МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 15086– 2015

ПРОДУКЦИЯ ПИЩЕВАЯ

Определение содержания изомальта, лактита, мальтита, маннита, сорбита и ксилита

(EN 15086:2006, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и 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) на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

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

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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 июня 2016 г. № 734-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 15086–2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 15086:2006 «Продукция пищевая. Определение изомальта, лактита, мальтита, маннита, сорбита и ксилита в пищевой продукции» («Foodstuffs. Determination of isomalt, lactitol, maltitol, mannitol, sorbitol and xylitol in foodstuffs», IDT).

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

При применении настоящего стандарта рекомендуется вместо ссылочного европейского стандарта использовать межгосударственный стандарт, сведения о котором 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 (*gost.e-ecolog.ru

© 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 Оборудование
6 Методика проведения испытания
7 Обработка результатов
8 Прецизионность
9 Протокол испытания
Приложение А (справочное) Данные по прецизионности
Приложение В (справочное) Альтернативные системы для ВЭЖХ
Приложение С (справочное) Примеры хроматограмм
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных европейских стандартов межгосударственным стандартам
Библиография

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 содержания изомальта, лактита, мальтита, маннита, сорбита и ксилита

Foodstuffs.
Determination of isomalt, lactitol, maltitol, mannitol, sorbitol and xylitol content

Дата введения – 2017–07–01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания изомальта и других полиолов, таких как лактит, мальтит, маннит, сорбит и ксилит, в пищевой продукции с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ). По химическому составу изомальт представляет собой смесь 6-O-α-D-глюкопиранозил-D-сорбита (1,6-GPS) и 1-O-α-D-глюкопиранозил-D-маннита (1,1-GPM).

Метод прошел валидацию при проведении межлабораторного испытания по определению содержания изомальта (смеси GPS и GPM), при этом в качестве пищевой продукции использовали печенье, жевательную резинку, шоколад и карамель. Данные по GPS и GPM, полученные по итогам валидации, приведены в разделе 8 и приложении А (таблицы А.1 и А.2).

Метод определения содержания других сахарных спиртов прошел валидацию в ходе дополнительного межлабораторного испытания, при котором применялся тот же метод. В качестве проб использовали пудинг (определяли лактит, маннит и ксилит), печенье (определяли лактит, мальтит, маннит, сорбит и ксилит), карамель (определяли лактит, маннит, ксилит и сорбит) и жевательную резинку (определяли мальтит, маннит и сорбит). Данные по валидации приведены в разделе 8 и приложении А (таблицы А.3–А.7).

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

3 Сущность метода

Пробу разбавляют, растворяют или экстрагируют водой и при необходимости фильтруют. Если потребуется, пробу осветляют, используя модифицированные растворы Карреза. Полиолы разделяют методом ВЭЖХ на катионите с противоионом Ca^{**} или Pb^{**}, используя высокочистую воду, при температуре 60 °С – 80 °С и детектируют при помощи рефрактометрического детектора (дифференциальный рефрактометр, детектор RI) и определяют методом внешнего стандарта (см. [1]).

4 Реактивы

4.1 Общие положения

Для проведения анализа, если не указано иное, используют только реактивы признанной аналитической степени чистоты, воду не ниже первой степени чистоты по EN ISO 3696 или дистиллированную воду.

4.2 Образцы сравнения

4.2.1 Общие положения

При использовании образцов сравнения, содержащих связанную воду, следует учитывать содержание этой воды.

Пример: молярная масса GPS = 344,32 г/моль, дигидрата GPM = 380,32 г/моль. Точное содержание воды в образцах сравнения определяют посредством титрования методом Карла-Фишера.

В качестве альтернативы градуировки по образцам сравнения допускается использовать эталонный образец изомальта с точно известными массовыми концентрациями GPS и GPM.

4.2.2 6-O-α-D-глюкопиранозил-D-сорбит (1,6-GPS), не содержащий связанную воду.

4.2.3 1-O-α-D-глюкопиранозил-D-маннит (1,1-GPM), кристаллизуется с 2 моль воды (содержание влаги приблизительно 10 %).

4.2.4 Лактит, кристаллизуется с 1 моль воды (содержание влаги приблизительно 5 %).

4.2.5 Мальтит.

4.2.6 Маннит.

4.2.7 Сорбит.

4.2.8 Ксилит.

4.3 Стандартные растворы

Растворяют соответствующие количества образцов сравнения полиолов (4.2.2–4.2.8) в воде и снова разбавляют раствор водой, чтобы получить стандартные растворы с общей массовой концентрацией приблизительно 2 г/100 см³ для суммы всех компонентов.

