ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54068— 2010

Консервы фруктовые

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НАЛИЧИЯ СИНТЕТИЧЕСКИХ КРАСИТЕЛЕЙ ЭРИТРОЗИНА И ФЛОКСИНА В

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом пищевых ароматизаторов, кислот и красителей Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИПАКК Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 154 «Пищевые добавки и ароматизаторы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 ноября 2010 г. № 704-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», 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». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2011

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Консервы фруктовые

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НАЛИЧИЯ СИНТЕТИЧЕСКИХ КРАСИТЕЛЕЙ ЭРИТРОЗИНА И ФЛОКСИНА В

Canned fruits.
Method for determination of synthetic colours Erythrosine and Phloxine B presence

Дата введения — 2012—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на фруктовые консервы: плодово-ягодные консервированные компоты (далее компоты) и устанавливает хроматографический метод определения наличия и идентификации синтетических красителей эритрозина и флоксина В (далее по тексту — красители).

По данному методу предел обнаружения красителей составляет не менее 0,0012 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 7886-1—2009 Шприцы инъекционные однократного применения стерильные. Часть 1. Шприцы для ручного использования

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 427—75 Линейки измерительные металлические. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8756.0—70 Продукты пищевые консервированные. Отбор проб и подготовка их к испытанию

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 21241—89 Пинцеты медицинские. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 26671—85 Продукты переработки плодов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Подготовка проб для лабораторных анализов

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Издание официальное

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Метод анализа

3.1 Сущность метода

Метод анализа основан на водно-спиртовой экстракции красителей из измельченной твердой части анализируемых компотов и сорбции из экстракта и жидкой части компотов твердыми сорбентами, десорбции аммиаком и отделением последнего выпариванием с последующей идентификацией красителей хроматографированием в тонком слое сорбента (ТСХ).

Идентификацию красителей проводят методом сравнения значений R'_f (отношение расстояния от центра пятна обнаруженного синтетического красителя до линии старта к расстоянию линии миграции элюента до линии старта) каждого обнаруженного синтетического красителя со значениями R_f (отношение расстояния от центра пятна стандартного синтетического красителя до линии старта к расстоянию линии миграции элюента до линии старта) контрольных образцов красителей (КО).

В качестве КО используют водно-спиртовые растворы синтетических стандартных красителей эритрозина и флоксина В.

3.2 Условия проведения анализа

При подготовке и проведении анализа должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающего воздуха . . . . . (22 ± 3) °С;

относительная влажность воздуха . . . . . (65 ± 25) %;

напряжение в электросети . . . . . (220 ± 22) В;

частота тока в электросети . . . . . (50 ± 1) Гц.

Помещение, где проводят работы с реактивами, должно быть оснащено приточно-вытяжной вентиляцией.

Все операции с реактивами проводят в вытяжном шкафу.

3.3 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

3.3.1 Весы лабораторные с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,1 мг и ± 100 мг.

3.3.2 Воронка лабораторная типа В-36—80 ХС по ГОСТ 25336.

3.3.3 Пластина для тонкослойной хроматографии с силикагелем на полимерной подложке размером сторон 10 × 10 см.

3.3.4 Камера хроматографическая размером сторон 12 × 12 × 5 см.

3.3.5 Патрон для твердофазной экстракции с сорбентом оксида алюминия.

3.3.6 Алюминия оксид активированный кислый pH = 4,5 ± 0,5, зернением от 0,05 до 0,15 мм, удельной поверхностью 155 м²/г для колоночной хроматографии.

3.3.7 Шприц медицинский инъекционный вместимостью от 10 до 20 см³ по ГОСТ Р ИСО 7886-1.

3.3.8 Микрошприц типа МШ-1 или Газохром-101 вместимостью 1,0 мм³ (1 мкл) с ценой деления не более 0,02 мм³ (0,02 мкл).

3.3.9 Пипетки с одной меткой вместимостью 5 см³ 1-го класса точности по ГОСТ 29169.

3.3.10 Пипетки градуированные вместимостью 1, 5, 10 см³ 1-го класса точности по ГОСТ 29227.

3.3.11 Стаканы термостойкие вместимостью 50, 200 см³ по ГОСТ 25336.

