификацию можно также проводить путем сравнения хроматограмм раствора пробы с добавлением и без добавления стандартного раствора аналита методом сопоставления спектров поглощения

пиков аналита на этих хроматограммах в характерном для данного вещества диапазоне длин волн.

Проводят хроматографический анализ раствора пробы для анализа и градуировочных растворов при равных объемах инжекции. Интервал между последовательными. Для исключения возможности ошибочного принятия пиков веществ, элюирующихся с предыдущих инжекций, за пики компонентов последующих проб, следует соблюдать достаточно большие интервалы между последовательными инжекциями растворов проб для анализа.

Для предотвращения появления на хроматограмме пиков, затрудняющих идентификацию пика аналита, рекомендуется промывать аналитическую колонку. Для промывания рекомендуется подвижная фаза следующего состава: 50 объемных частей подвижной фазы (4.11) и 50 объемных частей ацетонитрила.

В приложении А в качестве рекомендаций приведены варианты условий хроматографического анализа, обеспечивающих качество хроматографического разделения, необходимое для надежной идентификации анализируемых компонентов.

Примеры хроматограмм приведены для ознакомления в приложении В.

6.3 Количественное определение

При количественном определении по методу внешнего стандарта измеряют площадь или высоту пиков анализируемых веществ на хроматограмме раствора пробы и соотносят их с концентрацией анализируемых веществ в градуировочном растворе с наиболее близкими значениями площади или высоты пиков этих веществ, или используют градуировочный график.

Для построения градуировочного графика проводят хроматографический анализ достаточного числа градуировочных растворов с подходящими концентрациями анализируемых веществ. По результатам этих анализов строят график зависимости высоты или площади пика аналита от его массовой концентрации в градуировочных растворах, выраженной в миллиграммах на кубический дециметр. Проверяют линейность градуировочного графика.

В качестве альтернативы градуировку можно выполнить с использованием регрессионного анализа. Проверяют соответствие линии регрессии требованию линейности.

Условия хроматографического анализа, подходящие для количественного определения, описаны в приложении А.

7 Обработка результатов

7.1 Метод внешних стандартов

Рассчитывают массовую долю w, мг/кг, или массовую концентрацию ρ, мг/дм³, определяемого интенсивного (искусственного) подсластителя по формуле

$$w(\text{или}\,\rho) = \frac{A_1 \cdot V_1 \cdot m_1 \cdot F}{A_2 \cdot V_2 \cdot m_0} \cdot 1000, \qquad (1)$$

где A_1 – площадь пика определяемого интенсивного (искусственного) подсластителя, полученная при анализе раствора пробы;

V_1 – объем раствора пробы, см³ (при соблюдении условий, оговоренных в настоящей методике он равен 100 или 500 см³);

m_1 – масса определяемого интенсивного (искусственного) подсластителя в градуировочном растворе (V_2), мг;

F – кратность разбавления для использованного метода очистки (при колоночной очистке $F = 10$; при очистке растворами Карреза $F = 1$).

A_2 – площадь пика интенсивного (искусственного) подсластителя, полученная при анализе градуировочного раствора;

V_2 – объем стандартного раствора, см³ (при соблюдении условий, оговоренных в настоящей методике он равен 100 см³);

m_0 – масса (объем) пробы для анализа, г (см³).

7.2 Градуировочный график

Рассчитывают массовую долю w, мг/кг, или массовую концентрацию ρ, мг/дм^3, определяемого интенсивного (искусственного) подсластителя по формуле

$$w(\text{или}\,\rho) = \frac{C \cdot F \cdot V_1}{m_0}, \qquad (2)$$

где C – массовая концентрация определяемого интенсивного (искусственного) подсластителя в растворе пробы для анализа, определенная по градуировочному графику, мг/дм^3

F, V_1, m_0 – см. пояснения к формуле (1)

7.3 Выражение результатов

Результат определения содержания сахарина (в виде натриевой соли или в виде свободного имида), ацесульфама калия и аспартама представляют целым числом без десятичных знаков.

