Утвержден 31.07.1973 № 1112-73

Определение хлората магния в виноградном сусле, соке и вине, тонкослойной хроматографией

Принцип метода. Метод* основан на хроматографировании исследуемой пробы в тонком слое закрепленного силикагеля с последующим проявлением хлорат-иона раствором *о*-толидина в солянокислой среде. Чувствительность реакции на пластинке 1 мкг хлорат-иона, что позволяет определять при нанесении на пластинку 0,2 мл пробы около 5 мг, а при нанесении 0,5 мл около 2 мг хлорат-иона в 1 л продукта.

Реактивы и растворы

Исходный стандартный раствор хлората калия (10 мкг хлорат-иона в 1 мл).

Ацетон х. ч.

25 %-ный аммиак.

н-Бутиловый спирт х. ч.

Гипс медицинский.

Силикагель КСК (100—200 меш).

Соляная кислота концентрированная х. ч.

о-Толидин х. ч.

Этиловый спирт.

Приборы и посуда

Компрессор.

Пипетки на 0,1, 0,2, 1,0 и 5 мл.

Пульверизаторы стеклянные.

Хроматографические пластинки 9 × 12 см.

Хроматографические камеры.

Приготовление пластинок

Сорбционную массу готовят отдельно для каждой пластинки. В фарфоровой чашке тщательно растирают 1,62 г силикагеля и 0,08 г гипса, смесь переносят в коническую колбу на 75—100 мл, прибавляют 5,4 мл дистиллированной воды и взбалтывают 1 мин. Суспензию выливают на пластинку и равномерно распределяют по всей поверхности.

---

* Н. М. Павленко, Е. М. Колобородова, Л. Г. Владимирова, Л. В. Зверева (ВНИИ виноградарства и виноделия «Магарач»).

gost.e-ecolog.ru

Пластинки сушат на воздухе 18—24 ч, хранят в эксикаторе над хлористым кальцием.

Ход анализа. Если необходимо, пробы осветляют центрифугированием или фильтрованием. Хорошие результаты дает центрифугирование свежеотжатого сусла при 9000 об/мин в течение 15 мин.

На хроматографическую пластинку наносят анализируемую пробу сусла, сока или вина в объеме 0,2—0,5 мл. Слева и справа наносят стандартные растворы, содержащие 1 мкг хлорат-иона в объеме, равном объему анализируемого образца. Следует применять сушку теплым воздухом, так как при этом сокращается время нанесения до 1,5—2 ч.

Пластинку помещают в хроматографическую камеру. Подвижным растворителем служит смесь ацетона, бутанола, аммиака и воды (65 : 20 : 10 : 5). После поднятия фронта растворителя на 10 см пластинку извлекают из камеры, проветривают и опрыскивают 0,1 %-ным раствором *о*-толидина в 2 н. растворе соляной кислоты. Затем пластинку опрыскивают из другого пульверизатора концентрированной соляной кислотой.

Хлорат-ион проявляется через 5—15 мин после опрыскивания в виде пятен желтого цвета с R_f 0,7—0,8. При большой концентрации хлората магния пятно имеет оранжевую окраску. В этом случае пробу разбавляют в 2—4 раза и более и наносят на пластинки аликвотные части. Появление желтого пятна на хроматограмме свидетельствует о том, что проба содержит 1 мкг хлорат-иона или больше.

Расчет. Содержание хлорат-иона в пробе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A \cdot n}{P}, \text{ где}$$

X – содержание хлорат-иона в пробе, мг/л;

A – концентрация хлорат-иона, найденная на пластинке (1 или 2 мкг);

P – объем анализируемой части пробы, мл;

n – кратность разбавления пробы.

gost.e-ecolog.ru