ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

Балалар тағамына және ересектерге арналған қоспалар

УЛЬТРАЖОҒАРЫ ТИІМДІЛІКТІ СҰЙЫҚТЫҚ ХРОМАТОГРАФИЯСЫ ЖӘНЕ ТАНДЕМ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ (UHPLC-MS/MS) АРҚЫЛЫ ПАНТОТЕН ҚЫШҚЫЛЫНЫҢ МӨЛШЕРІН АНЫҚТАУ

Смеси для детского питания и взрослых

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ПАНТОТЕНОВОЙ КИСЛОТЫ С ПОМОЩЬЮ УЛЬТРАВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ И ТАНДЕМНОЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ (UHPLC-MS/MS)

ҚР СТ ISO 20639–2016

(ISO 20639:2015 Infant formula and adult nutritionals – Determination of pantothenic acid by ultra high performance liquid chromatography and tandem mass spectrometry method (UHPLC-MS/MS), IDT)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Инвестициялар және даму министрлігі
Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

Балалар тағамына және ересектерге арналған қоспалар

УЛЬТРАЖОҒАРЫ ТИІМДІЛІКТІ СҰЙЫҚТЫҚ ХРОМАТОГРАФИЯСЫ ЖӘНЕ ТАНДЕМ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ (UHPLC-MS/MS) АРҚЫЛЫ ПАНТОТЕН ҚЫШҚЫЛЫНЫҢ МӨЛШЕРІН АНЫҚТАУ

ҚР СТ ISO 20639–2016

(ISO 20639:2015 Infant formula and adult nutritionals – Determination of pantothenic acid by ultra high performance liquid chromatography and tandem mass spectrometry method (UHPLC-MS/MS), IDT)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Инвестициялар және даму министрлігі
Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)

Астана

Алғысөз

1 «Kazakhstan Business Solution» жауапкершілігі шектеулі серіктестігі (ТК 91 «Химия» стандарттау жөніндегі техникалық комитеті) **ӘЗІРЛЕП ЕНГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы Инвестициялар және даму министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті Төрағасының 2016 жылғы 23 қарашадағы № 296-од бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт ISO 20639:2015 Infant formula and adult nutritionals – Determination of pantothenic acid by ultra high performance liquid chromatography and tandem mass spectrometry method (UHPLC-MS/MS) (Балалардың тамақтануына және ересектерге арналған қоспалар. Тиімділігі ультражоғары сұйықтық хроматография мен тандемді масс-спектрометрияның (UHPLC-MS/MS) көмегімен пантотен қышқылының мөлшерін анықтау) халықаралық стандартына сәйкес келеді

Халықаралық стандартты AOAC INTERNATIONAL қауымдастығымен бірлесіп ISO/TC 34 «Тамақ өнімдері» техникалық комитеті әзірледі.

Ағылшын тілінен аударылған (en).

Осы ұлттық стандарт халықаралық стандарттың ресми нұсқасы негізінде әзірленді және осында берілген сілтемелер Нормативтік техникалық құжаттардың бірыңғай мемлекеттік қорында бар.

Ресми нұсқа дегеніміз мемлекеттік және орыс тілдеріндегі мәтін болып табылады

Сәйкестік деңгейі – бірдей (IDT).

4 Осы стандартта Қазақстан Республикасының «Техникалық реттеу туралы» 2004 жылғы 9 қарашадағы № 603-II, «Қазақстан Республикасындағы тілдер туралы» 1997 жылғы 11 шілдедегі № 151 Заңдарының нормалары іске асырылды

5 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ 2023 жылы
ТЕКСЕРУДІҢ КЕЗЕҢДІЛІГІ 5 жыл

6 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандартқа енгізілген өзгерістер туралы ақпарат «Стандарттау бойынша нормативтік құжаттар» сілтемесінде, ал өзгеріс мәтіні «Мемлекеттік стандарттар» ай сайынғы ақпараттық сілтемесінде жарияланады. Осы стандарт қайта қаралған (жойылған) немесе ауыстырылған жағдайда тиісті ақпарат «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық сілтемесінде жарияланады.

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Инвестициялар және даму министрлігі Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатынсыз ресми басылым ретінде Қазақстан Республикасы аумағында толықтай немесе бөлшектеліп басылып шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

Балалар тағамына және ересектерге арналған қоспалар

УЛЬТРАЖОҒАРЫ ТИІМДІЛІКТІ СҰЙЫҚТЫҚ ХРОМАТОГРАФИЯСЫ ЖӘНЕ ТАНДЕМ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ (UHPLC-MS/MS) АРҚЫЛЫ ПАНТОТЕН ҚЫШҚЫЛЫНЫҢ МӨЛШЕРІН АНЫҚТАУ

Енгізілген күні 2018-01-01

Ескертпе – Осы стандартты пайдалану қауіпті материалдар мен операцияларды қамтуы мүмкін. Осы стандарт оны пайдаланумен байланысты барлық қауіпсіздік шараларын сипаттау үшін арналмаған. Сәйкес қауіпсіздік техникасы шараларын, денсаулықты қорғау бойынша шараларды белгілеу, осы стандартты пайдалану басталғанға дейінгі нұсқаулықты қолдану шегін анықтау үшін барлық жауаптылық стандартты пайдаланушыда болады.

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт тиімділігі жоғары сұйықтық хроматография мен тандемді масс-спектрометрияны (UHPLC-MS/MS) пайдаланып балалар тағамы мен ересектерге арналған қоспадағы (яғни, ұнтақтағы), байланысқан пішінді қоспағанда, пантотенді қышқыл мөлшерін сандық анықтау әдісін белгілейді.

2 Терминдер мен анықтамалар

Осы стандартта тиісті анықтамалары бар мынадай терминдер қолданылады:

2.1 Ересектерге арналған қоспа (adult nutritional): Қорек құндылығы бойынша балансталған, сүт, соя, күріш, сүт сарысуы, гидролизденген белок, крахмал мен түрі өзгермеген белокты қосып немесе қоспай амин қышқылынан жасалған, қоректенудің жалғыз көзін білдіруі мүмкін, сұйық күйінде тұтынатын, арнайы әзірленген тамақ өнімдері.

2.2 Адапталған немесе жартылай адапталған бастапқы немесе соңғы сүт қоспалары (infant formula): Өмірінің бірінші айынан бастап тиісті тамақты қолдану күніне дейін (72-1981 [1] Стандарт Кодексіне сәйкес) тамақтануда сәбилердің қажеттілігін қанағаттандыру үшін арнайы дайындалған емшектегі сүттің жасанды алмастырғышы.

3 Әдістің мәні

Пантотен қышқылы 0,4 моль/л шоғырлануы бар аммоний ацетатының буферлі ерітіндісінің көмегімен шығарылады. Сүзгеннен кейін соңғы ерітіндіні тиімділігі жоғары ультра сұйықтық хроматография мен тандемді масс-спектрометрия (UHPLC-MS/MS) әсеріне ұшыратылады.