Примечание — Коэффициент пересчета натриевой соли сахарина в сахарин в виде свободного имида равен 0,7593.

8 Прецизионность

8.1 Общие положения

Подробная информация о межлабораторных испытаниях по определению прецизионности настоящей методики приведена в приложении С. Значения характеристик прецизионности, полученные в результате межлабораторных испытаний, могут быть не применимы к содержаниям аналита и типам матриц, отличным от указанных в приложении С.

8.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных испытаний, полученными одним методом на идентичном объекте испытаний в одной лаборатории одним оператором с использованием одного оборудования в течение короткого промежутка времени, должно превышать предел повторяемости r не более чем в 5 % случаев.

Значения предела повторяемости для ацесульфама калия:

марципан	$\bar{x}$ = 256,6 мг/кг	r = 52,0 мг/кг
фруктовый йогурт	$\bar{x}$ = 230,8 мг/кг	r = 21,8 мг/кг
напиток на основе апельсинового сока	$\bar{x}$ = 172 мг/дм^3	r = 5,8 мг/дм^3
джем	$\bar{x}$ = 60 мг/кг	r = 8 мг/кг
напиток на основе апельсинового сока	$\bar{x}$ = 370 мг/дм^3	r = 30 мг/дм^3
кола	$\bar{x}$ = 351 мг/дм^3	r = 20 мг/дм^3
крем	$\bar{x}$ = 316 мг/кг	r = 15 мг/кг
йогурт	$\bar{x}$ = 264 мг/кг	r = 35 мг/кг
апельсиновый сок	$\bar{x}$ = 24,3 мг/кг	r = 6 мг/кг

Значения предела повторяемости для аспартама:

марципан	$\bar{x}$ = 845,2 мг/кг	r = 41,2 мг/кг
фруктовый йогурт	$\bar{x}$ = 468 мг/кг	r = 29,9 мг/кг
напиток на основе апельсинового сока	$\bar{x}$ = 308 мг/дм^3	r = 14,2 мг/дм^3
кола	$\bar{x}$ = 270,7 мг/дм^3	r = 10,7 мг/дм^3
кола	$\bar{x}$ = 185 мг/дм^3	r = 11 мг/дм^3
напиток с ароматом апельсина	$\bar{x}$ = 301 мг/дм^3	r = 25 мг/дм^3
джем	$\bar{x}$ = 26 мг/кг	r = 13 мг/кг
сухая смесь для открытого пирога	$\bar{x}$ = 3100 мг/кг	r = 600 мг/кг

Значения предела повторяемости для натриевой соли сахарина:

марципан	$\bar{x}$ = 228 мг/кг	r = 28,2 мг/кг
фруктовый йогурт	$\bar{x}$ = 116 мг/кг	r = 7,7 мг/кг
напиток на основе апельсинового сока	$\bar{x}$ = 50,8 мг/дм^3	r = 3,4 мг/дм^3
кола	$\bar{x}$ = 75 мг/дм^3	r = 4 мг/дм^3
джем	$\bar{x}$ = 60 мг/кг	r = 5 мг/кг
напиток на основе апельсинового сока	$\bar{x}$ = 82 мг/дм^3	r = 6 мг/дм^3
кола	$\bar{x}$ = 64,9 мг/дм^3	r = 5 мг/дм^3
крем	$\bar{x}$ = 68,4 мг/кг	r = 15 мг/кг
йогурт	$\bar{x}$ = 71,4 мг/кг	r = 25 мг/кг
апельсиновый сок	$\bar{x}$ = 16,1 мг/кг	r = 6 мг/кг

8.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух единичных испытаний, полученными на идентичном объекте испытаний двумя лабораториями, не должно превышать предел воспроизводимости R более чем в 5 % случаев.

