МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34988— 2023

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

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2023

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением науки «Федеральный исследовательский центр питания, биотехнологии и безопасности пищи» (ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологии»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 31 августа 2023 г. № 164-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	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 сентября 2023 г. № 1004-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34988—2023 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 сентября 2024 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2023

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 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Сущность метода 2
5 Требования безопасности 3
6 Требования к оператору 3
7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы 3
8 Отбор проб 5
9 Приготовление растворов стандартов и контрольной пробы 5
10 Приготовление растворов реактивов 7
11 Приготовление градуировочных растворов 7
12 Приготовление проб 8
13 Проведение измерений 9
14 Обработка и оформление результатов 11
15 Метрологические характеристики методики 15
Приложение А (справочное) Определение объема растворителей для экстракции жира в зависимости от навески исследуемого продукта 17
Приложение Б (справочное) Пример хроматограмм, полученных при анализе контрольной пробы масла с известной концентрацией 2-МХПД, 3-МХПД и глицидола 0,5 мг/кг каждого . . . 18

Поправка к ГОСТ 34988—2023 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

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

(ИУС № 4 2024 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

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

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 — 2024—09—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на адаптированные, частично адаптированные молочные смеси, напитки для детей раннего возраста, специализированную пищевую продукцию диетического профилактического и диетического лечебного питания для детей раннего возраста, содержащие растительные масла и жиры, и устанавливает метод определения (измерения) содержания эфиров жирных кислот 2-хлор-1,3-пропандиола (2-МХПД) в пересчете на 2-МХПД, эфиров жирных кислот 3-хлор-1,2-пропандиола (3-МХПД) в пересчете на 3-МХПД и глицидиловых эфиров жирных кислот в пересчете на глицидол методом газовой хроматографии/тандемной масс-спектрометрии с предварительной экстракцией жира и 16-часовой щелочной переэтерификацией.

Стандарт распространяется на продукты с содержанием жира 10—35 г/100 г в сухих смесях и напитках и 1—10 г/100 г в жидких смесях и напитках. Настоящий стандарт не применяется в целях обязательной оценки (подтверждения) соответствия.

Диапазоны измерений содержания эфиров 2-МХПД в пересчете на 2-МХПД, эфиров 3-МХПД в пересчете на 3-МХПД и глицидиловых эфиров в пересчете на глицидол составляют:

0,03—2,10 мг/кг для каждого вещества в сухих смесях и напитках;

0,003—0,600 мг/кг для каждого вещества в жидких смесях и напитках.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 1770 (ИСО 1042, ИСО 4788) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5789 Реактивы. Толуол. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 6552 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия*

ГОСТ 6995 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 9293 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 12433 Изооктаны эталонные. Технические условия

ГОСТ 20015 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 22300 Реактивы. Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия

ГОСТ 24104 Весы лабораторные. Общие технические требования**

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 26809.1 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 1. Молоко, молочные, молочные составные и молокосодержащие продукты

ГОСТ 28311 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 30648.1 Продукты молочные для детского питания. Методы определения жира

ГОСТ 33925 Продукты детского питания. Определение массовой доли жира методом Вейбулла-Бернтропа

ГОСТ ISO 3696 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля***

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ 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 стандарт*4.

4 Сущность метода

Методика основана на определении связанных форм 2,3-монохлорпропандиолов (эфиров жирных кислот 2-,3-МХПД) в виде фенилборных производных 2-,3-МХПД и глицидола (глицидиловых эфиров жирных кислот) в виде бромсодержащего фенилборного производного 3-монобромпропандиола (3-МБПД) в экстрагированном из исследуемого образца жире методом газовой хроматографии/тандемной масс-спектрометрии с 16-часовой щелочной переэтерификацией (ГХ-МС/МС).

Примечания

1 В процессе длительной щелочной переэтерификации происходит высвобождение МХПД и глицидола из их этерифицированных с жирными кислотами форм. При этом использование низких температур предотвращает

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018 «Вода дистиллированная. Технические условия».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

*** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

*4 В Российской Федерации — по ГОСТ Р 57573—2017 «Продукция пищевая специализированная. Продукция пищевая для детского питания. Термины и определения».

нежелательное образование глицидола из свободных МХПД. Добавление подкисленного раствора бромида натрия останавливает реакцию высвобождения и приводит к образованию стабильной формы МБПД (3-МБПД >> 2-МБПД) из свободного нестабильного глицидола.

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

5.1 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 нормативов*.

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

5.3 Помещения, в которых проводят измерения, должны быть снабжены приточно-вытяжной вентиляцией. Работу необходимо проводить, соблюдая правила личной гигиены и противопожарной безопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004, и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

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

6 Требования к оператору

Работу по указанной методике могут выполнять специалисты, владеющие техниками хромато-масс-спектрометрического анализа и подготовки проб и изучившие инструкцию по эксплуатации к используемому хромато-масс-спектрометру.

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, длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм и толщиной неподвижной фазы 0,25 мкм, с малым уносом подвижной фазы (для ГХ-МС).

Примечание — Допускается использование других хроматографических колонок, обеспечивающих разделение определяемых аналитов.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ 24104 и ГОСТ OIML R 76-1 с максимальной нагрузкой не более 200 г и пределом допускаемой погрешности ± 0,2 мг.

Дозаторы одноканальные переменной вместимостью 0,02-0,2, 0,1-1,0, 1-10,0 $см^3$ с характеристиками отклонений объемов доз по ГОСТ 28311.

Микродозаторы с переменным объемом от 0,02 до 0,2 $см^3$, от 0,1 до 1 $см^3$.

Микрошприцы вместимостью 0,01 $см^3$, 0,05 $см^3$, 0,1 $см^3$.

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 для пробирок объемом до 50 мл (концентратор вакуумный центробежный, прибор для упаривания в токе азота или аналогичные устройства).

Лабораторный встряхиватель (вортекс) любого исполнения.