Раствор хранят в течение шести недель в холодильнике при температуре плюс 4 °С. В качестве альтернативы стандартный раствор хранят при температуре минус 18 °С не более одного года.

4.4 Раствор Карреза I, модифицированный

Растворяют 53,45 г гексацианоферрата (II) калия ($K_4[Fe(CN)_6]\cdot 3H_2O$) в воде, хорошо перемешивают и разбавляют до 500 см³ водой. Раствор хранят во флаконе из темного стекла и регулярно меняют.

4.5 Раствор Карреза II, модифицированный

148,75 г нитрата цинка ($Zn(NO_3)_2\cdot 6H_2O$) растворяют в воде и разбавляют до 500 см³ водой. Раствор хранят во флаконе из темного стекла и регулярно меняют.

5 Оборудование

5.1 Общие положения

Используют обычное лабораторное оборудование, в том числе следующее.

5.2 Мембранный фильтр для фильтрования раствора пробы с размером пор 0,45 мкм.

Примечание – Фильтрование подвижной фазы, а также раствора пробы через мембранный фильтр до его использования или введения может продлить срок службы колонок.

5.3 Магнитная мешалка.

5.4 Система для ВЭЖХ, состоящая из насоса, инжектора проб, рефрактометрического детектора с переменным температурным режимом, термостата колонки, системы обработки данных.

5.5 Аналитическая колонка, (например, с размерами 300 × 7,8 мм), наполненная ионообменной смолой с противоионом Ca^{++} или Pb^{++}. Более короткие колонки (например, с размерами 100 × 7,8 мм), могут привести к недостаточному разделению. Для того чтобы защитить аналитическую колонку, рекомендуется использовать предколонку с аналогичными характеристиками.

6 Методика проведения испытания

6.1 Подготовка анализируемой пробы

Анализируемую пробу доводят до однородной консистенции. Для этого измельчают твердые пробы, например карамель или шоколад, при помощи подходящего измельчителя при низких температурах, а затем доводят до однородной консистенции, размешав измельченную пробу. Жевательную резинку замораживают при низких температурах до измельчения. Для того, чтобы довести полутвердые пробы, например мороженое, до однородной консистенции, их растапливают, перемешивая.

Мутные растворы, которые могут получиться при подготовке проб, например тортов и мучных кондитерских изделий, обрабатывают модифицированными растворами Карреза.

Примечание – Хотя это не было подтверждено межлабораторными испытаниями, для защиты хроматографической колонки рекомендуется деионизировать анализируемую пробу после обработки растворами Карреза. Ионы данных реактивов могут быть устранены при помощи надлежащих ионообменных смол (например, системы обеззоливания, картриджей) до ввода в аналитическую колонку.

6.2 Приготовление раствора анализируемой пробы

6.2.1 Растворимые пробы (например, карамель, спрессованные продукты)

Взвешивают 2 г гомогенизированной пробы в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$, растворяют в воде, перемешивают и объем содержимого колбы доводят

до метки водой. Фильтруют мутные растворы через мембранный фильтр (см. 5.2) или осветляют модифицированными растворами Карреза (см. 4.4, 4.5).

6.2.2 Частично растворимые пробы (например, мучные кондитерские изделия, жевательная резинка, шоколад)

Взвешивают 5–10 г гомогенизированной пробы в мерной колбе вместимостью 100 см^3 и смешивают с 50 см^3 воды, перемешивают в течение 30 мин при температуре 40 °С – 60 °С магнитной мешалкой и осветляют модифицированными растворами Карреза. Оставляют колбу, пока раствор не остынет до комнатной температуры, и объем содержимого колбы доводят до метки водой. После осаждения осадка фильтруют надосадочную водную фазу через мембранный фильтр (см. 5.2). В некоторых случаях необходимо профильтровать растворы жиросодержащих проб второй раз через мембранный фильтр с меньшим размером пор.

6.3 Определение методом ВЭЖХ

6.3.1 Условия проведения ВЭЖХ

Установлено, что разделение и количественное определение будут выполнены должным образом при соблюдении следующих условий:

Подвижная фаза:	Вода;
Скорость потока:	0,5 см^3/мин;
Объем инжекции:	20 мм^3;
Температура колонки:	60 °С – 80 °С.

6.3.2 Идентификация

Вводят 20 мм^3 стандартного раствора (см. 4.3), а также раствора анализируемой пробы (см. 6.2) в систему для ВЭЖХ.

Идентифицируют полиолы посредством сравнения времени удержания пика на хроматограммах, полученных для раствора анализируемой пробы и стандартного раствора. Идентификацию пика также можно выполнить, если добавить соответствующие стандартные растворы в небольшом количестве в раствор анализируемой пробы.