Значения предела воспроизводимости для ацесульфама калия:

марципан	$\bar{x}$ = 256,6 мг/кг	R = 79,6 мг/кг
фруктовый йогурт	$\bar{x}$ = 230,8 мг/кг	R = 64,7 мг/кг
напиток на основе апельсинового сока	$\bar{x}$ = 172 мг/дм^3	R = 14,3 мг/дм^3
джем	$\bar{x}$ = 60 мг/кг	R = 30 мг/кг
напиток на основе апельсинового сока	$\bar{x}$ = 370 мг/дм^3	R = 66 мг/дм^3
кола	$\bar{x}$ = 351 мг/дм^3	R = 55 мг/дм^3
крем	$\bar{x}$ = 316 мг/кг	R = 138 мг/кг
йогурт	$\bar{x}$ = 264 мг/кг	R = 133 мг/кг
апельсиновый сок	$\bar{x}$ = 24,3 мг/кг	R = 34 мг/кг

Значения предела воспроизводимости для аспартама:

марципан	$\bar{x}$ = 845,2 мг/кг	R = 165,7 мг/кг
фруктовый йогурт	$\bar{x}$ = 468 мг/кг	R = 108,6 мг/кг
напиток на основе апельсинового сока	$\bar{x}$ = 308 мг/дм^3	R = 104,2 мг/дм^3
кола	$\bar{x}$ = 270,7 мг/дм^3	R = 41,5 мг/дм^3
кола	$\bar{x}$ = 185 мг/дм^3	R = 38 мг/дм^3
напиток с ароматом апельсина	$\bar{x}$ = 301 мг/дм^3	R = 88 мг/дм^3
джем	$\bar{x}$ = 26 мг/кг	R = 20 мг/кг
сухая смесь для открытого пирога	$\bar{x}$ = 3100 мг/кг	R = 2300 мг/кг

Значения предела воспроизводимости для натриевой соли сахарина:

марципан	$\bar{x}$ = 228 мг/кг	R = 37,9 мг/кг
фруктовый йогурт	$\bar{x}$ = 116 мг/кг	R = 45,5 мг/кг
напиток на основе апельсинового сока	$\bar{x}$ = 50,8 мг/дм^3	R = 23,0 мг/дм^3
кола	$\bar{x}$ = 75 мг/дм^3	R = 34 мг/дм^3
джем	$\bar{x}$ = 60 мг/кг	R = 47 мг/кг
напиток на основе апельсинового сока	$\bar{x}$ = 82 мг/дм^3	R = 19 мг/дм^3
кола	$\bar{x}$ = 64,9 мг/дм^3	R = 30 мг/дм^3

крем	$\overline{x}$ = 68,4 мг/кг	R = 32 мг/кг
йогурт	$\overline{x}$ = 71,4 мг/кг	R = 44 мг/кг
апельсиновый сок	$\overline{x}$ = 16,1 мг/кг	R = 19 мг/кг

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующие сведения:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- ссылку на настоящий стандарт или применяемый метод;
- дату и время отбора пробы (если они известны);
- дату поступления пробы в лабораторию;
- дату проведения испытания;
- результаты испытания с указанием единиц измерения;
- любые особенности, наблюдавшиеся при проведении испытания;
- любые операции, не оговоренные в настоящей методике или рассматриваемые как необязательные, которые могли бы повлиять на результат испытания.

Приложение А
(обязательное)

Примеры условий хроматографического анализа, обеспечивающих приемлемое качество хроматографического разделения

А.1 Хроматографические колонки

Тип:	обращенно-фазовый (RP).
Неподвижные фазы и длина колонки:	сферические частицы размером 3 мкм для колонок длиной 100 мм, до 10 мкм для колонок длиной 300 мм (в соответствии с установленным критерием пригодности).
Внутренний диаметр:	4,0 мм.
Защитная колонка:	рекомендуется (на усмотрение пользователей настоящего стандарта).
Примеры:	Lichrospher®100 RP 18[1)], Superspher®60 RP Select B[1)], Nucleosil 100-5 C18 AB[1)], μ Bondapak C18[1)], Partisil ODS 3[1)].

А.2 Скорость потока – 0,8 – 1 см³/мин

А.3 Объем инжектируемой пробы – 10–20 мм³

А.4 Детектирование

Фотометрическое (УФ) детектирование при длине волны	217 нм для аспартама; 227 нм для ацесульфама калия; 265 нм для сахарина; 220 нм для всех интенсивных (искусственных) подсластителей, если детектор не позволяет переключить длину волны в ходе одного анализа.