Орбитальный шейкер с регулировкой скорости вращения.

* В Российской Федерации — нормативов по СанПиН 1.2.3685-21 «Гигиенические нормативы и требования к обеспечению безопасности и (или) безвредности для человека факторов среды обитания».

Ультразвуковая ванна с частотой ультразвука не менее 35 kHz и мощностью ультразвука не менее 30 W.

Центрифуга для микропробирок с возможностью поддержания скорости не менее 14 000 g.

Центрифуга для пробирок до 50 $см^3$ и флаконов до 230 $см^3$ с регулировкой скорости вращения и обеспечивающая центробежное ускорение не менее 1790 g.

Ротационный испаритель с возможностью поддержания постоянных температуры в диапазоне от 40 °С до 50 °С и числа оборотов от 60 до 80 $мин^{-1}$.

Сушильный шкаф электрический вентилируемый, обеспечивающий поддержание температуры в диапазоне от 50 °С до 80 °С.

7.3 Реактивы и материалы

Пробирки центрифужные с завинчивающейся крышкой любого объема в диапазоне 10—15 $см^3$.

Пробирки центрифужные с завинчивающейся крышкой любого объема в диапазоне 50—230 $см^3$.

Пробирки лабораторные с завинчивающейся крышкой любого объема в диапазоне 5—10 $см^3$.

Колбы Гр-50(100)(250)-14/23(19/26)(29/32) ТС или К-1-50(100)(250)-14/23(19/26)(29/32) ТС, или О-50(100)(250)-14/23(19/26)(29/32) ТС по ГОСТ 25336

Колбы Кн-1-100(250)(500)(1000)-14/23(29/32) ТС по ГОСТ 25336.

Микроцентрифужные пробирки с защелкивающейся крышкой объемом 2 $см^3$.

Виалы стеклянные объемом 1,5—2 $см^3$.

Вставки в виалы объемом до 0,2 $см^3$ или виалы объемом 0,2—0,5 $см^3$.

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 %).

Глицидил 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 нерафинированные и недезодорированные оливковое масло класса extra virgin, рапсовое, горчичное масло и другие, которые не подвергались нагреву и в которых не обнаружены эфиры 3-МХПД, эфиры 2-МХПД или глицидиловые эфиры.

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

Хлороформ, х.ч. по ГОСТ 20015.

Метанол, х.ч. по ГОСТ 6995.

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

Примечание — Требуемое качество реактива устанавливают по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

Толуол, ч.д.а. по ГОСТ 5789, с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.

Изооктан эталонный по ГОСТ 12433.

Натрия гидроокись, х.ч. или ч.д.а. по ГОСТ 4328.

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

Примечание — Требуемое качество реактива устанавливают по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

Этилацетат, х.ч. по ГОСТ 22300.

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

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

Кислота ортофосфорная, х.ч. по ГОСТ 6552.

Вода для лабораторного анализа по ГОСТ 6709 или по ГОСТ ISO 3696, первой степени чистоты.

Гелий со степенью чистоты не менее 99,9999 %.

Допускается использование других средств измерений с метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования с техническими характеристиками, не уступающими вышеуказанным, а также реактивов и материалов по качеству не ниже вышеуказанных.

8 Отбор проб

8.1 Отбор проб проводят по ГОСТ 26809.1.

8.2 Пробы жидких исследуемых образцов перемешивают путем переворачивания посуды с пробами не менее трех раз или переливания продукта в другую посуду и обратно не менее двух раз.

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

8.4 Пробы сухих исследуемых образцов растирают в ступке, тщательно перемешивая.

9 Приготовление растворов стандартов и контрольной пробы*

9.1 Приготовление раствора внутреннего стандарта 3-МХПД-d5

В виалу с 10 мг (масса, указанная поставщиком) 3-МХПД-d5 вносят 1 $см^3$ метанола, виалу закрывают крышкой, перемешивают на лабораторном встряхивателе до растворения аналита и переносят в мерную колбу на 50 $см^3$. Затем виалу промывают метанолом 3—4 раза, который также переносят в колбу на 50 $см^3$, добавляют 25 $см^3$ метанола, перемешивают (не допуская встряхивания), доводят до метки и снова перемешивают. Переносят 2,5 $см^3$ полученного раствора в мерную колбу на 50 $см^3$, доводят до метки метанолом, перемешивают. Ориентировочная концентрация 3-МХПД-d5 в растворе должна составлять около 10 мкг/$см^3$. Точную концентрацию внутреннего стандарта 3-МХПД-d5 рассчитывают исходя из заявленной производителем чистоты стандарта.

9.2 Приготовление раствора внутреннего стандарта 3-МБПД-d5

В виалу с 1 мг (масса, указанная поставщиком) 3-МБПД-d5 вносят 1 $см^3$ метанола, виалу закрывают крышкой, перемешивают на лабораторном встряхивателе до растворения аналита и переносят в мерную колбу на 50 $см^3$. Затем виалу промывают метанолом 3—4 раза, который также переносят в колбу на 50 $см^3$, добавляют 25 $см^3$ метанола, перемешивают (не допуская встряхивания), доводят до метки и снова перемешивают. 25 $см^3$ полученного раствора переносят в мерную колбу на 50 $см^3$, доводят до метки метанолом, перемешивают. Ориентировочная концентрация полученного 3-МБПД-d5 в растворе должна составлять около 10 мкг/$см^3$. Точную концентрацию внутреннего стандарта 3-МБПД-d5 рассчитывают исходя из заявленной производителем чистоты стандарта.

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 по 1 $см^3$ толуола, виалы закрывают крышкой, перемешивают, не допуская встряхивания, на лабораторном встряхивателе до растворения аналитов и переносят в мерную колбу на 25 $см^3$. Затем виалы промывают толуолом 3—4 раза, который также переносят в ту же колбу на 25 $см^3$, перемешивают, доводят до метки и снова перемешивают. Затем 6,40 $см^3$ полученного раствора 1,2-дипальмитат-3-МХПД-d5 и 1,3-дипальмитат-2-МХПД-d5 переносят в мерную колбу на 25 $см^3$, 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/$см^3$ каждого.