6.3.3 Определение

Для определения методом внешнего стандарта интегрируют площади пиков пробы и сравнивают результаты с соответствующими значениями для образца

сравнения или используют градуировочную кривую. Проверяют линейность градуировочной кривой.

Пики GPM и фруктозы (колонка с Pb^{**}), GPS и мальтита (колонка с Ca^{**}), мальтита и лактита или ксилита и сорбита (колонка с Ca^{**}) могут накладываться друг на друга при определенных обстоятельствах (см. примеры хроматограмм в приложении С). В данных случаях условия хроматографического анализа следует оптимизировать. На хроматографическое разделение главным образом влияет тип противоиона (Pb^{**} или Ca^{**}) и температура колонки.

7 Обработка результатов

Массовую долю каждого полиола w, г/100 г пробы, в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$w = \frac{A_1 \cdot V_1 \cdot m_1}{A_2 \cdot V_2 \cdot m_0} \cdot 100 \quad , \tag{1}$$

где A_1 – площадь пика определяемого полиола, полученная при использовании раствора анализируемой пробы (см. 6.2);

V_1 – общий объем раствора анализируемой пробы (см. 6.2), $см^3$;

m_1 – масса полиола (в пересчете на сухое вещество), содержащегося в объеме V_2, г;

A_2 – площадь пика определяемого полиола, полученная при использовании стандартного раствора (см. 4.3);

V_2 – общий объем стандартного раствора (см. 4.3), $см^3$;

m_0 – масса пробы, г.

Массовую концентрацию каждого полиола ρ, г/100 $см^3$ пробы, в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$\rho = \frac{A_1 \cdot V_1 \cdot m_1}{A_2 \cdot V_2 \cdot V_0} \cdot 100 \quad , \tag{2}$$

где V_0 – объем пробы, $см^3$.

Результат регистрируют в протоколе испытания с одним десятичным знаком.

8 Прецизионность

8.1 Общие положения

Данные по прецизионности определения GPM и GPS были получены в 2000 году в ходе совместного испытания, в котором использовали пробы печенья, жевательной резинки, шоколада и карамели. Дополнительные данные по валидации определения лактита, мальтита, маннита, ксилита и сорбита были получены в 2001 году в ходе еще одного совместного испытания, в котором использовали пробы печенья, пудинга, карамели и жевательной резинки. Данные, полученные в ходе данных совместных испытаний могут быть не применимы к диапазонам концентраций определяемого вещества и пробам, отличным от указанных в приложении А.

8.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между двумя отдельными результатами испытания, которые были получены при применении одного и того же метода на идентичных пробах одним и тем же оператором на одном и том же оборудовании в течение короткого промежутка времени, не должно превышать предел повторяемости r более чем в 5 % случаев. Повторяемость зависит от уровня концентрации определяемого вещества в пробе.

Значения, полученные для GPM:		
печенье	$\bar{x}$ = 12,674 г/100 г	r = 0,237
жевательная резинка	$\bar{x}$ = 13,409 г/100 г	r = 1,228
шоколад	$\bar{x}$ = 17,911 г/100 г	r = 0,636
карамель	$\bar{x}$ = 47,058 г/100 г	r = 1,623
Значения, полученные для GPS:		
печенье	$\bar{x}$ = 13,471 г/100 г	r = 0,199
жевательная резинка	$\bar{x}$ = 15,153 г/100 г	r = 1,230
шоколад	$\bar{x}$ = 18,448 г/100 г	r = 0,987
карамель	$\bar{x}$ = 49,174 г/100 г	r = 1,456
Значения, полученные для лактита:		
печенье	$\bar{x}$ = 6,107 г/100 г	r = 0,314
пудинг	$\bar{x}$ = 0,664 г/100 г	r = 0,047

карамель	$\bar{x}$ = 80,529 г/100 г	r = 1,857
Значения, полученные для мальтита:		
печенье	$\bar{x}$ = 1,830 г/100 г	r = 0,128
жевательная резинка	$\bar{x}$ = 32,288 г/100 г	r = 3,888
Значения, полученные для маннита:		
печенье	$\bar{x}$ = 4,343 г/100 г	r = 0,154
жевательная резинка	$\bar{x}$ = 1,669 г/100 г	r = 0,079
пудинг	$\bar{x}$ = 1,716 г/100 г	r = 0,094
карамель	$\bar{x}$ = 3,897 г/100 г	r = 0,382
Значения, полученные для сорбита:		
печенье	$\bar{x}$ = 3,760 г/100 г	r = 0,161
жевательная резинка	$\bar{x}$ = 27,238 г/100 г	r = 1,930
карамель	$\bar{x}$ = 4,720 г/100 г	r = 0,423
Значения, полученные для ксилита:		
печенье	$\bar{x}$ = 3,028 г/100 г	r = 0,139
пудинг	$\bar{x}$ = 4,658 г/100 г	r = 0,181
карамель	$\bar{x}$ = 6,460 г/100 г	r = 0,319