[1)] Lichrospher® 100 RP 18, Superspher® 60 RP Select B, Nucleosil® 100-5 C18 AB, μ Bondapak C 18 и Partisil ODS 3 являются примерами подходящих продуктов, имеющихся в продаже. Информация приводится для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой указанных продуктов со стороны CEN.

А.5 Подвижная фаза

Приемлемые результаты в большинстве случаев обеспечиваются использованием подвижных фаз следующего состава:

- смесь фосфатного буферного раствора I (4.9) с ацетонитрилом (4.1) в объемном соотношении 90:10;

- смесь фосфатного буферного раствора II (4.10) с ацетонитрилом (4.1) в объемном соотношении 80:20;

- смесь фосфатного буферного раствора II (4.10) с ацетонитрилом (4.1) в объемном соотношении 85:15;

- смесь фосфатного буферного раствора II (4.10) с ацетонитрилом (4.1) в объемном соотношении 90:10;

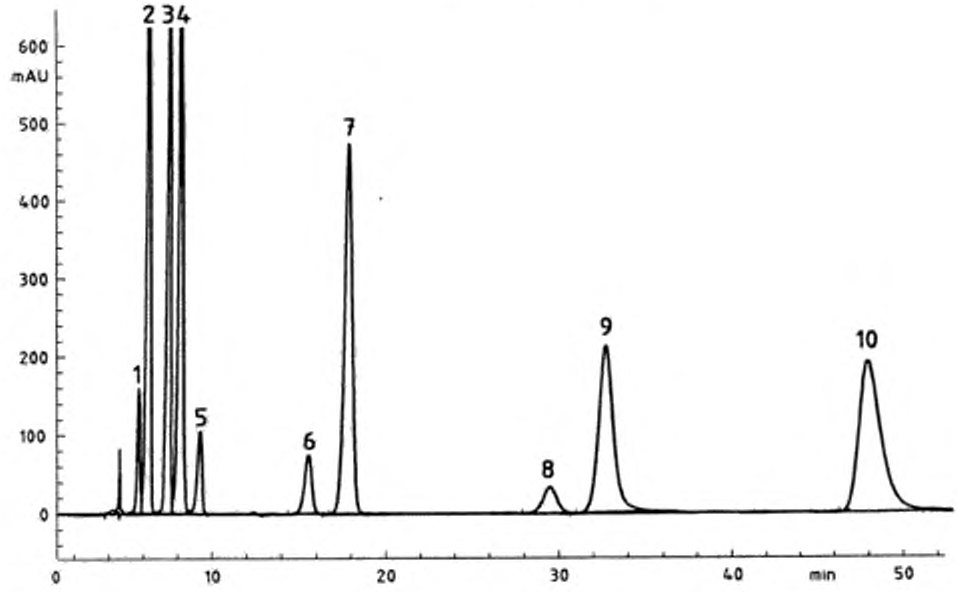
- смесь фосфатного буферного раствора II (4.10) с ацетонитрилом (4.1) в объемном соотношении 95:5;

- смесь фосфатного буферного раствора II (4.10) с ацетонитрилом (4.1) в объемном соотношении 98:2;

- смесь фосфатного буферного раствора I (4.9) с фосфорной кислотой (4.6), pH = 2,8 ед. pH.

Приложение В
(справочное)