* Для приготовления растворов, указанных в разделе 9, допускается использование стандартов с аналогичными или лучшими характеристиками. При этом приготовление каждого раствора следует корректировать в соответствии с требуемой конечной концентрацией аналита.

Точные концентрации 1,2-дипальмитоил-3-МХПД-d5 и 1,3-дипальмитоил-2-МХПД-d5 рассчитывают исходя из заявленной производителем чистоты стандартов.

9.4 Приготовление совместного раствора 3-МХПД и глицидола для градуировки

Навески 3-МХПД и глицидола по 10,0 ± 0,5 мг каждого количественно переносят в мерную колбу на 100 $см^3$, добавляют 25 $см^3$ метанола, перемешивают до растворения, доводят до метки метанолом (основной стандартный раствор с концентрациями около 100 $мкг/см^3$) и снова перемешивают. 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

9.5.1 В мерную колбу на 100 $см^3$ отвешивают 10 ± 0,5 мг 1,3-дипальмитоил-2-МХПД, добавляют 25 $см^3$ толуола, перемешивают, доводят до метки и снова перемешивают. Допустимо отбирать навеску на кусочек фольги и количественно переносить ее в колбу с помощью толуола.

9.5.2 В виалу с 10 мг (масса, указанная поставщиком) 1,2-дипальмитоил-3-МХПД вносят 1 $см^3$ толуола, виалу закрывают крышкой, перемешивают на лабораторном встряхивателе до растворения аналита и переносят в ту же колбу на 100 $см^3$ с 1,3-дипальмитоил-2-МХПД. Затем виалу промывают толуолом 3—4 раза, который также переносят в указанную колбу, добавляют около 25 $см^3$ 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 $мкг/см^3$ соответственно. Раствор данной концентрации используют также для приготовления контрольной пробы по 9.7.

9.5.3 В мерную колбу на 25 $см^3$ отбирают 6,65 $см^3$ 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 $мкг/см^3$ каждого, что эквивалентно 5 $мкг/см^3$ 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 раствора глицидил пальмитата для контрольной пробы

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

Примечание — Растворы, приготовленные согласно 9.1—9.6, могут храниться в морозильной камере при температуре не выше минус 18 °С в течение по меньшей мере двенадцати месяцев. При необходимости емкость с раствором допустимо помещать в ультразвуковую баню, чтобы гарантировать полное растворение аналита.

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

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

9.7.2 В лабораторную пробирку на 5—10 $см^3$ на аналитических весах вносят 0,08 $см^3$ совместного раствора 1,2-дипальмитоил-3-МХПД, 1,3-дипальмитоил-2-МХПД с концентрацией около 100 $мкг/см^3$ по 9.5.2 и 0,07 $см^3$ раствора глицидил пальмитата по 9.6.

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

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

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

9.7.6 Ориентировочные эквивалентные концентрации 3-МХПД, 2-МХПД и глицидола в полученном масляном растворе должны составлять около 0,5 мг/кг каждого. Точные эквивалентные концен-

трации 3-МХПД, 2-МХПД и глицидола рассчитывают исходя из заявленной производителем чистоты стандартов и итоговой массы содержимого пробирки с контрольной пробой.

10 Приготовление растворов реактивов

10.1 Приготовление раствора гидроксида натрия 0,25 %-ного

Навеску (250,0 ± 0,5) мг гидроксида натрия количественно помещают в мерную колбу на 100 см^3, добавляют 50 см^3 метанола, перемешивают, доводят до метки и снова перемешивают (возможно неполное растворение реактива). Раствор хранят при температуре от минус 22 °С до минус 25 °С в течение двух месяцев. При подготовке проб используют раствор комнатной температуры.

10.2 Приготовление раствора бромида натрия 55 %-ного

Навеску (55,0 ± 0,5) г бромида натрия количественно помещают в мерную колбу на 100 см^3, добавляют 85 см^3 воды деионизированной, перемешивают до полного растворения, доводят водой деионизированной до метки, перемешивают. К приготовленному раствору добавляют 0,33 см^3 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 0,6 см^3 этого раствора добавляют 0,5 см^3 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/об)

Смешивают 40 см^3 диэтилового эфира и 60 см^3 этилацетата в конической колбе на 250 см^3. Смесь готовят непосредственно перед использованием.

Примечание — Для экономии растворителей целесообразно готовить такой объем смеси, который соответствует количеству одновременно исследуемых проб жира.

10.4 Приготовление насыщенного раствора фенилборной кислоты

Навеску 1 г фенилборной кислоты количественно помещают в мерную колбу на 50 см^3, добавляют 0,1 см^3 воды деионизированной, добавляют 25 см^3 диэтилового эфира, перемешивают, доводят до метки диэтиловым эфиром и снова перемешивают. Для дериватизации используют только чистую надосадочную жидкость. Раствор хранят при температуре от минус 22 °С до минус 25 °С в течение двух месяцев.

10.5 Приготовление смеси хлороформа и метанола 2:1 (об/об)

В коническую колбу на 1000 см^3 вносят 300 см^3 хлороформа и 150 см^3 метанола и тщательно, но осторожно, перемешивают. Смесь готовят непосредственно перед использованием.

Примечание — Для экономии растворителей целесообразно готовить такой объем смеси, который соответствует количеству одновременно исследуемых продуктов.