4 Реагенттер мен заттар

Егер өзгелей жазылмаса, зерттеу кезінде белгілі аналитикалық тазалық деңгейі бар реагенттер мен тазартылған немесе минералсызданған суды немесе балама тазалық деңгейі бар суды пайдаланады.

4.1 Стандартты ертінділер

4.1.1 Кальций D-пантотенаты, Sigma[1)] немесе балама CAS 137-08-6.

4.1.2 Кальций пантотенаты – [$^{13}C_6$, $^{15}N_2$], IsoSciences[1)] немесе балама CAS 356786-94-2.

4.2 Альфа-амилаза, Sigma A3176[1)], шошқаның ұйқы безінен жасалған, шамамен 25 ед/мг немесе оның баламасы .

4.3 Еріткіштер

4.3.1 Ацетонитрил, деңгейі LC немесе балама.

4.4 Аммоний ацетаты, тазалық деңгейі ACS стандартына сәйкес келеді, 98 %-дан артық (Fluka 9690)[1)].

4.5 Сіркесу қышқылы, тазалық деңгейі ACS стандартына сәйкес келеді.

4.6 Құмырсқа қышқылы, тазалық деңгейі ACS стандартына сәйкес келеді.

4.7 Судағы 1 % құмырсқа қышқылы, тазалық деңгейі ACS стандартына сәйкес келеді.

4.8 Стандартты ерітіндіні дайындау

4.8.1 Пантотен қышқылының негізгі ерітіндісі (РА), ρ = 250 мкг/мл. Сыйымдылығы 200 мл өлшеуіш құтыда 54,5 мг кальций пантотенатын өлшеу (5.1.1 қара) жеткізушінің сертификатында берілген ылғалдылық деңгейін назарға алу керек немесе 105 °С кезінде өзгермеген массаға дейін кептіру қажет) және сумен қажетті көлемге дейін жеткізу қажет. Аликвотаны минус 20 °С температурада сақтайды.

4.8.2 Пантотен қышқылының аралық ерітіндісі, ρ = 10 мкг/мл. 1 мл негізгі ертіндіні РА (5.8.1 қара) сыйымдылығы 25 мл өлшем құтысына салу және сумен қажетті көлемге дейін жеткізу керек. Аликвотаны минус 20 °С температураға дейін сақтау қажет.

4.8.3 Калций пантотенаты ерітіндісі– [$^{13}C_6$, $^{15}N_2$] [IS (Ішкі стандартты ерітінді)], негізгі ертінді, ρ = 20 мкг/мл. 5,0 мг кальций пантотенатын [$^{13}C_6$, $^{15}N_2$] (4.1.2 қара) сыйымдылығы 250 мл құтыға салу керек және қажетті көлемге дейін жеткізу керек. Аликвотаны минус 20 °С температураға дейін сақтау қажет.

4.8.4 Өлшемдеуге арналған бес деңгейлі стандартты ерітінді. Аралық ерітіндінің сәйкес көлемін РА (10 мг/мл) (5.8.2 қара) РА (0,08; 0,16; 0,32; 0,64; 1,20 мг/мл) түрлі бес шоғырлану алу үшін сыйымдылығы 10 мл өлшеу құтысына салады.

500 мкл негізгі ерітіндіні IS (20 мг/мл) (4.8.3 қара) қосып, сумен қажетті көлемге дейін жеткізу керек. Әр стандартты ерітіндідегі шоғырлануы IS 1 мг/мл-ды құрайды. Осы ерітіндінің аликвотасын пайдаланар алдында бір айдан аспайтын мерзім ішінде минус 20 °С температурада сақтау керек.

4.8.5 Аммоний ацетатының ерітіндісі c = 400 ммоль/л, pH = 3,8 (үлгіні шайғындау үшін пайдаланылады). Сыйымдылығы 500 мл химиялық стаканға (30,80 ± 0,10) г аммоний ацетаты салынады. Шамамен 300 мл суды қосып, ерігенше магнитті араластырғышпен араластыру керек. Мұздай сіркесу қышқылын абайлап қосып (шамамен 150 мл), pH = (3,8 ± 0,1) деңгейге жеткізу керек. Сыйымдылығы 1000 мл өлшеу құтысына салып, қажетті

[1)] Сатылымда бар қолайлы өнімнің үлгісі. Осы ақпарат осы стандартты пайдаланушылардың қолайлылығы үшін келтірілді және осы өнімді ISO мақұлдағанына растау болып табылмайды. Егер олар сол нәтижеге алып келетінін көрсетілсе, балама өнімдер пайдаланылуы мүмкін.

көлемге дейін сумен жеткізу керек. Ерітінді 4 °С температурада бір ай бойы тұрақты болады.

5 Жабдық

Стандартты зертханалық шыны ыдыс пен жабдық, атап айтқанда мыналар.

5.1 Өлшеудің 4100 г шекті массасы бар, 0,1 г-ға дейінгі дәлдікпен 210 г өлшеудің шекті массасы бар 0,1 мг дәлдігі бар таразы.

5.2 pH, 0,01 дәлдікпен өлшеуге арналған аспап, pH бірлік.

5.3 Гомогендеуші[1)].

5.4 Магнитті араластырғышпен араластыруға арналған пластина.

5.5 Сүзгіштер. Ішік диаметрі 33 мм, кеуегінің өлшемі 0,22 мкм шприц сүзгіш, Millex-GV PVDF (Millipore)[2)]. Кеуегінің өлшемі 0,45 мкм (Millipore)[2)] мембраналық дискілі сүзгіштер немесе балама.

5.6 UHPLC-MS/MS жүйесі, UPLC бағаны, мысалы электр бүрку иондау көзімен (ESI) және Т3 бағанмен жарақталған, үш реттік квадрупольді ақаутапқымен үйлестіруде ACQUITY UPLC®6 (ішкі диаметрі 100 мм × 2,1 мм, Waters Corp,1,8 мкм) [2)] немесе балама.

Ескертпе. Барлық салыстырып тексеру құралдары салыстырып тексерілуге/калибрленуге (аттестатталуға) тиіс және қолданыстағы салыстырып тексеру/калибрлеу (аттестаттау) сертфикаттар (куәліктер) және/немесе калибрлеу белгілерінің салыстырып тексеру таңбасының белгісі болуға, ал стандартты үлгілер қолдануға жіберілуге және [7] сәйкес ҚР МӨЖ тізіліміне енгізілуге тиіс.

7Сынақ жүргізу

6.1 Үлгілерді дайындау

6.1.1 Жалпы ережелер

Егер өнімде крахмал болса, жүзгінге 50 мг альфа-амилазаны қосады және тұтқырлығын азайту және жұмыс істеуді жеңілдету үшін 40 °С температурада 15 минут бойы ұстау керек. Бір текті лікті қамтамасыз ету үшін және тікелей шығаруға өту үшін сұйық үлгілерді мұқият араластыру қажет. Егер ұнтақ тәрізді үлгінің біртектілігі белгісіз болса, онда ұнтақ біртекті болып табылмайтыны болжанады және 6.1.2 өтеді.