Типичные хроматограммы

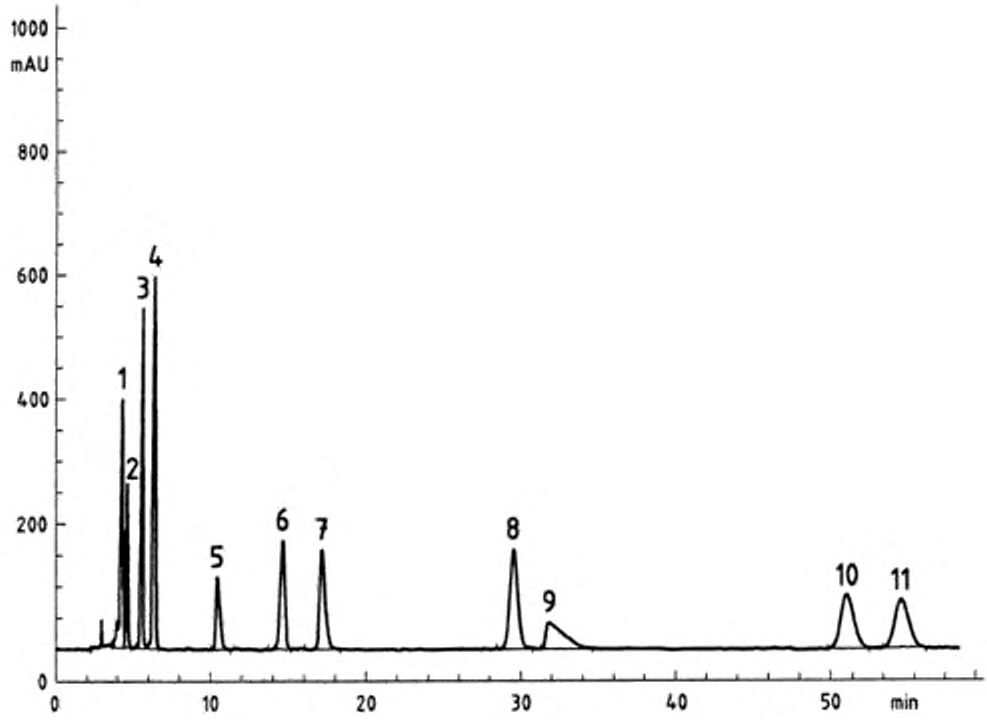


1 — фенилаланин; 2 — ацесульфам калия; 3 — теобромин; 4 — сахарин; 5 — аспартилфенилаланин; 6 — дикетопиперазин; 7 — кофеин; 8 — аспартам; 9 — ванилин; 10 — сорбиновая кислота + бензойная кислота

Контрольный раствор, содержащий	фенилаланин, ацесульфам калия, теобромин, сахарин, аспартилфенилаланин, дикетопиперазин, кофеин, аспартам, ванилин, сорбиновую и бензойную кислоты
Разделительная колонка	μ Bondapack C 18[1)], 10 мкм
Диаметр	3,9 мм
Длина	300 мм
Защитная колонка	μ Bondapack[1)] C 18 , 10 мкм
Подвижная фаза	буферный раствор фосфорнокислого однозамещенного калия [$c(KH_2PO_4)$ = 0,0125 моль/дм^3] + ацетонитрил (90 объемных частей + 10 объемных частей)
Скорость потока	0,8 см^3/мин
УФ-детектирование	220 нм
Объем инжектируемой пробы	10 мм^3

Рисунок В.1 — Разделение контрольного раствора методом ВЭЖХ

[1)] μ Bondapak C 18 являются примерами подходящих продуктов, имеющихся в продаже. Информация приводится для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой указанных продуктов со стороны CEN.



1 — ацесульфам калия; 2 — фенилаланин; 3 — теобромин; 4 — сахарин;
5 — аспартилфенилаланин; 6 — дикетопиперазин; 7 — кофеин; 8 — ванилин;
9 — аспартам; 10 — сорбиновая кислота; 11 — бензойная кислота

Контрольный раствор, содержащий	ацесульфам калия, фенилаланин, теобромин, сахарин, аспартилфенилаланин, дикетопиперазин, кофеин, ванилин, аспартам, сорбиновую и бензойную кислоты
Разделительная колонка	Lichrospher® 100 RP 18[1], 5 мкм
Диаметр	4 мм
Длина	250 мм
Защитная колонка	Lichrospher® 100 RP 18 [1], 5 мкм
Подвижная фаза	буферный раствор фосфорнокислого однозамещенного калия [$c(KH_2PO_4)$ = 0,02 моль/дм^3] + ортофосфорная кислота pH = 2,8
Скорость потока	1,0 см^3/мин
УФ-детектирование	220 нм
Объем инжектируемой пробы	20 мм^3

Рисунок В.2 — Разделение контрольного раствора методом ВЭЖХ

[1] Lichrospher® 100 RP 18, являются примерами подходящих продуктов, имеющихся в продаже. Информация приводится для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой указанных продуктов со стороны CEN.