11 Приготовление градуировочных растворов

11.1 Градуировочные растворы совместного разведения 3-МХПД и глицидола

Из раствора, приготовленного по 9.4, путем последовательных разведений готовят рабочие стандартные растворы 3-МХПД и глицидола с концентрациями 0,05 мкг/см^3, 0,1 мкг/см^3, 0,30 мкг/см^3, 0,6 мкг/см^3 и 1,00 мкг/см^3. Точные концентрации 3-МХПД и глицидола рассчитывают исходя из заявленной производителем чистоты стандартов.

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

Из раствора, приготовленного по 9.5, путем последовательных разведений готовят рабочие стандартные растворы 1,2-дипальмитоил-3-МХПД и 1,3-дипальмитоил-2-МХПД с концентрациями, эквивалентными концентрациям свободных 3-МХПД и 2-МХПД 0,05 мкг/см^3, 0,1 мкг/см^3, 0,30 мкг/см^3,

0,6 мкг/см^3 и 1,00 мкг/см^3. Точные концентрации 1,2-дипальмитоил-3-МХПД и 1,3-дипальмитоил-2-МХПД рассчитывают исходя из заявленной производителем чистоты стандартов.

Примечание — Растворы, приготовленные согласно 11.1 и 11.2, могут храниться в морозильной камере при температуре не выше минус 18 °С в течение по меньшей мере шести месяцев. При необходимости емкость с раствором допустимо помещать в ультразвуковую баню, чтобы гарантировать полное растворение аналита.

11.3 Приготовление градуировочных растворов проб А и Б

11.3.1 В центрифужные пробирки градуировочных проб А на 10—15 см^3 дозируют по 0,6 см^3 рабочих стандартных совместных растворов 3-МХПД и глицидола, приготовленных по 11.1, и добавляют по 0,05 см^3 растворов 3-МХПД-d5 по 9.1 и 3-МБПД-d5 по 9.2.

11.3.2 В центрифужные пробирки градуировочных проб Б на 10—15 см^3 дозируют по 0,6 см^3 рабочих стандартных совместных растворов 1,2-дипальмитоил-3-МХПД и 1,3-дипальмитоил-2-МХПД, приготовленных по 11.2 и добавляют по 0,1 см^3 совместного раствора 1,2-дипальмитоил-3-МХПД-d5 и 1,3-дипальмитоил-2-МХПД-d5 по 9.3.

11.3.3 Подготовку градуировочных проб А осуществляют аналогично 12.2 начиная с 12.2.6.

11.3.4 Подготовку градуировочных проб Б осуществляют аналогично 12.2 начиная с 12.2.4.

12 Приготовление проб

12.1 Экстракция жира

12.1.1 Отобранный и гомогенизированный по разделу 8 образец продукта отвешивают в центрифужную пробирку подходящего объема*. Навеску образца выбирают таким образом, чтобы после упаривания и досушивания растворителя получилось около 1 г жира.

12.1.2 К образцу приливают смесь хлороформ:метанол по 10.5 (первая экстракция) соответственно массе навески. Соотношение массы навески и требуемого объема растворителя должно составлять 1:10 (см. приложение А).

12.1.3 Центрифужную пробирку слегка встряхивают и перемешивают на орбитальном шейкере в течение не менее 1,5 ч.

12.1.4 Затем к образцу приливают дистиллированную воду (количество воды должно составлять треть объема смеси растворителей с учетом содержания воды в образце, см. приложение А), осторожно перемешивают и центрифугируют в течение 5 мин при не менее 1790 g.

12.1.5 Нижний (хлороформный) слой отбирают в предварительно взвешенные круглодонные или грушевидные колбы. В центрифужную пробирку вносят соответствующее первой экстракции количество хлороформа (см. приложение А), мешают и центрифугируют в течение 5 мин при не менее 1790 g.

12.1.6 Объединенные хлороформные экстракты упаривают на роторном испарителе. Колбы с полученным жиром помещают в сушильный шкаф при температуре не выше 80 °С на 10—15 мин. Первое взвешивание проводят после высушивания в течение 10—15 мин, последующие взвешивания — после 10 мин высушивания. Постоянная масса считается достигнутой, если уменьшение массы при двух последовательных взвешиваниях не превышает 0,0005 г.

Примечания

1 Описанный метод экстракции жира не отменяет рекомендацию проводить отдельное измерение содержания жира и не может быть использован для определения содержания жира в исследуемом продукте. Определение содержания жира следует проводить по ГОСТ 33925 или ГОСТ 30648.1.

2 Не допускается использование методов кислотного гидролиза, кипячения или иных методов «жесткой» экстракции жира из продукта для последующего определения эфиров МХПД и глицидиловых эфиров в детском питании.

3 Номинальную вместимость лабораторной посуды подбирают в зависимости от навески образца продукта и необходимых объемов растворителей.

* При необходимости отбора большой навески (более 15 гр), например жидких продуктов, рекомендуется использовать несколько центрифужных пробирок на одну исследуемую пробу. При этом отобранный хлороформ из всех пробирок объединяют в одной колбе подходящего объема для упаривания.

12.2 Подготовка проб экстрагированного жира

12.2.1 Взвешивают (100 ± 20) мг жира в две центрифужные пробирки на 10—15 $см^3$ (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 температуре от 50 до 80 °С до расплавления. Пробы перемешивают стеклянной палочкой и отбирают необходимое количество в пробирки для анализа.

12.2.2 К пробе А добавляют по 0,05 $см^3$ растворов внутренних стандартов 3-МХПД-d5 и 3-МБПД-d5, приготовленных по 9.1 и 9.2 соответственно.

12.2.3 К пробе Б добавляют 0,1 $см^3$ совместного раствора 1,2-дипальмитоил-3-МХПД-d5 и 1,3-дипальмитоил-2-МХПД-d5 по 9.3.

12.2.4 Далее подготовку проб А и Б осуществляют следующим образом.

К пробам добавляют 0,75 $см^3$ диэтилового эфира и перемешивают до полного растворения образца. Раствор помещают в морозильную камеру с температурой не менее минус 25 °С на 30 мин (для предотвращения образования глицидола из МХПД в щелочной среде).