6.1.2 Құрғақ қоспалардан алынған ұнтақ тәрізді үлгілер

Құрғақ қоспалардан/ұнтақ тәрізді біртекті емес үлгілерден алынған ұнтақ тәрізді үлгілер үшін шамамен 25,0 г (m_1) дәл өлшенді қажет. Біртекті жүзгінді алғанға дейін араластырар алдында 40 °С температура кезінде 200,0 г (m_2) су қосу керек. Қажет кезде, гомогендеуіш пайдаланылады (4.3 қара). Гомогенделген үлгі жүзгіні аликвотасының 15,0 г (m_3) дәл өлшендісін сйыымдылығы 50 мл өлшем құтысына салады. Мына формуланы (1) пайдаланып үлгінің массасын (m_s – ұнтақ тәрізді балама) есептеу керек:

---

1) Polytron PT3000 (жетекті механизм), Aggregate PT-DA 3012 (Kinematics, Люцерн, Швейцария) сатылымда бар қолайлы өнімдер үлгісін білдіреді. Осы ақпарат осы стандартты пайдаланушылардың қолайлылығы үшін келтірілді және осы өнімді ISO мақұлдағанына растау болып табылмайды. Егер олар сол нәтижеге алып келетінін көрсетілсе, балама өнімдер пайдаланылуы мүмкін

2) Сатылымда бар қолайлы өнімнің үлгісі. Осы ақпарат осы стандартты пайдаланушылардың қолайлылығы үшін келтірілді және осы өнімді ISO мақұлдағанына растау болып табылмайды. Егер олар сол нәтижеге алып келетінін көрсетілсе, балама өнімдер пайдаланылуы мүмкін.

$$m_s = \frac{m_1 \cdot m_3}{m_2}, \quad (1)$$

мұндағы m_1 – өлшенген үлгінің масссы, г;
m_2 – араластырар алдында қосылған судың массасы, г;
m_3 –гомогенделген үлгінің жүзгінінің массасы, г.

6.1.3 Сұйық қоспаның ұнтақ тәрізді үлгілері

Сұйық қоспадан ұнтақ тәрізді бір текті үлгілер үшін сыйымдылығы 50 мл өлшеу құтысында шамамен 2,0 г үлгінің (m_s) дәл өлшемдісі қажет. 40 °С температура кезінде 14 г су қосу керек. Бір текті жүзгінді алғанға дейін араластыру қажет.

6.1.4 Сұйық үлгілер

Сұйық үлгілерді сыйымдылығы 50 мл өлшем құтысына шамамен 20,0 г (m_s) дәл өлшендіні салу керек.

6.2 Шығару

Дайындалған үлгіні пайдаланып (7.1 қара), шоғырлануы 0,4 моль/л аммоний ацетатының 25 мл ерітіндісін қосу керек, деңгейі pH = 3,8. Үлгі шайғынын қажетті көлемге дейін сумен араластыру қажет. Араластырғыштың магнитті элементін 10 минут бойы арастыру керек. Фальц қағазының көмегімен (сұрып 597 %) 20 мл үлесті сүзу керек. Хроматографиялық талдауды орындау керек.

6.3 Талдау

6.3.1 Хроматографиялық талдау

6.2 алынған сүзілген ерітіндінің 1,0 мл аликвотасын ішінде 500 мкл негізгі ерітіндісі IS бар көлемі 15 мл полипропилен сынауыққа салады (4.8.3 қара). Өлшемдеу үшін стандартты ерітіндіні дайындауда пайдаланылған сол ерітіндіні пайдалану өте маңызды (4.8.3 қара). Ерітіндіге 10 мл-ге дейін су қосып, жабу және араластыру қажет. Кеуектің өлшемі 0,22 мкм шприц сүзгінің көмегімен сүзу керек (4.5). UHPLC-MS/MS жүйесіне енгізу қажет.

Типтік хроматограмма үлгілері А қосымшасында берілген.

5.3.2 UHPLC үшін шарттар

Енгізілген көлемі: 2 мкл;
Баған температурасы: 30 °С;
Ағын жылдамдығы: 0,45 мл/мин;
Мобильді фаза А: 0,1 % (көлемді мөлшері) судағы құмырсқа қышқылы;
Мобильді фаза В: Ацетонитрил.

Баған үшін градиентті жоспар 1-кестеде берілген.

1-кесте. Бағанға арналған градиент

Уақыт, мин	Жылжымалы фаза А, %	Жылжымалы фаза В, %
0	92	8
2,2	80	20
2,4	50	50

4,0	50	50
4,1	92	8
7,0	92	8

Сұйықтық хроматография ағынын дереккөздің ластануының алдын алу үшін 0 бастап 2 минутқа дейін MS ақаутапқыға жібереді.

6.3.3 MS/MS үшін шарттар:

– оң электр бүрку иондау;
– капиллярлық кернеу, 2,2 кВ;
– конустағы кернеу, 25 В;
– экстрактордағы кернеу, 3,0 В;
– дереккөз температурасы, 140 °С;
– десольватация температурасы, 350 °С;
– конус тәрізді газ ағыны, 40 л/сағ;
– газдың десольватация ағыны, 700 л/сағ.

Бақыланатын әр ауысу үшін 0,1 с ұстау уақытымен 14 В соқтығысу энергиясын белгілеу керек. Мәндер бағдарлы болып табылады және оны әр пайдаланылатын аспап үшін оңтайландырады. РА үшін m/z 220,2 → 90,1ауысу және 0,0 бастап 2,1 минутқа дейін IS изотоппен белгіленген үшін m/z 224,2 → 94,1.

6.3.4 Табу

Бір реакциялы мониторинг режімінде MS табуға сәйкес РА және РА изотоппен белгіленген молекулярлық иондарды бір мезгілде табуды қамтиды. Массаның таңдалған түрленуі сәйкесінше m/z 220,2 → 90,1 және m/z 224,2 → 94 ,1 тең.

7 Есептеу

Әрбір стандартты ерітінді үшін РА және IS арасындағы шың ауданының қатынасын есептеу керек. ПК (х осі) шоғырлануына қарай шың ауданының қатынасы кестесін құру жолымен Калибрлеу қисығын 5 нүктені құру керек (0,16 бастап 2,40 нг-ға дейінгі ауқымда бағанда). Сызықтық регрессияны есептеу. Орташа өлшенген қисық регрессияны пайдалану ұсынылады (1/х).

Еңіс (*S*) пен бөлінбейтін кесіндіні (*I*) калибрлеу қисығымен есептеу қажет.

