

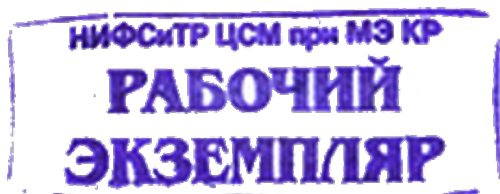


МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
EN 16155—
2015

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Определение сукралозы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии



(EN 16155:2012, IDT)

Издание официальное

Зарегистрирован
№ 10966
29 мая 2015 г.



Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены».

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным бюджетным государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт технологии консервирования» (ФБГНУ «ВНИИТеК») на основе аутентичного перевода на русский язык европейского регионального стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии Российской Федерации

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации по переписке (протокол 77-П от 29 мая 2015 г.)

За принятие стандарта проголосовали:

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

4 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 16155:2012 Foodstuffs – Determination of sucralose – High performance liquid chromatographic method (Продукты пищевые. Определение сукралозы. Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии)

Международный стандарт разработан техническим комитетом CEN/TC 275 «Анализ пищевых продуктов. Горизонтальные методы», секретариатом которого считается DIN (Германия).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры европейского регионального стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и европейского регионального стандарта, на который дана ссылка, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

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 (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных (государственных) органов по стандартизации.

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

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

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Определение сукралозы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Foodstuffs. Determination of sucralose by high performance liquid chromatographic method

Дата введения —

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения сукралозы в пищевых продуктах с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием колонки с обращенно-фазовым сорбентом, водного раствора метанола в качестве подвижной фазы и рефрактометрического детектирования. Метод прошел валидацию путем двух межлабораторных испытаний, при этом анализ сукралозы проводили в пробах кетчупа, майонеза, бисквита, йогурта, растворимых сухих напитков и конфет с добавлением сукралозы от 83 мг/кг (млн^{-1}) до 737 мг/кг (млн^{-1}).

Подробная информация о результатах валидации метода содержится в приложении А.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходим следующий ссылочный документ. В случае датированной ссылки применяют только указанное издание.

EN ISO 3696:1995, Water for analytical laboratory use – Specification and test methods (ISO 3696:1987) (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний).

3 Сущность метода

Пробы в зависимости от консистенции либо растворяют в воде, либо разбавляют водой и при необходимости фильтруют или осветляют модифицированными растворами Карреза. Затем их подвергают очистке методом твердофазной экстракции, элюирование проводят смесью метанола с водой.

Содержание сукралозы определяют с помощью ВЭЖХ с использованием колонки с обращенно-фазовым сорбентом, водного раствора метанола в качестве подвижной фазы и последующего рефрактометрического детектирования.

В качестве альтернативы может быть использован испарительный детектор по светорассеянию. Для количественного определения применяют метод внешнего стандарта. За содержание сукралозы в пищевом продукте принимают содержание 1,6-дихлор-1,6-дидезокси- β -D-фруктофуранозил-4-хлор-4-дезокси- α -D-галактопиранозида, определенное в соответствии с методом, приведенным в настоящем стандарте.

4 Реактивы

Для проведения испытания при отсутствии особо оговоренных условий используют только реактивы гарантированной аналитической чистоты и воду, не ниже первой степени чистоты по EN ISO 3696. Используемые растворители по степени чистоты должны быть пригодны для применения в анализе с помощью ВЭЖХ, если не оговорены другие условия. Допускается использование доступных для приобретения готовых растворов при условии, что их характеристики не отличаются от приведенных ниже.

- 4.1 Сукралоза, $\text{C}_{12}\text{H}_{19}\text{Cl}_3\text{O}_8$, $M = 397,63$ г/моль.
- 4.2 Калий железистосинеродистый (II), $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$.
- 4.3 Цинк азотнокислый, $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.
- 4.4 Метанол для ВЭЖХ.

4.5 Основной раствор сукралозы ρ_{Suc} массовой концентрации приблизительно 1000 мг/дм³

Навеску сукралозы массой приблизительно 100 мг, взвешенную с точностью до 0,1 мг, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в небольшом количестве воды и доводят содержимое до метки водой. Свежий раствор готовят ежедневно. Следует учитывать содержание влаги и чистоту стандартного вещества, из которого готовят раствор.

4.6 Градуировочные растворы массовой концентрации (ρ_{Suc}) от 20 мг/дм³ до 100 мг/дм³

Концентрации градуировочных растворов, приведенные ниже, носят рекомендательный характер и могут быть изменены в зависимости от чувствительности прибора и диапазона определяемых концентраций. Следует стараться не заходить за линейную область системы детектора.

Готовят не менее пяти градуировочных растворов из основного раствора сукралозы по 4.5 разбавлением его таким образом, чтобы получились растворы с концентрацией сукралозы, например, 20, 40, 60, 80 и 100 мг/дм³. Готовят свежие растворы ежедневно в день анализа.

4.7 Модифицированные растворы Карреза

4.7.1 Раствор А [калий железистосинеродистый (II)]

Разбавляют 53,45 г калия железистосинеродистого (II) по 4.2 водой до 500 см³.

4.7.2 Раствор В (цинк азотнокислый)

148,75 г цинка азотнокислого по 4.3 разбавляют водой до 500 см³.

4.8 Подвижная фаза для ВЭЖХ

Смешивают одну объемную часть метанола по 4.4 с тремя объемными частями воды.

5 Основное и вспомогательное оборудование

При проведении испытания используют обычное оборудование, в частности, перечисленное ниже.

5.1 Мембранный фильтр для фильтрования пробы с диаметром пор не более 0,45 мкм.

5.2 Фильтр складчатый.

5.3 Колонка (патрон) для твердофазной экстракции, заполненная обращенно-фазовым сорбентом с привитыми октадецильными группами C-18, массой 500 мг.

5.4 Система для ВЭЖХ в указанной ниже комплектации:

- насос для подачи подвижной фазы;
- устройство для ввода проб;
- рефрактометрический детектор с кюветой с контролируемой температурой или как альтернатива испарительный детектор по светорассеянию;
- термостат колоночный;
- система обработки данных.

5.5 Колонка для ВЭЖХ аналитическая, длиной 250 мм с внутренним диаметром 4 мм, заполненная обращенно-фазовым сорбентом (C18) с привитыми октадецильными группами, например Lichrospher®¹⁾ 100 RP-18, диаметром частиц 5 мкм, либо аналогичная им колонка.

Для защиты аналитической колонки используют предколонку, заполненную тем же сорбентом.

6 Процедура проведения испытания

6.1 Подготовка пробы

Гомогенизируют испытуемую пробу подходящим способом. Например, пробы жидких продуктов перемешивают, пробы твердых продуктов, таких как конфеты, измельчают, а пробы продуктов, таких как жевательная резинка, подвергают глубокому замораживанию и затем измельчают. Пробы густых жидких продуктов, таких как йогурт или кетчуп, гомогенизируют перемешиванием и при необходимости осветляют модифицированными растворами Карреза по 4.7.

¹⁾ Lichrospher® 100 RP-18 приведена как пример подходящей колонки, имеющейся в продаже. Эта информация дана для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой CEN данного продукта.