Приложение С
(справочное)

Данные по прецизионности

Приведенные данные получены в результате межлабораторных испытаний, выполненных в соответствии с [4], которые были проведены Институтом имени Макса фон Петтенкофера Федерального управления по здравоохранению Германии (1) (г. Берлин), департамент по химическому составу пищевых продуктов. Объектами данных испытаний были марципан, фруктовый йогурт, кола и напиток на основе апельсинового сока (см. [1]). Дополнительные межлабораторные испытания проводились Французским институтом по напиткам, пивоварению и солодовенному делу (IFBM) (2). Объектами испытаний были кола, напиток с ароматизатором, имитирующим апельсин, джем и сухая смесь для открытого пирога (см. [3]). Еще одни межлабораторные испытания были проведены Министерством по сельскому хозяйству, рыболовству и пищевым продуктам (MAFF) (3) в научно-исследовательском парке в г. Норвич (Великобритания). Объектами этих испытаний были напиток на основе апельсинового сока, кола, крем, йогурт и апельсиновый сок (см. [2]).

Таблица С.1

Ацесульфам калия	Марципан (1)	Фруктовый йогурт (1),	Напиток на основе апельсинового сока (1),	Джем (2)
Год межлабораторного испытания	1992	1992	1992	1993
Количество лабораторий	8	8	13	9
Количество проб	1	1	1	1
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	7	7	10	9
Количество выбросов (лабораторий)	1	1	3	0
Количество принятых результатов	38	38	53	9
Среднее значение $\bar{x}$	256,6 мг/кг	230,8 мг/кг	172,0 мг/дм^3	60 мг/кг
Стандартное отклонение повторяемости s_r	18,7 мг/кг	7,7 мг/кг	2,1 мг/дм^3	2,9 мг/кг
Относительное стандартное отклонение повторяемости RSD_r, %	7,3	3,4	1,2	4,8
Предел повторяемости r	52,0 мг/кг	21,8 мг/кг	5,8 мг/дм^3	8 мг/кг
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R	28,1 мг/кг	22,9 мг/кг	5,0 мг/дм^3	10,7 мг/кг
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости RSD_R, %	11,1	10,0	3,0	17,8
Предел воспроизводимости R	79,6 мг/кг	64,7 мг/кг	14,3	30 мг/кг
Значение индекса Горвица	1,6	1,5	0,5	2,2

Таблица С.2

Ацесульфам калия	Напиток на основе апельсинового сока (3)	Кола (3)	Крем (3)	Йогурт (3)	Апельсиновый сок (3)
Год межлабораторного испытания	1995	1995	1995	1995	1995
Количество лабораторий	12	12	11	11	11
Количество проб	2	2	2	2	2
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	11	11	8	10	7
Количество выбросов (лабораторий)	1	1	3	1	4
Количество принятых результатов	22	22	16	20	14
Среднее значение $\bar{x}$	370 мг/дм³	351 мг/дм³	316 мг/дм³	264 мг/дм³	24,3 мг/кг
Стандартное отклонение повторяемости s_r	10,9 мг/дм³	7,3 мг/дм³	5,4 мг/дм³	12,4 мг/дм³	1,9 мг/кг
Относительное стандартное отклонение повторяемости RSD_r, %	3	2	2	5	8
Предел повторяемости r	30 мг/дм³	20 мг/дм³	15 мг/дм³	35 мг/дм³	6 мг/кг
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R	23,5 мг/дм³	19,7 мг/дм³	49,3 мг/дм³	47,6 мг/дм³	12,2 мг/дм³
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости RSD_R,%	6	6	16	18	50
Предел воспроизводимости R	66 мг/дм³	55 мг/дм³	138 мг/дм³	133 мг/дм³	34 мг/кг
Значение индекса Горвица	1,0	0,8	2,3	2,6	5,1