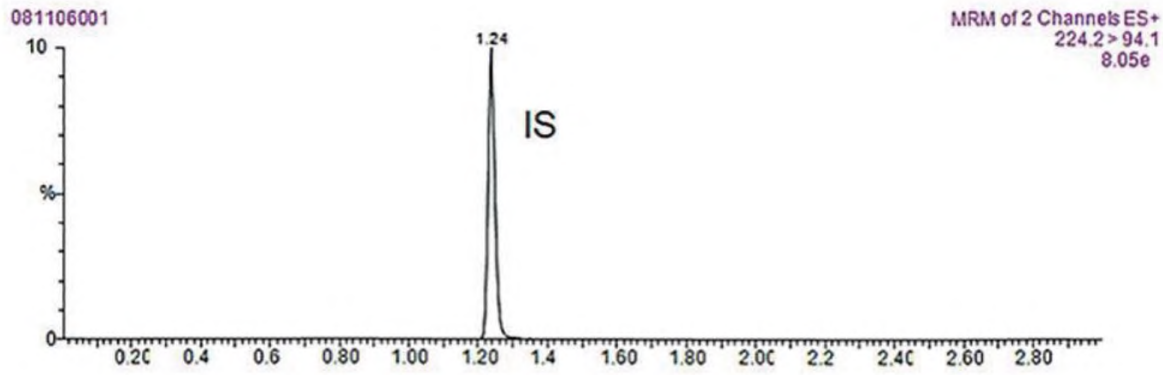
Массалық үлесті есептейді РА, *w*, мг/100 г-мен, формуланы пайдаланып (2):

$$w = \frac{(A-I)\cdot V_1 \cdot V_3 \times 100}{S \cdot m \cdot V_2 \times 1000}, \quad (2)$$

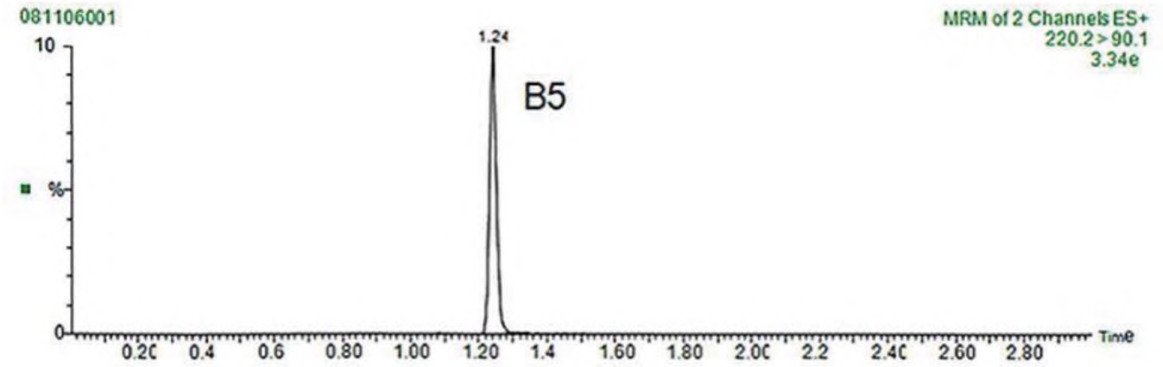
мұндағы *A* – зерттелетін ерітіндідегі шың ауданының қатынасы РА/IS;
I –калибрлеу қисығының кесілетін кесіндісі;
S –калибрлеу қисығының еңісі;
V_1 – үлгі шайғынының көлемі, мл (= 50);
V_2 – сүзілген ерітіндіден тамшуырмен өлшенген көлемі, мл (= 1);
V_3 – зерттелетін ерітіндінің соңғы көлемі, мл (= 10);
m – іріктелетін сынаманың массасы, г;
100 –100 г қайта шаққанда түрлену;
1000 –нг-нан мг-ға дейін түрлену.

А қосымшасы
(ақпараттық)

Хроматограмма үлгілері



А.1 суреті –UHPLC-MS/MS пайдаланып кальций пантотенатының -[$^{13}C_6$, $^{15}N_2$] ішкі стандартты ерітіндінің (IS) хроматограммасы



А.2 суреті –UHPLC-MS/MS пайдаланып балалар тағамына арналған қоспа үлгісіндегі пантотен қышқылының хроматограммасы

В қосымшасы
(ақпараттық)

Деректердің дәлдігі

В.1 кестесінде берілген деректер ISO 5725-2 [3] стандартына сәйкес және талдау әдісінің сипаттамасы дәлдігін бағалау үшін бірлескен зерттеу процедуралары үшін AOAC-IUPAC бірегейленген хаттамасына сәйкес 2015 жылы [2] жарияланған зертхана аралық зерттеулерден алынды [4]. Зерттеу дерекккөзде [5] берілген талаптар негізінде жүргізілді.

Әдісті тексеру туралы толық ақпарат gost.e-ecolog.ru сайтында берілген.

В.1 кестесі- Пантотен қышқылына арналған прецизиондық деректер

Үлгі	1[a]	2[b]	3[c]	4[d]	5[e]	6[f]	7[g]	8[h]	9[i]	10[j]
Зертхана аралық сынақтар жылы	2014	2014	2014	2014	2014	2014	2014	2014	2014	2014
Күрт ауытқыған мәндер жойылғаннан кейін қалған зертханалар саны	13	14	14	13	13	14	13	14	14	13
Орташа мән, *x*, мг/100 г	2,590	3,850	6,960	8,070	5,040	5,910	0,549	6,650	2,070	1,570
Қайталанушылықты орташа квадраттық ауытқуы S_r, мг/100 г	0,050	0,050	0,140	0,130	0,140	0,170	0,008	0,220	0,060	0,030
Жаңғыртушылықтың орташа квадраттық ауытқуы S_R, мг/100 г	0,130	0,200	0,350	0,330	0,230	0,290	0,022	0,360	0,140	0,090
Қайталанушылықтың түрлену коэффициенті, $C_{V,R}$, %	1,9	1,3	2,0	1,6	2,8	2,8	1,5	3,3	2,9	1,7
Жаңғыртушылықтың түрлену коэффициенті, $C_{V,r}$, %	5,0	5,3	5,1	4,1	4,7	4,9	4,1	5,4	7,0	5,5
Қайталанушылық шегі r [$r = 2,8 \times S_r$], мг/100 г	0,140	0,140	0,390	0,360	0,390	0,480	0,022	0,620	0,170	0,080
Жаңғыртушылық шегі R [$R = 2,8 \times S_R$], мг/100 г	0,360	0,560	0,980	0,920	0,640	0,810	0,061	1,010	0,390	0,250
Дереккөзге сәйкес Хорвитц коэффициентінің мәні [6]	0,51	0,57	0,60	0,50	0,53	0,57	0,33	0,63	0,69	0,52

[a] Белок негізіндегі ересектерге арналған ұнтақ тәрізді сүт қоспасы;
[b] Соя негізіндегі балалар тағамына арналған ішінара гидролизденген ұнтақ тәрізді қоспа;
[c] SRM 1849a;
[d] Майдың аз мөлшері бар ересектерге арналған ұнтақ тәрізді қоспа;
[e] Соя негізіндегі балалар тағамына арналған ұнтақ тәрізді қоспа;
[f] Балалар тағамына арналған ұнтақ тәрізді қоспа;
[g] Сүт негізіндегі RTF балалар тағамына арналған қоспа;
[h] Балалар тағамына арналған қарапайым ұнтақ тәрізді ұнтақ;
[i] Майдың жоғары мөлшері бар ересектерге арналған ТД қоспа;
[j] Белоктың жоғары мөлшері бар ересектерге арналған ТД қоспа;
ТД – тұтынуға дайын.