3.3.12 Колбы мерные с пришлифованной пробкой вместимостью 25, 50, 100, 250 см³ 1-го класса точности по ГОСТ 1770.

3.3.13 Пробки стеклянные с конусом 29/32 по ГОСТ 1770.

3.3.14 Чашка выпарная круглодонная вместимостью 100 см³ по ГОСТ 25336.

3.3.15 Палочка стеклянная с оплавленным концом.

3.3.16 Термостат или баня водяная.

3.3.17 Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

3.3.18 Линейка металлическая по ГОСТ 427.

3.3.19 Пинцет медицинский по ГОСТ 21241.

3.3.20 Красители синтетические стандартные эритрозин и флоксин В массовой долей красящих веществ не менее 85 % по 3.4.4.1.

3.3.21 Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч., ледяная, раствор массовой концентрации 10 г/дм^3 готовят по ГОСТ 4517.

3.3.22 Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

3.3.23 Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч. д. а., раствор массовой концентрации 250 г/дм^3.

3.3.24 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.3.25 Ацетон по ГОСТ 2603, ч. д. а.

3.3.26 Метилэтилкетон (2-бутанон) для хроматографии.

3.3.27 Мешалка магнитная с максимальной скоростью вращения магнитного ротора 1400 об/мин.

3.3.28 Фильтры бумажные обеззоленные «Красная лента».

3.3.29 Цилиндр мерный вместимостью 100 см^3, с ценой наименьшего деления 1 см^3, 1-го класса точности по ГОСТ 1770.

3.3.30 pH-метр со стеклянным электродом диапазоном измерения от 1 до 14 ед. pH и пределами допускаемой абсолютной погрешности измерений ± 0,05 ед. pH.

3.3.31 Фильтры стеклянные по ГОСТ 25336.

Допускается применение других средств измерений и вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов по качеству не хуже вышеуказанных.

3.4 Подготовка к анализу

3.4.1 Приготовление элюента

В мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 50 см^3 вносят пипетками, индивидуальными для каждого реактива, 6 см^3 ацетона, 14 см^3 метилэтилкетона, 0,1 см^3 водного аммиака и 6 см^3 дистиллированной воды. Колбу закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

Элюент готовят за 1 ч до начала анализа. Не допускается повторное использование элюента.

3.4.2 Приготовление экстрагента

В мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 250 см^3 вносят пипеткой 0,1 см^3 водного аммиака и отмеряют цилиндром 50 см^3 этилового спирта и 50 см^3 дистиллированной воды. Закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Раствор готовят непосредственно перед анализом.

3.4.3 Приготовление водно-спиртового раствора

В мерную колбу вместимостью 250 см^3 отмеряют цилиндром 50 см^3 этилового спирта и 50 см^3 дистиллированной воды. Закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Раствор готовят непосредственно перед анализом.

3.4.4 Приготовление растворов КО

3.4.4.1 В необходимое число стаканов вместимостью 50 см^3 каждый взвешивают по 0,05 г красителей по 3.3.20 на лабораторных весах (с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,1 мг), характеристики которых приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Стандартные красители и их характеристика

Наименование красителя	Номер красителя*	Номер пищевой добавки**	Значения R_f***
Эритрозин	45430	Е127	0,83; 0,69
Флоксин В	45410	—	0,77; 0,71

* Номер красителя — в соответствии с международной классификацией красителей.

** Номер красителя — в соответствии с Европейской кодификацией пищевых добавок.

*** Значения R_f получены при условиях проведения анализа стандартных синтетических красителей по 3.2 с использованием средств измерений, вспомогательного оборудования, реактивов и материалов, указанных в 3.3.

3.4.4.2 В каждый стакан с 0,05 г стандартного красителя, подготовленного по 3.4.4.1, прибавляют 5 см^3 раствора, полученного по 3.4.3, и перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения. Для интенсификации растворения допускается нагревание раствора в стакане на водяной бане до температуры не более 70 °С. Затем раствор охлаждают до 20 °С и переносят в мерную колбу вместимостью

25 см³, доводят объем до метки раствором, полученным по 3.4.3, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Раствор КО хранят в склянках из темного стекла с завинчивающейся пробкой при комнатной температуре — не более 6 мес.