Таблица С.3

Аспартам	Марципан (1)	Фруктовый йогурт (1),	Напиток на основе апельсинового сока (1)	Кола (1)
Год межлабораторного испытания	1992	1992	1992	1991
Количество лабораторий	8	8	13	8
Количество проб	1	1	1	1
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	7	8	13	8
Количество выбросов (лабораторий)	1	0	0	0
Количество принятых результатов	35	43	68	43
Среднее значение $\bar{x}$	845,2 мг/кг	468,0 мг/кг	308,0 мг/дм³	270,7 мг/дм³
Стандартное отклонение повторяемости s_r	14,6 мг/кг	10,6 мг/кг	5,0 мг/дм³	3,8 мг/дм³
Относительное стандартное отклонение повторяемости RSD_r, %	1,7	2,3	1,6	1,4
Предел повторяемости r,	41,2 мг/кг	29,9 мг/кг	14,2 мг/дм³	10,7 мг/дм³
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R	58,6 мг/кг	38,4 мг/кг	36,8 мг/дм³	14,7 мг/дм³
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости RSD_R, %	7,0	8,3	12,1	5,5
Предел воспроизводимости R	165,7 мг/кг	108,6 мг/кг	104,2 мг/дм³	41,5 мг/дм³
Значение индекса Горвица	1,2	1,4	1,5	0,8

Таблица С.4

Аспартам	Кола (2)	Напиток с ароматом апельсина (2)	Джем (2)	Сухая смесь для открытого пирога (2)
Год межлабораторного испытания	1993	1993	1993	1993
Количество лабораторий	9	9	5	9
Количество проб	1	1	1	1
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	9	9	4	8
Количество выбросов (лабораторий)	0	0	1	1
Количество принятых результатов	9	9	4	8
Среднее значение $\bar{x}$	185 мг/дм^3	301 мг/дм^3	26 мг/кг	3100 мг/кг
Стандартное отклонение повторяемости s_r	3,9 мг/дм^3	8,9 мг/дм^3	4,6 мг/кг	214 мг/кг
Относительное стандартное отклонение повторяемости RSD$_r$, %	2,1	3,0	17,7	6,9
Предел повторяемости r	11 мг/дм^3	25 мг/дм^3	13 мг/кг	600 мг/кг
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R	13,6 мг/дм^3	31,4 мг/дм^3	7,1 мг/кг	821 мг/кг
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости RSD$_R$, %	7,3	10,4	27,5	26,5
Предел воспроизводимости R	38 мг/дм^3	88 мг/дм^3	20 мг/кг	2300 мг/кг
Значение индекса Горвица	1,0	1,4	2,8	5,5

Таблица С.5

Натриевая соль сахарина	Марципан (1)	Фруктовый йогурт (1)	Напиток на основе апельсинового сока (1)	Кола (2)	Джем (2)
Год межлабораторного испытания	1992	1992	1992	1993	1993
Количество лабораторий	8	8	13	9	9
Количество проб	1	1	1	1	1
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	6	8	12	8	8
Количество выбросов (лабораторий)	2	0	1	1	1
Количество принятых результатов	30	46	63	8	8
Среднее значение $\bar{x}$	228,0 мг/кг	116,0 мг/кг	50,8 мг/дм^3	75 мг/дм^3	60 мг/кг
Стандартное отклонение повторяемости s_r	10,0 мг/кг	2,7 мг/кг	1,2 мг/дм^3	1,4 мг/дм^3	1,8 мг/кг
Относительное стандартное отклонение повторяемости RSD$_r$, %	4,4	2,4	2,4	1,9	3,0
Предел повторяемости r	28,2 мг/кг	7,7 мг/кг	3,4 мг/дм^3	4 мг/дм^3	5 мг/кг
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R	13,5 мг/кг	16,1 мг/кг	8,1 мг/дм^3	12,1 мг/дм^3	16,8 мг/кг
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости RSD$_R$, %	5,9	14,0	16,2	16,2	28,0
Предел воспроизводимости R	37,9 мг/кг	45,5 мг/кг	23,0 мг/дм^3	34 мг/дм^3	47 мг/кг
Значение индекса Горвица	4,1	1,8	2,0	1,7	2,8

Таблица С.6

Натриевая соль сахарина	Напиток на основе апельсинового сока (3)	Кола (3)	Крем (3)	Йогурт (3)	Апельсиновый сок (3)
Год межлабораторного испытания	1995	1995	1995	1995	1995
Количество лабораторий	12	12	11	11	11
Количество проб	2	2	2	2	2
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	10	11	10	10	8
Количество выбросов (лабораторий)	2	1	1	1	3
Количество принятых результатов	20	22	20	20	16
Среднее значение $\bar{x}$	82 мг/дм^3	64,9 мг/дм^3	68,4 мг/кг	71,4 мг/кг	16,1 мг/кг
Стандартное отклонение повторяемости s_r	2,0 мг/дм^3	2,0 мг/дм^3	5,5 мг/кг	8,9 мг/кг	2,3 мг/кг
Относительное стандартное отклонение повторяемости RSD$_r$, %	2	3	8	12	14
Предел повторяемости r	6 мг/дм^3	5 мг/дм^3	15 мг/кг	25 мг/кг	6 мг/кг
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R	6,7 мг/дм^3	10,6 мг/дм^3	11,3 мг/кг	15,8 мг/кг	6,9 мг/кг
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости RSD$_R$, %	8	16	17	22	43
Предел воспроизводимости R	19 мг/дм^3	30 мг/дм^3	32 мг/кг	44 мг/кг	19 мг/кг
Значение индекса Горвица	1,0	1,9	1,9	2,6	4,1

Библиография

[1] Untersuchung von Lebensmitteln: Bestimmung von Acesulfam-K, Aspartam und Saccharin-Natrium in Lebensmitteln L 00.00-28, Mai 1994 (Food Analysis: Determination of acesulfame-K, aspartame and sodium saccharin content in foodstuffs L 00.00-28, 1994-05) in: Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach §35 LMBG: Verfahren zur Probenahme und Untersuchung von Lebensmitteln, Tabakerzeugnissen, kosmetischen Mitteln und Bedarfsgegenständen/Bundesgesundheitsamt (In: Collection of official methods under article 35 of the German Federal Foods Act; Methods of sampling and analysis of foods, tobacco products, cosmetics and commodity goods/Federal Health Office) Loseblattausgabe, Stand Mai. 1994 Bd. 1 (Loose leaf edition, as of 1994-05 Vol. I.) Berlin, Köln: Beuth Verlag GmbH (Анализ пищевых продуктов. Определение содержания ацесульфама калия, аспартама и натриевой соли сахарина в пищевых продуктах)

[2] Willetts, P., Hawkins, S., Brereton, P., and Wood, R.: Determination of intense sweeteners in foodstuffs. Collaborative trial, J Assoc Publ Analysts, 1996, 32, 53–97 (Определение интенсивных (искусственных) подсластителей в пищевых продуктах)

[3] Determination of Aspartam, Acesulfam-K and Saccharin in Foodstuff, Collaborative study, May 1993, IFBM, France (Определение аспартама, ацесульфама калия и сахарина в пищевых продуктах)

[4] ISO 5725:1986 Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests (Точность (правильность и прецизионность) методов испытаний. Определение повторяемости и воспроизводимости результатов стандартного метода с помощью лабораторных испытаний)

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных европейских стандартов ссылочным межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного европейского стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
EN ISO 3696:1995	–	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык европейского стандарта EN ISO 3696. Официальный перевод данного европейского стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов Российской Федерации.

УДК 641.1:663.051:543.544.5.068.7:006.35 МКС 67.050 IDT

Ключевые слова: пищевая продукция, определение, ацесульфам калия, аспартам, сахарин, высокоэффективная жидкостная хроматография

gost.e-ecolog.ru