Библиография

[1] Codex Standard 72-1981 Standard for Infant Formula and Formulas for Special Medical Purposes Intended for Infants (72-1981 кодексінің стандарты. Балаларға арналған арнайы медициналық мақсатты балалар және сүт қоспасы).

[2] OMA 2012.16, Pantothenic Acid (Vitamin B5) in Infant Formula and Adult/Pediatric Nutritional Formula. Ultra High Pressure Liquid Chromatography -Tandem Mass Spectrometry Method: Collaborative study (OMA 2012.16, Балалар тағамына және ересектерге арналған қоспасындағы пантотен қышқылы (B5 витамині). Тиімділігі жоғары сұйықтық хроматография және тандемді масс-спектрометрия әдісі: бірлескен зерттеу).

[3] ISO 5725-2:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method (Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы мен прецизиондығы). 2-бөлім. Өлшеудің стандартты әдісінің қайталанушылығы мен жаңғыртушылығын анықтаудың негізгі әдісі).

[4] AOAC International. AOAC Official Methods Program, Associate Referee's Manual on development, Study, Review, and Approval Process. Part IV AOAC Guidelines for Collaborative Studies, 1995, pp. 23–51. (AOAC INTERNATIONAL. AOAC ресми әдістерінің бағдарламасы, Әзірлеу, зерделеу, қарау және бекіту процесі бойынша қауымдасқан соттар нұсқалығы. IV бөлім, Бірлескен зерттеулерге арналған нұсқаулық AOAC, 1995 ж., 23-51-бет).

[5] AOAC SMPR 2011.005, Standard Method Performance Requirements for Vitamin B12 in infant formula and Adult/Pediatric Nutritional formula (AOAC SMPR 2011.005, Балалар тағамына және ересектерге арналған қоспадағы B12 витаминіне арналған стандартты әдістердің сипаттамасына қойылатын талаптар).

[6] Thompson M. Recent Trends in Inter-Laboratory Precision at ppb and sub-ppb Concentrations in Relation to Fitness for Purpose Criteria in Proficiency Testing. Analyst (Lond.). 2000, 125 pp. 385–386 (М. ТОМПСОН. Бағалау сынақтарында арналу критерийі үшін жарамдылыққа қатысты миллиард және миллиардтан кем бөліктер шоғырлануы кезінде зертханааралық прецизиондықтағы соңғы даму қарқыны. Аналитик (Лонд.). 2000 ж., 125 бет. 385-386).

[7] ҚР СТ 2.79–2004 Қазақстан Республикасының Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Шетел шығаратын заттар мен материалдардың қасиеттері құрамының стандарттық үлгілері. Қолдануға рұқсат тәртібі. Жалпы ережелер.

ӘОЖ 637.1:543.51/.544.5:006.354 **МСЖ 67.050**

Түйінді сөздер: балалар тағамына арналған, ересектерге арналған қоспа, пантотен қышқылы, масс-спектрометрия, сұйықтық хроматография, UHPLC-MS/MS

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Смеси для детского питания и взрослых

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ПАНТОТЕНОВОЙ КИСЛОТЫ С ПОМОЩЬЮ УЛЬТРАВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ И ТАНДЕМНОЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ (UHPLC-MS/MS)

СТ РК ISO 20639–2016

(ISO 20639:2015 Infant formula and adult nutritionals – Determination of pantothenic acid by ultra high performance liquid chromatography and tandem mass spectrometry method (UHPLC-MS/MS), IDT)

Издание официальное

**Комитет технического регулирования и метрологии
Министерства по инвестициям и развитию Республики Казахстан
(Госстандарт)**

Астана

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Товариществом с ограниченной ответственностью «Kazakhstan Business Solution» (Технический комитет по стандартизации ТК 91 «Химия»)

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства по инвестициям и развитию Республики Казахстан от № 296-од от 23 ноября 2016 года

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 20639:2015 *Infant formula and adult nutritionals – Determination of pantothenic acid by ultra high performance liquid chromatography and tandem mass spectrometry method (UHPLC-MS/MS)* (Смеси для детского питания и взрослых. Определение содержания пантотеновой кислоты с помощью ультравысокоэффективной жидкостной хроматографии и тандемной масс-спектрометрии (UHPLC-MS/MS))

Международный стандарт разработан Техническим комитетом ISO/TC 34 «Пищевые продукты» совместно с ассоциацией AOAC INTERNATIONAL

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий национальный стандарт и на которые даны ссылки, имеется в Едином государственном фонде нормативных технических документов

Официальной версией является текст на государственном и русском языке

Степень соответствия – идентичная (IDT).

4 В настоящем стандарте реализованы нормы законов Республики Казахстан «О техническом регулировании» от 9 ноября 2004 года № 603-II, «О языках в Республике Казахстан» от 11 июля 1997 года № 151-I

5 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2023 год
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты»

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства по инвестициям и развитию Республики Казахстан

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Смеси для детского питания и взрослых

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ПАНТОТЕНОВОЙ КИСЛОТЫ С ПОМОЩЬЮ УЛЬТРАВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ И ТАНДЕМНОЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ (UHPLC-MS/MS)

Дата введения 2018-01-01

Примечание – Использование настоящего стандарта может включать в себя опасные материалы и операции. Настоящий стандарт не предназначен для описания всех мер безопасности, связанных с его использованием. Вся ответственность за установление соответствующих правил техники безопасности, мер по охране здоровья, определение пределов применимости руководства до начала использования настоящего стандарта, лежит на пользователе стандарта.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод количественного определения содержания пантотеновой кислоты, за исключением связанных форм, в смеси для детского питания и взрослых (т. е. порошки), используя ультравысокоэффективную жидкостную хроматографию и тандемную масс-спектрометрию (UHPLC-MS/MS).

2 Термины и определения

В настоящем стандарте применяются следующие термины с соответствующими определениями:

2.1 Смесь для взрослых (adult nutritional): Сбалансированные по питательным веществам, специально разработанные продукты питания, потребляемые в жидкой форме, которые могут представлять собой единственный источник питания, изготовленный из сочетания молока, сои, риса, молочной сыворотки, гидролизованного белка, крахмала и аминокислот, с добавлением и без добавления немодифицированного белка

2.2 Адаптированные или частично адаптированные начальные или последующие молочные смеси (infant formula): Искусственный заменитель грудного молока, специально изготовленный для удовлетворения потребности младенцев в питании в течение первых месяцев жизни до использования соответствующего прикорма (согласно Стандарт Кодекса 72-1981 [1]).

3 Сущность метода

Пантотеновая кислота извлекается с помощью буферного раствора ацетата аммония с концентрацией 0,4 моль/л. После фильтрации конечный раствор подвергают воздействию ультравысокоэффективной жидкостной хроматографии и тандемной масс-спектрометрии (UHPLC-MS/MS).