8.3 Воспроизводимость

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

Значения, полученные для GPM:		
печенье	$\bar{x}$ = 12,674 г/100 г	R = 1,601
жевательная резинка	$\bar{x}$ = 13,409 г/100 г	R = 2,804
шоколад	$\bar{x}$ = 17,911 г/100 г	R = 3,073
карамель	$\bar{x}$ = 47,058 г/100 г	R = 6,159
Значения, полученные для GPS:		
печенье	$\bar{x}$ = 13,471 г/100 г	R = 1,299
жевательная резинка	$\bar{x}$ = 15,153 г/100 г	R = 4,813
шоколад	$\bar{x}$ = 18,448 г/100 г	R = 2,111
карамель	$\bar{x}$ = 49,174 г/100 г	R = 5,077
Значения, полученные для лактита:		
печенье	$\bar{x}$ = 6,107 г/100 г	R = 1,356
пудинг	$\bar{x}$ = 0,664 г/100 г	R = 0,276

карамель	$\bar{x}$ = 80,529 г/100 г	R = 2,630
Значения, полученные для мальтита:		
печенье	$\bar{x}$ = 1,830 г/100 г	R = 0,663
жевательная резинка	$\bar{x}$ = 32,288 г/100 г	R = 7,889
Значения, полученные для маннита:		
печенье	$\bar{x}$ = 4,343 г/100 г	R = 0,437
жевательная резинка	$\bar{x}$ = 1,669 г/100 г	R = 0,486
пудинг	$\bar{x}$ = 1,716 г/100 г	R = 0,153
карамель	$\bar{x}$ = 3,897 г/100 г	R = 0,477
Значения, полученные для сорбита:		
печенье	$\bar{x}$ = 3,760 г/100 г	R = 0,416
жевательная резинка	$\bar{x}$ = 27,238 г/100 г	R = 5,096
карамель	$\bar{x}$ = 4,720 г/100 г	R = 1,863
Значения, полученные для ксилита:		
печенье	$\bar{x}$ = 3,028 г/100 г	R = 0,324
пудинг	$\bar{x}$ = 4,658 г/100 г	R = 0,400
карамель	$\bar{x}$ = 6,460 г/100 г	R = 2,730

9 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать по меньшей мере следующие сведения:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

b) ссылку на настоящий стандарт или используемый метод;

c) дату и метод отбора пробы (если они известны);

d) дату поступления пробы в лабораторию;

e) дату проведения испытания;

f) результаты и единицы, в которых выражены результаты испытания;

g) информацию о других специфичных особенностях, которые наблюдались в ходе проведения испытания;

h) информацию о других особенностях, не установленных в настоящем методе или рассматриваемых как дополнительные, которые могут повлиять на результаты испытания.

Приложение А
(справочное)
Данные по прецизионности

Приведенные данные были получены в ходе межлабораторного испытания, которое проводил бывший Федеральный институт по защите здоровья потребителей и ветеринарии (Берлин).

Таблица А.1 – Данные по GPM

Проба	Печенье	Жевательная резинка	Шоколад	Карамель
Год межлабораторного испытания	2000			
Количество лабораторий	6			
Количество проб	1			
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	6			
Количество выбросов	0			
Количество комплектов данных	36			
Среднее значение, г/100 г	12,674	13,409	17,911	47,058
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,084	0,434	0,225	0,574
Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	0,663	3,237	1,256	1,220
Предел повторяемости r [2,83 s_r], г/100 г	0,237	1,228	0,636	1,623
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,566	0,991	1,086	2,176
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %	4,466	7,391	6,063	4,624
Предел воспроизводимости R [2,83 s_R], г/100 г	1,601	2,804	3,073	6,159
Рассчитанная величина Горвица H	2,73	2,71	2,59	2,24
Коэффициент Горвица (RSD$_R$/H)	1,64	2,73	2,43	2,06

Таблица А.2 – Данные по GPS

Проба	Печенье	Жевательная резинка	Шоколад	Карамель
Год межлабораторного испытания	2000			
Количество лабораторий	6			
Количество проб	1			
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	6			
Количество выбросов	0			
Количество комплектов данных	36			
Среднее значение, г/100 г	13,471	15,153	18,448	49,174
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,070	0,435	0,349	0,514
Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	0,520	2,871	1,892	1,045
Предел повторяемости r [2,83 s_r], г/100 г	0,199	1,230	0,987	1,456
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R, г/100 г	0,459	1,701	0,746	1,794
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %	3,407	11,225	4,044	3,648
Предел воспроизводимости R [2,83 s_R], г/100 г	1,299	4,813	2,11	5,077
Рассчитанная величина Горвица H	2,70	2,66	2,58	2,23
Коэффициент Горвица (RSD_R/H)	1,26	4,23	1,57	1,64

Таблица А.3 – Данные по лактиту

Проба	Печенье	Пудинг	Карамель
Год межлабораторного испытания	2001		
Количество лабораторий	7		
Количество проб	1		
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	6	7	7
Количество выбросов	1	0	0
Количество комплектов данных	33	38	36
Среднее значение, г/100 г	6,107	0,664	80,529
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,111	0,017	0,656
Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	1,818	2,560	0,815
Предел повторяемости r [2,83 s_r], г/100 г	0,314	0,047	1,857
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,479	0,097	0,929
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %	7,834	14,608	1,154
Предел воспроизводимости R [2,83 s_R], г/100 г	1,356	0,276	2,603
Рассчитанная величина Горвица H	3,05	4,25	2,07
Коэффициент Горвица (RSD_R/H)	2,57	3,43	0,56

Таблица А.4 – Данные по мальтиту

Проба	Печенье	Жевательная резинка
Год межлабораторного испытания	2001	
Количество лабораторий	7	
Количество проб	1	
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	5	7
Количество выбросов	2	0
Количество комплектов данных	28	36
Среднее значение, г/100 г	1,830	32,288
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,045	1,374
Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	2,459	4,255
Предел повторяемости r [2,83 s_r], г/100 г	0,128	3,888
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,234	2,788
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %	12,787	8,635
Предел воспроизводимости R [2,83 s_R], г/100 г	0,663	7,889
Рассчитанная величина Горвица H	3,65	2,37
Коэффициент Горвица (RSD$_R$/H)	3,50	3,64

Таблица А.5 – Данные по маннитy

Проба	Печенье	Жевательная резинка	Пудинг	Карамель
Год межлабораторного испытания	2001			
Количество лабораторий	7			
Количество проб	1			
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	7			
Количество выбросов	0			
Количество комплектов данных	38	36	38	36
Среднее значение, г/100 г	4,343	1,669	1,716	3,987
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,054	0,028	0,033	0,135
Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	1,243	1,678	1,923	3,386
Предел повторяемости r [2,83 s_r], г/100 г	0,154	0,079	0,094	0,382
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,154	0,172	0,054	0,169
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %	3,546	10,306	3,147	4,239
Предел воспроизводимости R [2,83 s_R], г/100 г	0,437	0,486	0,153	0,477
Рассчитанная величина Горвица H	3,21	3,70	3,69	3,25
Коэффициент Горвица (RSD$_R$/H)	1,11	2,78	0,85	1,30

Таблица А.6 – Данные по ксилиту

Проба	Печенье	Пудинг	Карамель
Год межлабораторного испытания	2001		
Количество лабораторий	7		
Количество проб	1		
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	6	6	7
Количество выбросов	1	1	0
Количество комплектов данных	33	33	36
Среднее значение, г/100 г	3,028	4,658	6,460
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,049	0,064	0,113
Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	0,162	1,374	1,749
Предел повторяемости r [2,83 s_r], г/100 г	0,139	0,181	0,319
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,114	0,141	0,965
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %	0,376	3,027	14,938
Предел воспроизводимости R [2,83 s_R], г/100 г	0,324	0,400	2,730
Рассчитанная величина Горвица H	2,39	3,17	3,02
Коэффициент Горвица (RSD$_R$/H)	0,16	0,95	4,95

Таблица А.7 – Данные по сорбиту

Проба	Печенье	Жевательная резинка	Карамель
Год межлабораторного испытания	2001		
Количество лабораторий	7		
Количество проб	1		
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	6	7	7
Количество выбросов	1	0	0
Количество комплектов данных	33	39	36
Среднее значение, г/100 г	3,760	27,238	4,720
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,057	0,682	0,149
Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	1,516	2,504	3,157
Предел повторяемости r [2,83 s_r], г/100 г	0,161	1,930	0,423
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,147	1,801	0,658
Относительное стандартное отклонение воспроизводи-мости, %	3,910	3,969	13,941
Предел воспроизводимости R [2,83 s_R], г/100 г	0,416	5,096	1,863
Рассчитанная величина Горвица H	3,28	2,43	3,17
Коэффициент Горвица (RSD_R/H)	1,19	1,63	4,40

Приложение В
(справочное)
Альтернативные системы для ВЭЖХ

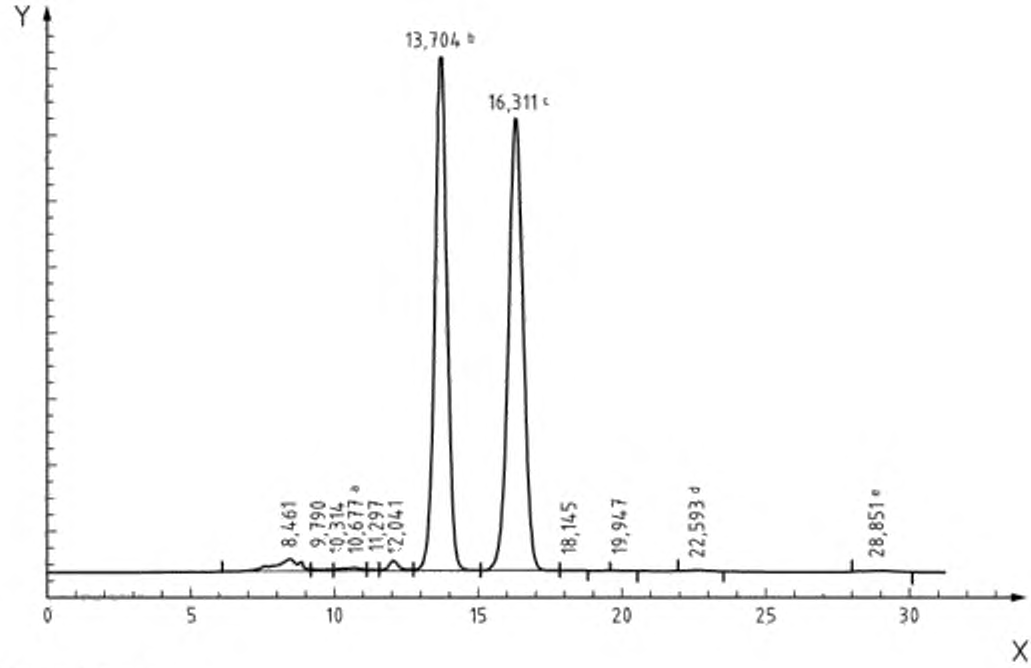
Было установлено, что разделение и количественное определение будут выполнены должным образом, если применяют хроматографические условия, приведенные в таблице В.1.

Таблица В.1

Неподвижная фаза	Размеры колонки, мм × мм	Скорость потока, $см^3$/мин
Biorad® Aminex® HPX 87-C[1)]	300 × 7,8	0,5–0,8
Macherey-Nagel® Nucleogel® Sugar 810 Ca[1)]	300 × 7,7	0,5–0,8
Phenomenex® Rezex® RCM Monosac[1)]	300 × 7,8	0,5–0,8
Biorad® Aminex® HPX 87-P[1)]	300 × 7,8	0,5–0,8

[1)] Biorad® Aminex® HPX 87-C, Macherey-Nagel® Nucleogel® Sugar 810 Ca, Phenomenex® Rezex® RCM Monosac и Biorad® Aminex® HPX 87-P – это примеры подходящей продукции, доступной на рынке. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой указанной продукции со стороны CEN. Допускается использовать аналогичную продукцию, если она позволяет получать сопоставимые результаты.