3.4.5 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 8756.0.

3.4.6 Подготовка проб

Подготовку проб проводят по ГОСТ 26671, при этом жидкую и измельченную твердую части не объединяют и анализируют отдельно.

3.4.7 Извлечение красителей из анализируемых проб компотов методом твердофазной экстракции

3.4.7.1 Приготовление экстракта твердой части анализируемой пробы компотов

В стакане вместимостью 50 см³ взвешивают на лабораторных весах по ГОСТ Р 53228 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 100 мг не менее 5 г измельченной твердой части пробы компота, полученной по 3.4.6. Затем в стакан прибавляют экстрагент, приготовленный по 3.4.2 из расчета не менее 8 см³ на 1 г измельченной твердой части пробы. Содержимое стакана перемешивают на магнитной мешалке в течение 10 мин.

Полученную суспензию фильтруют через стеклянный или бумажный фильтр, твердую часть промывают экстрагентом по 3.4.2 из расчета не менее 10 см³ на 1 г измельченной твердой части компота.

3.4.7.2 Подготовка патрона для твердофазной экстракции красителей

Медицинским шприцем набирают от 10 до 20 см³ раствора ледяной уксусной кислоты массовой концентрации 10 г/дм³, соединяют шприц с патроном для твердофазной экстракции, заполненным оксидом алюминия. Патрон промывают раствором ледяной уксусной кислоты массовой концентрации 10 г/дм³ со скоростью от 10 до 20 капель в минуту. Объем пропускаемого через патрон раствора ледяной уксусной кислоты должен быть не менее 25 см³. Затем патрон отсоединяют от шприца.

3.4.7.3 Сорбция красителей из экстракта

Измеряют при 20 °С на pH-метре со стеклянным электродом значение pH экстракта, полученного по 3.4.7.1. В случае отклонения измеренного значения от заданного интервала (pH от 2,5 до 3,5 ед. pH) корректируют pH экстракта добавлением ледяной уксусной кислоты.

Медицинским шприцем набирают по 20 см³ экстракта и соединяют шприц с патроном, подготовленным по 3.4.7.2. Пропускают анализируемый экстракт через патрон по одной капле со скоростью от 10 до 20 капель в минуту. По достижении нижней границей окрашенного слоя сорбента основания патрона, шприц отсоединяют от первого патрона, подсоединяют ко второму патрону и пропускают анализируемый экстракт через второй патрон. Объем пропускаемого через патрон экстракта должен быть не менее 40 см³. При необходимости используют от 1 до 3 патронов, подготовленных по 3.4.7.2. После этого промывают каждый патрон с сорбированным красителем 25 см³ раствора ледяной уксусной кислоты по одной капле со скоростью от 10 до 20 капель в минуту.

3.4.7.4 Десорбция красителей из патронов водным аммиаком

Медицинским шприцем набирают 10 см³ водного аммиака и соединяют шприц с патроном, содержащим краситель, сорбированный из экстракта по 3.4.7.3. Пропускают водный аммиак через патрон по одной капле со скоростью от 10 до 20 капель в минуту. При необходимости промывание патрона водным аммиаком повторяют до полного обесцвечивания сорбента (оксида алюминия) в патроне. Элюат (раствор водного аммиака с красителем, извлеченным из патрона) собирают в выпарную чашку и выпаривают досуха на водяной бане с температурой от 80 °С до 90 °С. Сразу после испарения раствора аммиака чашку с сухим остатком (красителем) охлаждают.

Краситель растворяют в чашке, добавляя липеткой от 0,5 до 1,0 см³ раствора, приготовленного по 3.4.3.

3.4.7.5 Сорбция красителей из жидкой части анализируемой пробы компота

Измеряют при 20 °С на pH-метре со стеклянным электродом значение pH жидкой части анализируемой пробы компота, полученной по 3.4.6. В случае отклонения измеренного значения от заданного интервала (pH от 2,5 до 3,5 ед. pH) доводят pH жидкой части анализируемой пробы компота добавлением ледяной уксусной кислоты.