Издание официальное

4 Реагенты и вещества

Во время исследования, если не указано иное, используют реагенты известной аналитической степени чистоты и дистиллированную или деминерализованную воду, или воду эквивалентной степени чистоты.

4.1 Стандартные растворы

4.1.1 D-пантотенат кальция, Sigma[1)] или эквивалент CAS 137-08-6.

4.1.2 Пантотенат кальция – [$^{13}C_6$, $^{15}N_2$], IsoSciences[1)] или эквивалент CAS 356786-94-2.

4.2 Альфа-амилаза, Sigma A3176[1)], из свиной поджелудочной железы, около 25 ед/мг или эквивалент .

4.3 Растворители

4.3.1 Ацетонитрил, степень LC или эквивалент.

4.4 Ацетат аммония, степень чистоты, соответствующая стандарту ACS, более 98 % (Fluka 9690)[1)].

4.5 Уксусная кислота, степень чистоты, соответствующая стандарту ACS.

4.6 Муравьиная кислота, степень чистоты, соответствующая стандарту ACS.

4.7 1 % муравьиной кислоты в воде, степень чистоты, соответствующая стандарту ACS.

4.8 Приготовление стандартных растворов

4.8.1 Основной раствор пантотеновой кислоты (PA), ρ = 250 мкг/мл. Взвесить 54,5 мг пантотената кальция (см. 4.1.1) в мерной колбе вместимостью 200 мл (необходимо принять во внимание степень влажности, указанную в сертификате поставщика, или осушить до неизменной массы при 105 °C) и довести до нужного объема водой. Хранить аликвоты при температуре минус 20 °C.

4.8.2 Промежуточный раствор пантотеновой кислоты, ρ = 10 мкг/мл. Поместить 1 мл основного раствора PA (см. 4.8.1) в мерную колбу вместимостью 25 мл и довести водой до нужного объема. Хранить аликвоты при температуре минус 20 °C.

4.8.3 Раствор пантотената кальция – [$^{13}C_6$, $^{15}N_2$] [IS (Внутренний стандартный раствор)], основной раствор, ρ = 20 мкг/мл. Взвесить 5,0 мг пантотената кальция – [$^{13}C_6$, $^{15}N_2$] (см. 5.1.2) в мерной колбе вместимостью 250 мл и довести водой до нужного объема. Хранить аликвоты при температуре минус 20 °C.

4.8.4 Пятиуровневые стандартные растворы для градуировки. Поместить соответствующие объемы промежуточного раствора PA (10 мг/мл) (см. 4.8.2) в мерные колбы вместимостью 10 мл, чтобы получить пять различных концентраций PA (0,08; 0,16; 0,32; 0,64; 1,20 мг/мл). Добавить 500 мкл основного раствора IS (20 мг/мл) (см. 4.8.3) и довести водой до нужного объема. Концентрация IS в каждом стандартном растворе составляет 1 мг/мл. Хранить аликвоты этих растворов при температуре минус 20 °C в течение не более одного месяца перед использованием.

4.8.5 Раствор ацетата аммония, c = 400 ммоль/л, pH = 3,8 (используется для экстракции образца). В химический стакан вместимостью 500 мл поместить (30,80 ± 0,10) г ацетата аммония. Добавить приблизительно 300 мл воды и перемешать магнитной мешалкой до растворения. Довести до уровня pH, равного (3,8 ± 0,1), осторожно добавляя ледяную уксусную кислоту (около 150 мл). Поместить в мерную колбу вместимостью

[1)] Пример подходящего продукта, имеющегося в продаже. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является подтверждением того, что данный продукт одобрен ISO. Эквивалентные продукты могут использоваться, если продемонстрировано, что они приводят к тем же результатам.

1000 мл и довести водой до нужного объема. Раствор стабилен в течение одного месяца при температуре 4 °С.

5 Оборудование

Стандартная лабораторная стеклянная посуда и оборудование, а именно, следующее.

5.1 Весы, с точностью 0,1 мг, предельной массой взвешивания 210 г, с точностью 0,1 г, предельной массой взвешивания 4100 г.

5.2 Прибор для измерения pH, с точностью 0,01 единиц pH.

5.3 Гомогенизатор[1)].

5.4 Пластина для смешивания с магнитными мешалками.

5.5 Фильтры. Шприцевые фильтры, с размером пор 0,22 мкм, внутренним диаметром 33 мм, Millex-GV PVDF (Millipore)[2)]. Мембранные дисковые фильтры, с размером пор 0,45 мкм (Millipore)[2)] или эквивалент.

5.6 Система UHPLC-MS/MS, колонка UPLC, например, ACQUITY UPLC®6 в сочетании с тройным квадрупольным детектором, снабженным источником электрораспылительной ионизации (ESI) и колонкой Т3 (1,8 мкм, внутренним диаметром (100,0 × 2,1) мм, Waters Corp.)[2)] или эквивалент.

Примечание – Все средства поверки должны быть поверены/калиброваны (аттестованы) и иметь действующие сертификаты (свидетельства) о поверке/калибровке (аттестации) и/или оттиски поверительных клейм калибровочные знаки, а стандартные образцы допущены к применению и внесены в реестр ГСИ РК в соответствии с [7].

6 Проведения испытания

6.1 Подготовка образцов

6.1.1 Общие положения

Если продукт содержит крахмал, добавляют 50 мг альфа-амилазы к суспензии и выдерживают в течение 15 мин при температуре 40 °С для уменьшения вязкости и упрощения обработки. Тщательно смешать жидкие образцы для обеспечения однородности и перейти непосредственно к извлечению. Если однородность порошкообразного образца неизвестна, то предполагается, что порошок не является однородным и переходят к 6.1.2.

6.1.2 Порошкообразные образцы из сухих смесей

Для порошкообразных образцов из сухих смесей/неоднородных порошкообразных образцов необходима точная навеска примерно 25,0 г (m_1). Добавить 200,0 г (m_2) воды при температуре 40 °С перед смешиванием до получения однородной суспензии. При необходимости используется гомогенизатор (см. 4.3). Поместить точную навеску 15,0 г (m_3) аликвоты суспензии гомогенизированного образца в мерной колбе вместимостью

[1)] Polytron PT3000 (приводной механизм), Aggregate PT-DA 3012 (Kinematics, Люцерн, Швейцария) представляют собой примеры подходящих продуктов, имеющихся в продаже. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является подтверждением того, что данный продукт одобрен ISO. Эквивалентные продукты могут использоваться, если продемонстрировано, что они приводят к тем же результатам.

[2)] Пример подходящего продукта, имеющегося в продаже. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является подтверждением того, что данный продукт одобрен ISO. Эквивалентные продукты могут использоваться, если продемонстрировано, что они приводят к тем же результатам.