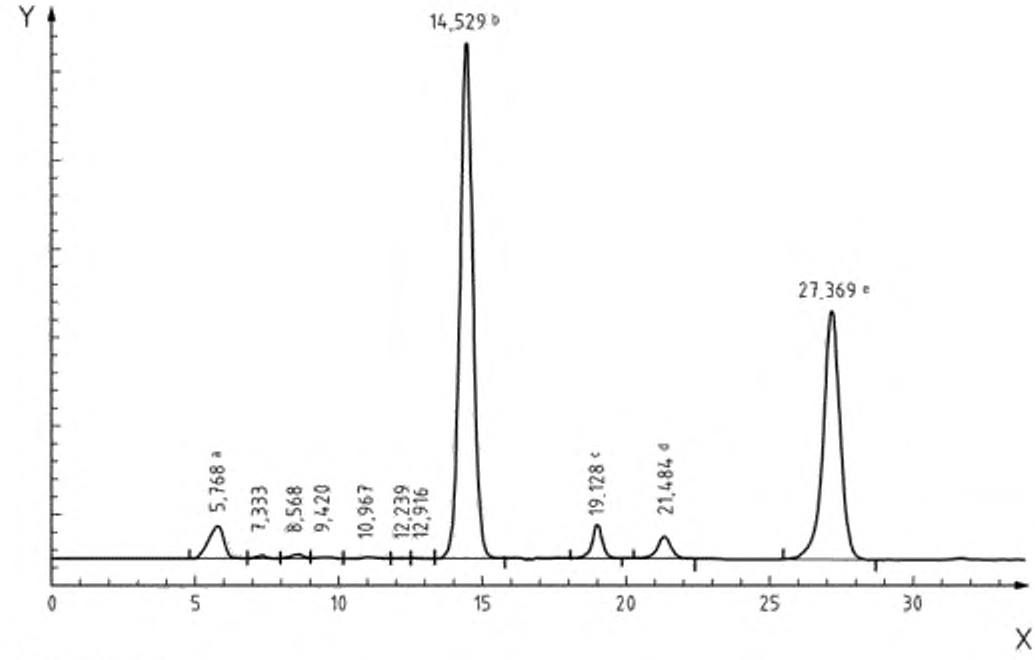
Приложение С
(справочное)
Примеры хроматограмм



Обозначения

a – палатиноза
b – GPM
c – GPS
d – маннит
e – сорбит

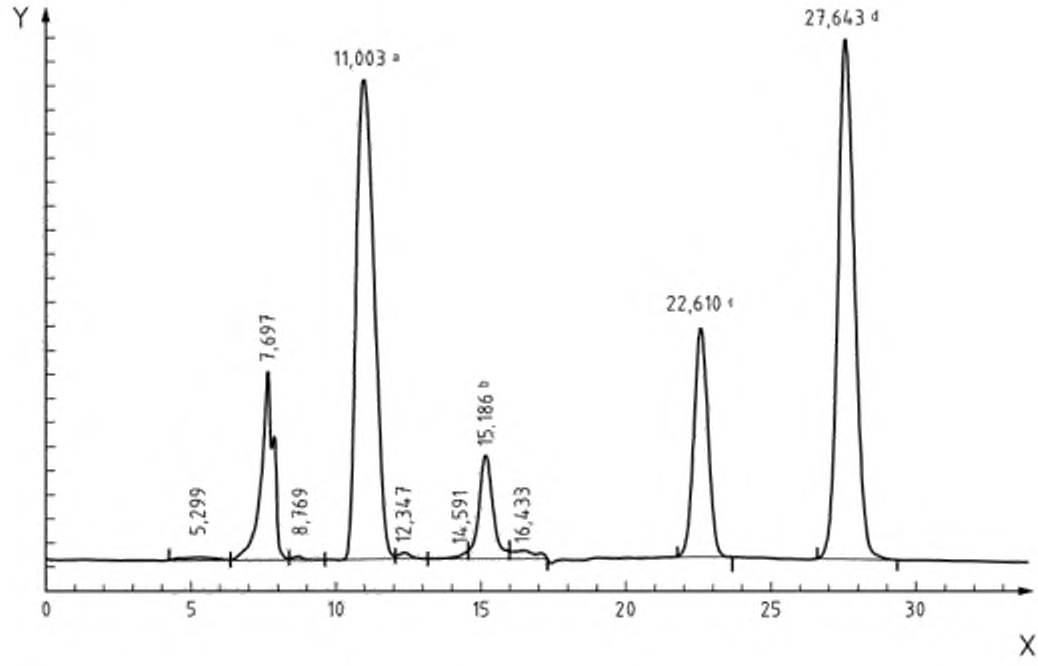
Рисунок С.1 – Хроматограмма изомальта в карамели (ВЭЖХ, Са**)