Примечание — Перед добавлением растворов внутренних стандартов и эфира навеску жира можно погреть для ускорения растворения (при температуре от 50 до 80 °С). Пробирку с жиром, добавленными внутренними стандартами и эфиром греть не рекомендуется ввиду быстрого испарения растворителей.

12.2.5 Не дожидаясь размораживания проб, добавляют 0,5 $см^3$ метанольного гидроксида натрия комнатной температуры по 10.1, перемешивают и помещают в морозильную камеру с температурой не менее минус 25 °С на 16 ч.

12.2.6 Не дожидаясь размораживания проб, добавляют 0,6 $см^3$ подкисленного раствора бромида натрия по 10.2 для прекращения реакции и перемешивают.

12.2.7 Верхний слой упаривают без нагревания на центрифужном концентраторе.

12.2.8 К пробам добавляют по 0,6 $см^3$ гексана и перемешивают. Дают отстояться до расслоения (можно центрифугировать) и удаляют верхний слой. Повторяют этот этап еще один раз.

12.2.9 Добавляют 0,9 $см^3$ смеси диэтилового эфира: этилацетата по 10.3, перемешивают и дают отстояться до расслоения. Верхний слой отбирают в другую центрифужную пробирку на 10 или 15 $см^3$. Экстракцию повторяют еще раз.

12.2.10 К полученным экстрактам добавляют 0,3 $см^3$ раствора ФБК по 10.4, перемешивают и дают отстояться около 15 мин для дериватизации.

12.2.11 Раствор упаривают до полного высыхания на центрифужном концентраторе и добавляют 1 $см^3$ изооктана. Допускается использовать бóльшие объемы растворителя.

12.2.12 Пробы помещают в ультразвуковую баню на время, необходимое для разбиения белесого осадка, после чего содержимое пробирок переносят в микроцентрифужные пробирки на 2 $см^3$ и центрифугируют со скоростью не менее 15 700 g в течение 5 мин.

12.2.13 Около 0,8 $см^3$ чистой надосадочной жидкости переносят в виалу для газохроматографического анализа.

Примечания

1 Допустимо использовать вставки в виалы объемом до 0,2 $см^3$ или виалы объемом 0,2—0,5 $см^3$, для уменьшения используемого объема раствора.

2 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: температура воздуха 20 ± 5 °С, 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 1.

Таблица 1 — Основные параметры работы хромато-масс-спектрометра

Название параметра/блока хромато-масс-спектрометра	Режим работы параметра/блока
Температурная программа	Начальная температура 60 °С, 5 °С/мин до 190 °С, 20 °С/мин до 280 °С, задержка 5 мин, по окончании 300 °С 5 мин
Режим работы инжектора	Без деления потока
Температура инжектора	250 °С
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 °С
Температура источника ионизации	230 °С
Температура квадруполя	150 °С

Рекомендуется следующий порядок ввода пробы:

1) не менее 5 раз промыть микрошприц гексаном или изооктаном;
2) 2 раза промыть микрошприц вводимой пробой;
3) удалить пузырьки воздуха;
4) ввести 1 мм^3 пробы в хроматограф и начать анализ;
5) не менее 5 раз промыть микрошприц гексаном или изооктаном.

Работу проводят в режиме мониторинга выбранных реакций, при этом устанавливают параметры для переходов, представленные в таблице 2. Первый ион-фрагмент соответствующего аналита используют для количественного расчета, второй является подтверждающим.

Таблица 2 — Примеры параметров режима мониторинга выбранных реакций*

Аналит	Ион-предшественник, m/z	Ион-фрагмент, m/z	Энергия соударения, eB	Временной сегмент
3-МХПД	196	147	10	1 (15,0—18,4 мин)
	198	147	5	
3-МХПД-d5	201	150	10	
	203	150	5	
2-МХПД	196	104	25	2 (18,4—19,5 мин)
	198	104	15	
2-МХПД-d5	201	107	10	
	203	107	10	
3-МБПД	240	147	5	3 (19,5—23,0 мин)
	242	147	10	
3-МБПД-d5	245	150	5	
	247	150	10	

* 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.

Примеры получаемых хроматограмм по отдельным ионным переходам всех аналитов приведены в приложении Б.

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 согласно разделу 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 можно проводить при помощи программы обработки данных ГХ-МС/МС или при помощи программы для работы с электронными таблицами. При построении графиков допустимо применять алгоритм программного взвешивания градуировочной кривой 1/x.

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 массы аналитов G_n по градуировке во вводимой в хромато-масс-спектрометр пробе

$$G_n = \frac{\frac{S_i}{S_{is}} + b}{a} \cdot C_{is}, \quad (1)$$

где G_n — масса эфиров исследуемого аналита во вводимой в хромато-масс-спектрометр пробе, рассчитанная по градуировке, выраженное в виде свободного вещества, мкг;

S_i — площадь пика исследуемого аналита на хроматограмме;

S_{is} — площадь пика соответствующего стандарта на хроматограмме;

C_{is} — концентрация соответствующего внутреннего стандарта;

a — угловой коэффициент наклона градуировочной кривой;

b — свободный коэффициент сдвига градуировочной кривой.

14.2 Расчет содержания эфиров жирных кислот 3-МХПД в пересчете на 3-МХПД

$$C_{\text{3-МХПД(Б)}} = \frac{G_1 \cdot 0{,}6}{m_{\text{Б}}}, \quad (2)$$

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

$$C_{\text{3-МХПД(жир)}} = \frac{C_{\text{3-МХПД(Б)}}}{k_{\text{извлеч. 3-МХПД}}}, \quad (4)$$

$$C_{\text{3-МХПД(смесь)}} = \frac{C_{\text{3-МХПД(жир)}} \cdot \omega_{\text{жира}}}{100\ \%}, \quad (5)$$

где $C_{\text{3-МХПД (Б)}}$ — 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, выраженное в виде свободного 3-МХПД, мкг;

0,6 — поправка на объем дозирования калибровочных проб;

$m_Б$ — масса навески в пробе Б, г;

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

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

$C_{\text{3-МХПД (теоретическая концентрация)}}$ — 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 9.7, выраженная в виде свободного 3-МХПД, мг/кг;

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

$C_{\text{3-МХПД (смесь)}}$ — окончательное содержание эфиров жирных кислот 3-МХПД в пересчете на 3-МХПД, мг/кг исследуемого продукта;

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

Примечание — Для расчетов в каждом отдельном продукте предпочтительно использовать содержание жира, которое было предварительно измерено по ГОСТ 33925 или ГОСТ 30648.1. В случае невозможности провести измерение содержания жира допустимо использовать заявленное (маркируемое) производителем содержание жира. При этом протокол исследований должен содержать информацию о том, измеренное или заявленное значение было использовано в расчетах.

14.3 Расчет содержания эфиров жирных кислот 2-МХПД в пересчете на 2-МХПД

$$C_{\text{2-МХПД(Б)}} = \frac{G_2 \cdot 0{,}6}{m_Б}, \quad (6)$$

$$k_{\text{извлеч. 2-МХПД}} = \frac{C_{\text{2-МХПД(Б, контрольная проба)}}}{C_{\text{2-МХПД(теоретическая концентрация)}}}, \quad (7)$$

$$C_{\text{2-МХПД(жир)}} = \frac{C_{\text{2-МХПД(Б)}}}{k_{\text{извлеч. 2-МХПД}}}, \quad (8)$$

$$C_{\text{2-МХПД(смесь)}} = \frac{C_{\text{2-МХПД(жир)}} \cdot \omega_{\text{жира}}}{100\ \%}, \quad (9)$$

где $C_{\text{2-МХПД (Б)}}$ — 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, выраженная в виде свободного 2-МХПД, мкг;

0,6 — поправка на объем дозирования калибровочных проб;

$m_Б$ — масса навески в пробе Б, г;

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

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

$C_{\text{2-МХПД (теоретическая концентрация)}}$ — 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 9.7, выраженная в виде свободного 2-МХПД, мг/кг;

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

$C_{2\text{-МХПД (смесь)}}$ — окончательное содержание эфиров жирных кислот 2-МХПД в пересчете на 2-МХПД, мг/кг исследуемого продукта;

$\omega_{жира}$ — % содержания жира в продукте.

Примечание — Для расчетов в каждом отдельном продукте предпочтительно использовать содержание жира, которое было предварительно измерено по ГОСТ 33925 или ГОСТ 30648.1. В случае невозможности провести измерение содержания жира допустимо использовать установленное (маркируемое) производителем содержание жира. При этом протокол исследований должен содержать информацию о том, измеренное или заявленное значение было использовано в расчетах.

14.4 Расчет содержания глицидиловых эфиров в пересчете на глицидол

$$C_{\text{3-МХПД(А)}} = \frac{G_3 \cdot 0{,}6}{m_A}, \quad (10)$$

$$C_{\text{глицидол(А)}} = \frac{G_4 \cdot 0{,}6}{m_A}, \quad (11)$$

$$C_{\text{глицидол (Б)}} = \frac{C_{\text{3-МХПД (Б)}} \cdot C_{\text{глицидол (А)}}}{C_{\text{3-МХПД (А)}}}, \quad (12)$$

$$k_{\text{извлеч. глицидол}} = \frac{C_{\text{глицидол (Б, контрольная проба)}}}{C_{\text{глицидол (теоретическая концентрация)}}}, \quad (13)$$

$$C_{\text{глицидол (жир)}} = \frac{C_{\text{глицидол (Б)}}}{k_{\text{извлеч. глицидол}}}, \quad (14)$$

$$C_{\text{глицидол (смесь)}} = \frac{C_{\text{глицидол (жир)}} \cdot \omega_{жира}}{100\ \%}, \quad (15)$$

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

m_A — масса навески в пробе 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 глицидиловых эфиров в пробе А, выраженное в виде свободного глицидола, мг/кг;

G_4 — масса глицидиловых эфиров во вводимой в хромато-масс-спектрометр пробе А, рассчитанная по градуировке, выраженная в виде свободного глицидола, мкг;

0,6 — поправка на объем дозирования калибровочных проб;

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

$C_{\text{глицидол (теоретическая концентрация)}}$ — теоретическая концентрация глицидиловых эфиров в контрольной пробе, рассчитанная по итоговой массе контрольной пробы, приготовленной по 9.7, и концентрации внесенного раствора глицидол пальмитата, приготовленного по 9.6, выраженная в виде свободного глицидола, мг/кг;

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

$C_{\text{глицидол (смесь)}}$ — окончательное содержание глицидиловых эфиров жирных кислот в пересчете на глицидол, мг/кг исследуемого продукта;

$\omega_{жира}$ — % содержания жира в продукте.

Примечание — Для расчетов в каждом отдельном продукте предпочтительно использовать содержание жира, которое было предварительно измерено по ГОСТ 33925 или ГОСТ 30648.1. В случае невозможности провести измерение содержания жира допустимо использовать установленное (маркируемое) производителем содержание жира. При этом протокол исследований должен содержать информацию о том, измеренное или заявленное значение было использовано в расчетах.

14.5 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.

$$A_{\text{Нов. 3-МБПД-d5(А)}} = \frac{A_{\text{3-МБПД-d5(Б)}} \cdot A_{\text{3-МБПД-d5(А)}}}{A_{\text{3-МБПД-d5(Б)}}}, \quad (16)$$

$$C_{\text{Нов. 3-МБПД-d5(А)}} = \frac{A_{\text{Нов. 3-МБПД-d5(А)}} \cdot C_{\text{3-МБПД-d5(А)}}}{A_{\text{3-МБПД-d5(А)}} - A_{\text{Нов. 3-МБПД-d5(А)}}}, \quad (17)$$

$$C_{\text{глицидол (А, скорр)}} = C_{\text{глицидол (А)}} - \frac{C_{\text{Нов. 3-МБПД-d5(А)}} \cdot C_{\text{глицидол(А)}}}{C_{\text{Нов. 3-МБПД-d5(А)}} + C_{\text{3-МХПД-d5(А)}}}, \quad (18)$$

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

$A_{\text{3-МБПД-d5(Б)}}$ — площадь пика фенилборного производного 3-МБПД-d5 в пробе Б;

$A_{\text{3-МБПД(А)}}$ — площадь пика фенилборного производного 3-МБПД в пробе А;

$A_{\text{3-МБПД(Б)}}$ — площадь пика фенилборного производного 3-МБПД в пробе Б;

$C_{\text{Нов. 3-МБПД-d5 (А)}}$ — расчетная концентрация 3-МБПД-d5, образовавшегося из 3-МХПД-d5 в пробе А, мкг/мл;

$C_{\text{3-МБПД-d5(А)}}$ — концентрация стандарта 3-МБПД-d5 в пробе А, мкг/мл;

$A_{\text{3-МБПД-d5(А)}}$ — площадь пика фенилборного производного стандарта 3-МБПД-d5 в пробе А;

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

$C_{\text{3-МХПД-d5(А)}}$ — концентрация стандарта 3-МХПД-d5 в пробе А, мкг/мл.

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

14.6 Выражение результатов

Результат определения представляет собой:

- содержание эфиров жирных кислот 3-МХПД в пересчете на 3-МХПД, мг/кг исследуемого продукта, рассчитанное по формуле (5),
- содержание эфиров жирных кислот 2-МХПД в пересчете на 2-МХПД, мг/кг исследуемого продукта, рассчитанное по формуле (9),
- содержание глицидиловых эфиров жирных кислот в пересчете на глицидол, мг/кг исследуемого продукта, рассчитанное по формуле (15).

Результат анализа представляют в виде

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

где C — итоговый результат, рассчитанный с точностью до второго десятичного знака, мг/кг исследуемого продукта;

δ — значение относительной погрешности измерений, %.

15 Метрологические характеристики методики

Метрологические параметры методики приведены в таблице 3.

Таблица 3 — Метрологические параметры методики

Аналит	Диапазон определяемого содержания, мг/кг продукта	Показатель точности (границы относительной погрешности, δ, P = 0,95), ± %	Относительное стандартное отклонение предела повторяемости, R_r, %	Относительное стандартное отклонение предела воспроизводимости, RR, %
Эфиры жирных кислот 3-МХПД в пересчете на 3-МХПД (сухие смеси)	0,03—2,10	19,0	3,3	9,0
Эфиры жирных кислот 3-МХПД в пересчете на 3-МХПД (жидкие смеси)	0,003—0,600	32,6	3,5	15,4
Эфиры жирных кислот 2-МХПД в пересчете на 2-МХПД (сухие смеси)	0,03—2,10	13,8	1,9	6,5
Эфиры жирных кислот 2-МХПД в пересчете на 2-МХПД (жидкие смеси)	0,003—0,600	9,2	3,5	4,3
Глицидиловые эфиры жирных кислот в пересчете на глицидол (сухие смеси)	0,03—2,10	42,3	9,3	10,3
Глицидиловые эфиры жирных кислот в пересчете на глицидол (жидкие смеси)	0,003—0,600	56,6	11,6	26,7

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

$$|X_1 - X_2| \le 0{,}01 r X_{ср}, \quad (19)$$

где $X_{ср}$ — величина среднего арифметического между X_1 и X_2, мг/кг;

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

Для вероятности 0,95 предел повторяемости рассчитывают по формуле

$$r = 2{,}77\ R_r X_{ср}/100\ , \quad (20)$$

где R_r — относительное стандартное отклонение предела повторяемости, %;

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

15.2 Воспроизводимость

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

$$|X_1 - X_2| \le 0{,}01 R X_{ср}, \quad (21)$$

где $X_{ср}$ — величина среднего арифметического между X_1 и X_2, мг/кг;

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

Для вероятности 0,95 предел воспроизводимости рассчитывают по формуле

$$R = 2{,}77RRX_{ср}/100, \quad (22)$$

где RR — относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %.

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

Приложение А
(справочное)

Определение объема растворителей для экстракции жира в зависимости от навески исследуемого продукта

Определение объема растворителей приведено в таблице А.1.

Таблица А.1

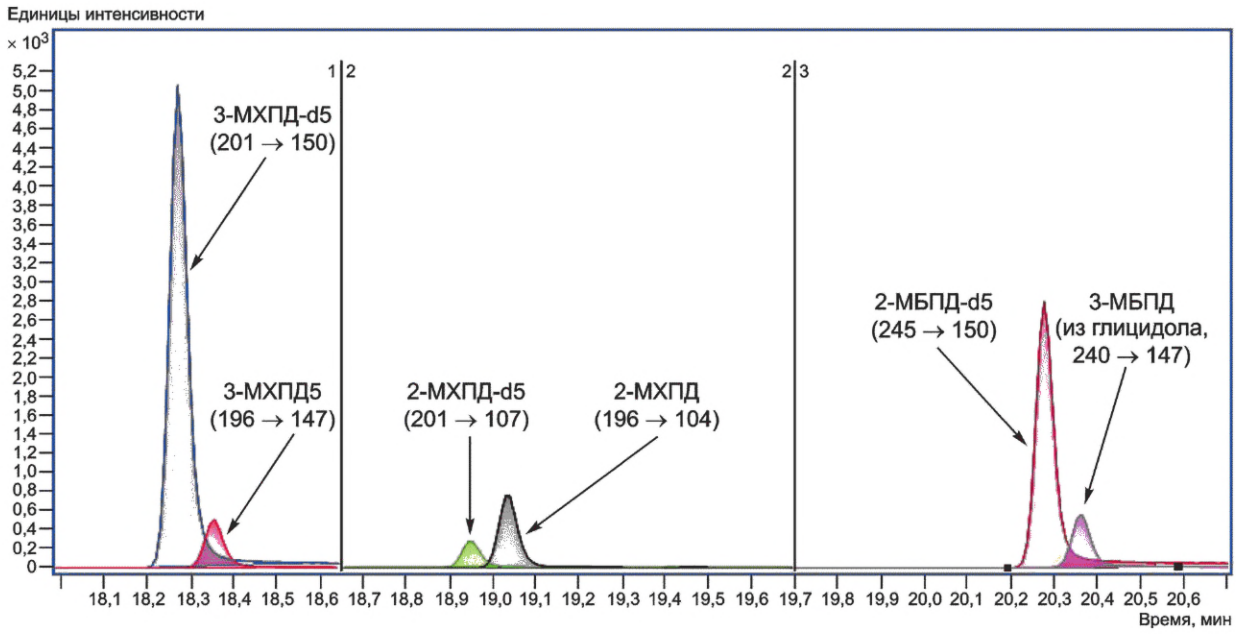
Тип продукта	Масса навески, г	Объем смеси хлороформ:метанол для первой экстракции, $см^3$	Объем воды, $см^3$	Объем хлороформа для второй экстракции, $см^3$
Сухой	3	30	10	20
Сухой	4	40	13	27
Сухой	5	50	17	33
Жидкий	10	100	23*	67
Жидкий	15	150	35*	100

* Объем воды приведен за вычетом округленного объема жидкости навески исследуемого образца, т. е. для навески массой 10 г и объема смеси хлороформ:метанол 100 $см^3$ необходимое количество воды будет 33 − 10 = 23 $см^3$.

Приложение Б
(справочное)

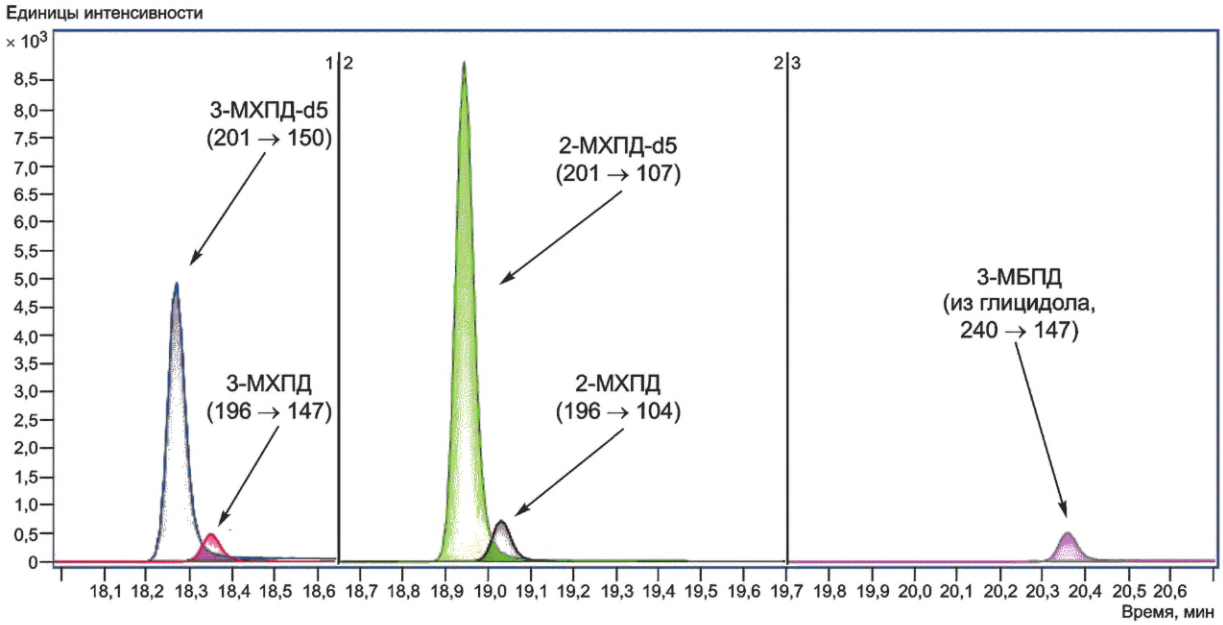
Пример хроматограмм, полученных при анализе контрольной пробы масла с известной концентрацией 2-МХПД, 3-МХПД и глицидола 0,5 мг/кг каждого

Пример хроматограмм контрольной пробы масла приведен на рисунках Б.1 и Б.2.



Примечание — В скобках приведены переходы, по которым отображены пики соответствующих аналитов. Вертикальными линиями отмечены границы временных сегментов.

Рисунок Б.1 — Хроматограмма пробы А



Примечание — В скобках приведены переходы, по которым отображены пики соответствующих аналитов. Вертикальными линиями отмечены границы временных сегментов.

Рисунок Б.2 — Хроматограмма пробы Б

УДК 613.221: 543.421:006.354 МКС 67.050

Ключевые слова: адаптированные молочные смеси, напитки для детей раннего возраста, смеси и напитки диетического профилактического и диетического лечебного питания, эфиры монохлорпропандиолов жирных кислот, глицидиловые эфиры жирных кислот, глицидол, длительная щелочная переэтерификация, газовая хроматография, тандемная масс-спектрометрия

Редактор *Н.А. Аргунова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *И.Ю. Литовкиной*

Сдано в набор 02.10.2023. Подписано в печать 11.10.2023. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч-изд. л. 2,40.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Поправка к ГОСТ 34988—2023 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

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

(ИУС № 4 2024 г.)

gost.e-ecolog.ru