50 мл. Вычислить массу образца (m_s – порошкообразный эквивалент), используя формулу (1):

$$m_s = \frac{m_1 \cdot m_3}{m_2}, \quad (1)$$

где m_1 – масса взвешенного образца, г;
m_2 – масса воды, добавленной перед смешиванием, г;
m_3 – масса суспензии гомогенизированного образца, г.

6.1.3 Порошкообразные образцы из жидких смесей

Для однородных порошкообразных образцов из жидких смесей необходима точная навеска примерно 2,0 г образца (m_s) в мерной колбе вместимостью 50 мл. Добавить 14 г воды при температуре 40 °С. Смешать до получения однородной суспензии.

6.1.4 Жидкие образцы

Для жидких образцов поместить точную навеску примерно 20,0 г (m_s) в мерную колбу вместимостью 50 мл.

6.2 Извлечение

Используя приготовленный образец (см. 6.1), добавить 25 мл раствора ацетата аммония концентрацией 0,4 моль/л, уровень pH 3,8. Довести экстракт образца водой до нужного объема. Поместить магнитный элемент мешалки и перемешивать в течение 10 мин. Отфильтровать порцию в 20 мл с помощью фальцованной бумаги (сорт 597 %). Выполнить хроматографический анализ.

6.3 Анализ

6.3.1 Хроматографический анализ

Поместить 1,0 мл аликвоты отфильтрованного раствора, полученного в 6.2 в полипропиленовую пробирку вместимостью 15 мл, содержащую 500 мкл основного раствора IS (см. 4.8.3). Крайне важно использовать тот же самый раствор, который использовался в приготовлении стандартных растворов для градуировки (см. 4.8.3). Разбавить раствор до 10 мл водой, закрыть и перемешать. Отфильтровать с помощью шприцевого фильтра с размером пор 0,22 мкм (см. 4.5). Ввести в систему UHPLC-MS/MS.

Примеры типичных хроматограмм приведены в приложении А.

6.3.2 Условия для UHPLC

Вводимый объем: 2 мкл;
Температура колонки: 30 °С;
Скорость потока: 0,45 мл/мин;
Мобильная фаза А: 0,1 % (объемное содержание) муравьиной кислоты в воде;
Мобильная фаза В: Ацетонитрил.

Градиентный план для колонки приводится в таблице 1.

Таблица 1 – Градиент для колонки

Время, мин	Подвижная фаза А, %	Подвижная фаза В, %
0	92	8
2,2	80	20

Продолжение таблицы 1

Время, мин	Подвижная фаза А, %	Подвижная фаза В, %
2,4	50	50
4,0	50	50
4,1	92	8
7,0	92	8

Направлять поток жидкостной хроматографии в детектор MS от 0 до 2 мин для предотвращения загрязнения источника.

6.3.3 Условия для MS/MS

- положительная электрораспылительная ионизация;
- капиллярное напряжение, 2,2 кВ;
- напряжение на конусе, 25 В;
- напряжение экстрактора, 3,0 В;
- температура источника, 140 °С;
- температура десольватации, 350 °С;
- конический поток газа, 40 л/ч;
- поток десольватации газа, 700 л/ч.

Установить энергию столкновений на 14 В с временем выдержки для каждого контролируемого перехода 0,1 с. Значения являются ориентировочными и их оптимизируют для каждого используемого прибора. Отслеживают переходы m/z 220,2 → 90,1 для PA и m/z 224,2 → 94,1 для отмеченного изотопом IS от 0,0 до 2,1 мин.

6.3.4 Обнаружение

Обнаружение MS в режиме однореакционного мониторинга включает одновременное обнаружение молекулярных ионов, соответствующих PA и отмеченной изотопом PA. Выбранные преобразования масс равны соответственно m/z 220,2 → 90,1 и m/z 224,2 → 94 ,1.

7 Вычисление

Для каждого стандартного раствора рассчитать соотношение площадей пиков между PA и IS. Составить калибровочную кривую по 5 точкам (на колонке в диапазоне от 0,16 до 2,40 нг) путем построения графика соотношения площадей пиков (ось y) в зависимости от концентрации ПК (ось x). Вычислить линейную регрессию. Рекомендуется использовать средневзвешенную кривую регрессии (1/x).

Вычислить наклон (S) и отсекаемый отрезок (I) калибровочной кривой.

Вычислить массовую долю PA, w, в мг/100 г, используя формулу (2):

$$w = \frac{(A-I)\cdot V_1 \cdot V_3 \cdot 100}{S \cdot m \cdot V_2 \cdot 1000}, \qquad (2)$$

где A – соотношение площадей пиков PA/IS в исследуемом растворе;

I – отсекаемый отрезок калибровочной кривой;

S – наклон калибровочной кривой;

V_1 – объем экстракта образца, мл (= 50);

V_2 – объем отмеренного пипеткой отфильтрованного раствора, мл (= 1);
V_3 – окончательный объем исследуемого раствора, мл (= 10);
m – масса отбираемой пробы, г;
100 – преобразование в пересчете на 100 г;
1000 – преобразование с нг до мг.

Приложение А
(информационное)

Примеры хроматограмм

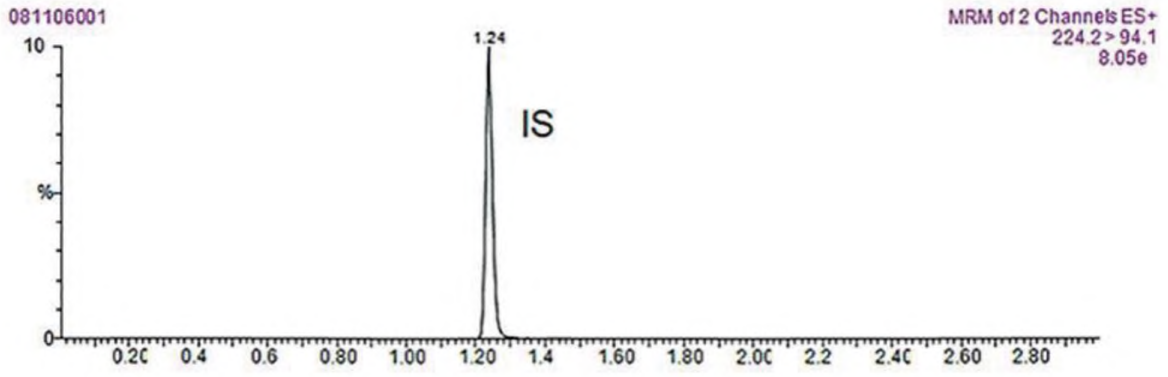


Рисунок А.1 – Хроматограмма стандартного раствора (IS) пантотенат кальция-[$^{13}C_6$, $^{15}N_2$] с использованием UHPLC-MS/MS

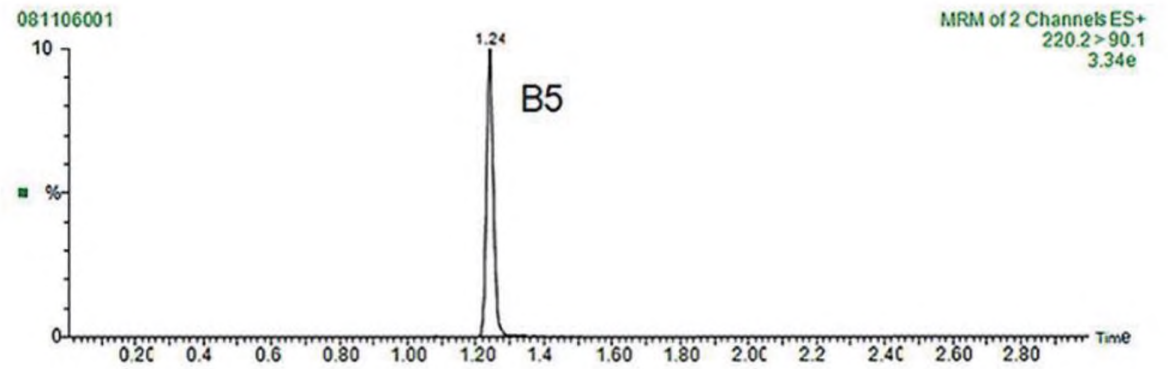


Рисунок А.2 – Хроматограмма пантотеновой кислоты в образце адаптированные или частично адаптированные начальные или последующие молочные смеси с использованием UHPLC-MS/MS

Приложение В
(информационное)

Точность данных

Данные, приведенные в таблице В.1, были получены в межлабораторных исследованиях и опубликованы в 2015 году [2] в соответствии с ISO 5725-2 [3] и Унифицированным протоколом AOAC-IUPAC для процедур совместного исследования для оценки точности характеристик метода анализа [4]. Исследование проводилось на основе требований, приведенных в [5]. Более подробная информация о проверке метода размещена на сайте: gost.e-ecolog.ru

Таблица В.1 – Прецизионные данные для пантотеновой кислоты

Образец	1[a]	2[b]	3[c]	4[d]	5[e]	6[f]	7[g]	8[h]	9[i]	10[j]
Год межлабораторных испытаний	2014	2014	2014	2014	2014	2014	2014	2014	2014	2014
Количество лабораторий, оставшихся после выброса	13	14	14	13	13	14	13	14	14	13
Среднее значение, x, мг/100 г	2,590	3,850	6,960	8,070	5,040	5,910	0,549	6,650	2,070	1,570
Среднеквадратическое отклонение повторяемости S_r, мг/100 г	0,050	0,050	0,140	0,130	0,140	0,170	0,008	0,220	0,060	0,030
Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости S_R, мг/100 г	0,130	0,200	0,350	0,330	0,230	0,290	0,022	0,360	0,140	0,090
Коэффициент вариации повторяемости, $C_{V,R}$, %	1,9	1,3	2,0	1,6	2,8	2,8	1,5	3,3	2,9	1,7
Коэффициент вариации воспроизводимости, $C_{V,r}$, %	5,0	5,3	5,1	4,1	4,7	4,9	4,1	5,4	7,0	5,5
Предел повторяемости r $[r = 2,8 \times S_r]$, мг/100 г	0,140	0,140	0,390	0,360	0,390	0,480	0,022	0,620	0,170	0,080
Предел воспроизводимости R $[R = 2,8 \times S_R]$, мг/100 г	0,360	0,560	0,980	0,920	0,640	0,810	0,061	1,010	0,390	0,250
Значение коэффициента Хорвитца, согласно [6]	0,51	0,57	0,60	0,50	0,53	0,57	0,33	0,63	0,69	0,52

[a] Порошкообразная молочная смесь для взрослых на основе белка;
[b] Частично гидролизованная порошкообразная адаптированная или частично адаптированная начальная или последующая молочная смесь на основе сои;
[c] SRM 1849a;
[d] Порошкообразная смесь для взрослых с низким содержанием жира;
[e] Порошкообразная адаптированная или частично адаптированная начальная или последующая молочная смесь на основе сои;
[f] Порошкообразная адаптированная или частично адаптированная начальная или последующая молочная смесь;
[g] Адаптированная или частично адаптированная начальная или последующая молочная смесь RTF на основе молока;
[h] Элементарная порошкообразная адаптированная или частично адаптированная начальная или последующая молочная смесь;
[i] Смесь для взрослых ГУ с высоким содержанием жира;
[j] Смесь для взрослых ГУ с высоким содержанием белка;
ГУ – готовый к употреблению.

Библиография

[1] Codex Standard 72-1981 Standard for Infant Formula and Formulas for Special Medical Purposes Intended for Infants (Стандарт Кодекса 72-1981 Стандарт на детские и молочные смеси для специальных медицинских целей, предназначенных для детей).

[2] OMA 2012.16, Pantothenic Acid (Vitamin B5) in Infant Formula and Adult/Pediatric Nutritional Formula. Ultra High Pressure Liquid Chromatography -Tandem Mass Spectrometry Method: Collaborative study (OMA 2012.16, Пантотеновая кислота (витамин B5) в смеси для детского питания и взрослых. Метод ультравысокоэффективной жидкостной хроматографии – тандемной масс-спектрометрии: совместное исследование).

[3] ISO 5725-2:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения).

[4] AOAC International. AOAC Official Methods Program, Associate Referee's Manual on development, Study, Review, and Approval Process. Part IV AOAC Guidelines for Collaborative Studies, 1995, pp. 23–51. (AOAC INTERNATIONAL. Программа официальных методов AOAC, Руководство ассоциированного судьи по процессу разработки, изучения, рассмотрения и утверждения. Часть IV, Руководство для совместных исследований AOAC, 1995 г., стр. 23-51).

[5] AOAC SMPR 2011.005, Standard Method Performance Requirements for Vitamin B12 in infant formula and Adult/Pediatric Nutritional formula (AOAC SMPR 2011.005, Требования к характеристикам стандартного метода для витамина B12 в смеси для детского питания и взрослых).

[6] Thompson M. Recent Trends in Inter-Laboratory Precision at ppb and sub-ppb Concentrations in Relation to Fitness for Purpose Criteria in Proficiency Testing. Analyst (Lond.). 2000, 125 pp. 385–386 (М. ТОМПСОН. Последние тенденции в межлабораторной точности при концентрациях частиц на миллиард и ниже одной частицы на миллиард по отношению к критериям приемлемости для выполнения поставленной цели в квалификационном испытании. Аналитик (Лонд.). 2000 г., 125 стр. 385-386).

[7] СТ РК 2.79 – 2004 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Стандартные образцы состава свойств веществ и материалов зарубежного выпуска. Порядок допуска к применению. Основные положения.

УДК 637.1:543.51/.544.5:006.354 **МКС 67.050** **IDT**

Ключевые слова: смеси для детского питания, смеси для взрослых, пантотеновая кислота, масс-спектрометрия, жидкостная хроматография, UHPLC-MS/MS

Басуға _____ ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана. Тапсырыс ____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы, Мәңгілік Ел данғылы, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 27-08-01, 79-34-22

gost.e-ecolog.ru