Обозначения

a – аравийская камедь
b – мальтит
c – глицерин
d – маннит
e – сорбит

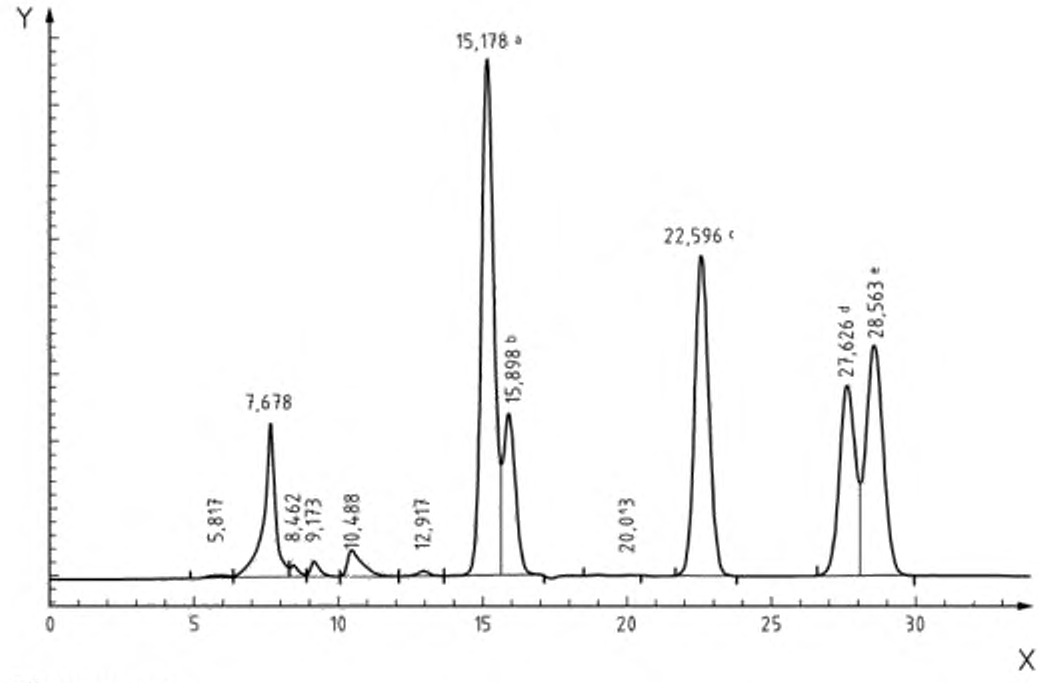
Рисунок С.2 – Хроматограмма полиолов в жевательной резинке (ВЭЖХ, Ca**)



Обозначения

a – лактоза
b – лактит
c – маннит
d – ксилит

Рисунок С.3 – Хроматограмма полиолов в пудинге (ВЭЖХ, Ca**)



Обозначения

a – лактит
b – мальтит
c – маннит
d – ксилит
e – сорбит

Рисунок С.4 – Хроматограмма полиолов в печенье (ВЭЖХ, Ca**)

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных европейских стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного европейского стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
EN ISO 3696	IDT	ГОСТ ISO 3696–2013[1)] «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля»
Примечание – В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта: IDT – идентичный стандарт.		

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501–2005 «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

Библиография

[1] Untersuchung von Lebensmitteln: Bestimmung von Isomalt in Lebensmitteln (L 00.00–59); Food analysis – Determination of isomalt in foodstuffs (L 00.00–59), In: Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach §35 LMBG: Verfahren zur Probenahme und Untersuchung von Lebensmitteln, Tabakerzeugnissen, kosmetischen Mitteln und Bedarfsgegenständen/Bundesamt für Verbraucherschutz und Lebensmittelsicherheit (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 Office of Consumer Protection and Food Safety) Loseblattausgabe, Stand Jul. 2001 Bd. 1 (loose leaf edition, as of 2001–07 Vol. 1) Berlin, Köln: Beuth Verlag GmbH
(Сборник официальных методов согласно статье 35 Немецкого федерального акта по пищевым продуктам. Методы отбора проб и анализа пищевых продуктов, табачных изделий, косметики и продовольственных товаров)

[2] Bestimmung der Zuckeralkohole Lactit, Maltit, Xylit, Sorbit und Mannit in Lebensmitteln (L 00.00–72); Food analysis – Determination of isomalt in foodstuffs; Determination of the sugar alcohols lactitol, maltitol, xylitol, sorbitol and mannitol in foodstuffs (L 00.00–72); In: Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach §35 LMBG: Verfahren zur Probenahme und Untersuchung von Lebensmitteln, Tabakerzeugnissen, kosmetischen Mitteln und Bedarfsgegenständen/Bundesamt für Verbraucherschutz und Lebensmittelsicherheit (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 Office of Consumer Protection and Food Safety) Loseblattausgabe, Stand Dez. 2002 Bd. 1 (loose leaf edition, as of 2002–12 Vol. 1) Berlin, Köln: Beuth Verlag GmbH
(Сборник официальных методов согласно статье 35 Немецкого федерального акта по пищевым продуктам. Методы отбора проб и анализа пищевых продуктов, табачных изделий, косметики и продовольственных товаров)

УДК 664:543.544.5.068.7:006.354 МКС 67.050 IDT

Ключевые слова: продукция пищевая, определение содержания, изомальт, лактит, мальтит, маннит, сорбит, ксилит, высокоэффективная жидкостная хроматография

gost.e-ecolog.ru