Медицинским шприцем набирают от 5 до 10 см³ жидкой части анализируемой пробы компота и соединяют шприц с патроном, подготовленным по 3.4.7.2. Пропускают анализируемую жидкую часть компота через патрон по одной капле со скоростью от 10 до 20 капель в минуту. По достижении нижней границей окрашенного слоя сорбента основания патрона, шприц отсоединяют от первого патрона, подсоединяют ко второму патрону и пропускают анализируемую жидкую часть через второй патрон. При необходимости используют от 1 до 2 патронов, подготовленных по 3.4.7.2. После этого промывают каж-

дый патрон с сорбированным красителем 25 см^3 раствора ледяной уксусной кислоты по одной капле со скоростью от 10 до 20 капель в минуту.

3.4.7.6 Десорбция красителей из патронов водным аммиаком

Медицинским шприцем набирают 10 см^3 водного аммиака и соединяют шприц с патроном, содержащим сорбированный из жидкой части анализируемой пробы компота краситель по 3.4.7.5. Десорбцию красителей из патронов проводят водным аммиаком — по 3.4.7.4.

Краситель растворяют в чашке, добавляя пипеткой от 0,5 до 1,0 см^3 раствора, приготовленного по 3.4.3.

3.4.8 Подготовка хроматографической камеры

В хроматографическую камеру вносят элюент по 3.4.1 в количестве, необходимом для погружения хроматографической пластины на глубину не более 0,5 см от нижнего края пластины. Камеру плотно закрывают и выдерживают в течение 1 ч.

3.4.9 Подготовка пластин для ТСХ анализа

На хроматографическую пластину карандашом наносят линию старта на расстоянии 1 см от края пластины и линию границы элюента на расстоянии 7 см от линии старта (параллельно рискам на обратной стороне пластины). На линию старта карандашом наносят точки с интервалом не менее 1 см.

3.5 Обнаружение и идентификация красителей

На хроматографическую пластину шириной 10 см, подготовленную по 3.4.9, микрошприцем наносят на линию старта в несколько приемов с промежуточным подсушиванием на воздухе от 0,3 до 1,0 мм^3 растворов КО, приготовленных по 3.4.4.2, и от 0,5 до 3,0 мм^3 анализируемых растворов красителей по 3.4.7.4 и 3.4.7.6. После нанесения растворов пластину подсушивают в течение от 3 до 4 мин и затем пинцетом помещают в хроматографическую камеру, подготовленную по 3.4.8, под углом примерно 45°. Камеру плотно закрывают. Элюирование заканчивают при достижении элюентом линии границы элюента — 7,0 см от линии старта. По окончании элюирования хроматографическую пластину вынимают и подсушивают.

Линейкой измеряют расстояние от центра каждого пятна красителя и линии границы элюента до линии старта.

4 Обработка результатов

4.1 Значение R_f стандартного синтетического красителя вычисляют по формуле

$$R_f = \frac{l_k}{l_э}, \quad (1)$$

где $l_к$ — расстояние до линии старта от центра пятна стандартного синтетического красителя, см;

$l_э$ — расстояние до линии старта от линии границы элюента, см.

4.2 Значение R'_f обнаруженного красителя вычисляют по формуле

$$R'_f = \frac{l'_k}{l_э}, \quad (2)$$

где $l'_к$ — расстояние до линии старта от центра пятна обнаруженного синтетического красителя, см;

$l_э$ — расстояние до линии старта от линии границы элюента, см.

4.3 Сравнивают значения R'_f, рассчитанные по формуле 2, со значениями R_f КО, рассчитанными по формуле 1, и при совпадении R'_f и цвета пятен обнаруженных красителей с R_f и цветом пятен КО делают заключение о наличии или отсутствии эритрозина и флоксина В в анализируемом компоте.

УДК 663/664:667.28 ОКС 67.080.10 Н09 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: пищевые продукты, консервированные компоты, синтетические красители, флоксин В, эритрозин, идентификация синтетических красителей, метод тонкослойной хроматографии

Редактор *М.Е. Никулина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 24.08.2011. Подписано в печать 06.09.2011. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,79. Тираж 211 экз. Зак. 827.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник»,
117418 Москва, Нахимовский проспект, 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru