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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33457— 2015

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ФРУКТОВ И ОВОЩЕЙ

Метод качественного определения синтетических красителей с применением ион-парного экстрагирования

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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 РАЗРАБОТАН Федеральным бюджетным государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт технологии консервирования» (ФБГНУ «ВНИИТеК»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 августа 2015 г. № 79-П)

За принятие голосовали:

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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 4 сентября 2015 г. № 1277-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33457—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном 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, 2016

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 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы, материалы 2
6 Отбор и подготовка проб 3
7 Требования безопасности 3
8 Условия проведения определений 3
9 Подготовка к проведению определений 4
10 Проведение определений 4
11 Представление результатов 5
Приложение А (обязательное) Водорастворимые синтетические красители и их основные характеристики 6
Приложение Б (справочное) Мешающее влияние некоторых натуральных (природных) красителей . . 7

Введение

Синтетические красители часто используют недобросовестные производители для фальсификации продуктов переработки фруктов и овощей в качестве пищевых добавок по причине доступности этих красителей, хорошей растворимости их в воде, относительной устойчивости к высоким температурам и длительному хранению, а также широкой цветовой гаммы, позволяющей имитировать естественный цвет продукта.

Настоящий стандарт предназначен для применения при проверке продуктов переработки фруктов и овощей, в которых присутствие добавленных красителей не допускается действующим законодательством либо техническими условиями на продукт, а также продуктов, в маркировке которых содержится информация об отсутствии в них этих веществ.

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ФРУКТОВ И ОВОЩЕЙ

Метод качественного определения синтетических красителей с применением ион-парного экстрагирования

Fruit and vegetable products.
Method for qualitative detection of synthetic colours using ion-paired extraction

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на продукты переработки фруктов и овощей и устанавливает метод качественного определения (обнаружения) следующих синтетических водорастворимых красителей (далее — красители) по отдельности или в их различных сочетаниях:

Амарант	Понсо 4 R
Азорубин (кармуазин)	Синий блестящий
Желтый «Солнечный закат»	Синий патентованный
Индигокармин	Тартразин
Красный очаровательный	Хинолиновый желтый
Красный 2 G	

Предел обнаружения указанных красителей составляет не менее $5 \cdot 10^{-3}$ %.

Систематические названия, брутто-формулы и идентификационные номера вышеуказанных красителей приведены в приложении А.

Натуральные (природные) красители, способные оказать влияние на результаты определений по данному методу, приведены в приложении Б.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.103—83 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

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

ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

ГОСТ 26313—2014 Продукты переработки фруктов и овощей. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 26671—2014 Продукты переработки фруктов 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 OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ ISO 3696—2013* Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний

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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя за текущий год. 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 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **синтетический водорастворимый краситель:** Пищевой краситель, полученный методами органического синтеза, не имеющий природных аналогов и обладающий в водных растворах ярко выраженной окраской.

3.2 **обнаружение красителей:** Качественное определение присутствия или отсутствия красителей.

4 Сущность метода

Метод основан на селективном экстрагировании водорастворимых синтетических красителей от прочих красящих веществ путем ион-парного экстрагирования в органический растворитель и последующей визуальной оценке окраски полученного экстракта.

Присутствие синтетических красителей в продуктах переработки фруктов и овощей обнаруживают путем сравнения окраски экстракта пробы с окраской экстракта контрольного определения.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы, материалы

5.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и посуда

Весы с пределами допускаемой абсолютной погрешности ±0,1 г по ГОСТ OIML R 76-1 или по нормативным документам государств, принявших стандарт.

Центрифуга лабораторная, обеспечивающая центробежное ускорение в основании центрифужных пробирок не менее 1000 g, в комплекте с центрифужными пробирками подходящей вместимости с завинчивающимися крышками.

Измельчитель высокоскоростной любого типа.

Таймер лабораторный с погрешностью установки времени ±5 с.

Лампа люминесцентная дневного света мощностью от 15 до 20 Вт и световым потоком от 800 до 1200 Лм.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

Воронка делительная Гилсона вместимостью 250 $см^3$ с краном и притертой пробкой*.

Колба коническая Кн-2-250-34 по ГОСТ 25336.

Комплект для фильтрования растворов при пониженном давлении с водоструйным или электрическим насосом.

Колбы мерные 2-100-2 и 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2-2-2-5 и 2-2-2-10 по ГОСТ 29169.

Цилиндр мерный 1-100-2 по ГОСТ 1770.

Стакан В-1-50 по ГОСТ 25336.

5.2 Реактивы и материалы

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026 марки ФОБ.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166, х. ч.

Хлороформ массовой долей основного вещества не менее 98 % (допускается использовать хлороформ, стабилизированный этанолом).

Ацетонитрил массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Гексан массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Тетрабутиламмоний бромид $C_{16}H_{36}BrN$ массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Диатомит (кизельгур)** размером частиц от 0,1 до 0,2 мм (позиция, не обязательная к применению).

Вода по ГОСТ ISO 3696, 3-й степени чистоты.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам, а также посуды, реактивов и материалов по качеству не хуже вышеуказанных.

6 Отбор и подготовка проб

Отбор проб — по ГОСТ 26313, подготовка их к определению — по ГОСТ 26671.

Подготовленную пробу помещают в подходящую герметичную емкость. Емкость закрывают крышкой и хранят таким образом, чтобы не допустить порчи и изменения состава пробы. Определения проводят как можно скорее, но не более чем в течение 24 ч после гомогенизации.

7 Требования безопасности

7.1 При выполнении определений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.103.

7.2 Помещение лаборатории, в котором проводят определения, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021, соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

7.3 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

8 Условия проведения определений

При подготовке и проведении определений должны выполнять следующие условия:

- атмосферное давление . . . . . от 84,0 до 106,7 кПа;
- температура окружающего воздуха . . . . . от 10 °С до 35 °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . от 40 % до 95 %;
- напряжение в электросети . . . . . от 210 до 230 В;
- частота тока в электросети . . . . . от 49 до 51 Гц.

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

Все операции с реактивами следует проводить в вытяжном шкафу.

---

* Каталожный номер 2393 T/632 426 353 256, фирма SIMAX, Чехия. Данная информация является рекомендуемой, приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования других делительных воронок с аналогичными свойствами.

** Например, диатомит марки Celite® 545. Данная информация является рекомендуемой, приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования диатомита других марок с аналогичными свойствами.

9 Подготовка к проведению определений

9.1 Приготовление раствора сернокислого натрия массовой концентрации 150 г/дм^3

150,0 г сернокислого натрия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, объем содержимого колбы доводят до метки водой, содержимое колбы перемешивают.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 3 мес.

9.2 Приготовление раствора бромида тетрабутиламмония массовой концентрации 60 г/дм^3

6,0 г бромида тетрабутиламмония растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 см^3, объем содержимого колбы доводят до метки водой, содержимое колбы перемешивают.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 1 мес.

9.3 Приготовление органического экстрагента

Смешивают хлороформ с ацетонитрилом в мерном цилиндре в объемном соотношении 4:1 соответственно.

Срок хранения раствора в плотно укупоренном сосуде из темного стекла при комнатной температуре — не более 1 мес.

10 Проведение определений

10.1 Приготовление раствора пробы

10.1.1 Приготовление раствора пробы продуктов переработки фруктов и овощей, не содержащих каротиноиды (продукты переработки винограда, черной и красной смородины, вишни, черешни, граната, черники, голубики, ежевики, малины, клюквы, земляники)

Взвешивают (10,0 ± 0,1) г подготовленной пробы, помещают в коническую колбу, добавляют цилиндром 100 см^3 раствора сульфата натрия, приготовленного по 9.1. Закрывают колбу и тщательно перемешивают содержимое в ней. Если полученный раствор содержит видимые не растворимые в воде вещества, его полностью фильтруют через бумажный фильтр или центрифугируют при факторе разделения не менее 900 g. Полученный прозрачный фильтрат или супернатант полностью используют для дальнейшего определения.

10.1.2 Приготовление раствора пробы продуктов переработки фруктов и овощей, содержащих каротиноиды (продукты переработки томатов, моркови, цитрусовых, абрикосов, персиков, облепихи, манго, гуавы, папайи)

Взвешивают (10,0 ± 0,1) г подготовленной пробы, помещают в коническую колбу, добавляют цилиндром 100 см^3 раствора сульфата натрия, приготовленного по 9.1. Закрывают колбу и тщательно перемешивают содержимое в ней, затем центрифугируют при факторе разделения не менее 900 g в течение 5 мин. Полученный прозрачный супернатант полностью используют для дальнейшего определения. В качестве альтернативы центрифугированию содержимое колбы полностью фильтруют при небольшом разрежении через бумажный фильтр, при этом для предотвращения блокирования пор фильтра частицами мякоти пробы рекомендуется предварительно насыпать поверх фильтра слой диатомита толщиной 1 см.

Далее из полученного фильтрата удаляют каротиноиды. Для этого раствор пробы переносят в делительную воронку и добавляют 20 см^3 гексана. Воронку интенсивно встряхивают в течение 1 мин, после разделения водной и органической фаз верхний слой отбрасывают.

Данную операцию повторяют до получения бесцветного органического экстракта, что является критерием достижения необходимой полноты удаления каротиноидов из раствора пробы. Полученную после удаления каротиноидов водную фазу используют для дальнейшего определения.

10.2 Ион-парное экстрагирование

Водный раствор пробы, полученный по 10.1.1 и 10.1.2, помещают в делительную воронку, в которую добавляют пипеткой 5 см^3 раствора бромида тетрабутиламмония, приготовленного по 9.2, и 10 см^3 органического экстрагента, приготовленного по 9.3. Содержимое воронки интенсивно встряхивают в течение 1 мин и оставляют воронку в покое до полного разделения слоев.

10.3 Контрольное определение

Проводят все операции, как указано в 10.1, используя вместо пробы воду по ГОСТ ISO 3696.

11 Представление результатов

Сравнивают окраску экстракта из пробы (нижнего слоя) в узкой части делительной воронки с окраской экстракта, полученного в контрольном определении по 10.3 на белом фоне при освещении люминесцентной лампой дневного света.

Заключение о присутствии или отсутствии красителей в продуктах переработки фруктов или овощей оформляют в протоколе испытаний в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

Характер наблюдаемой окраски при сравнении	Заключение	Представление результата
Интенсивность окраски выражена настолько четко, что позволяет охарактеризовать цвет экстракта по сравнению с контрольным определением	Положительное	Синтетические красители в пробе обнаружены
Интенсивность окраски выражена настолько слабо, что не позволяет охарактеризовать цвет экстракта по сравнению с контрольным определением	Отрицательное	Синтетические красители в пробе не обнаружены
Примечание — Окраска экстракта считается видимой, если она выражена настолько, что позволяет охарактеризовать цвет невооруженным глазом.		

Приложение А
(обязательное)

Водорастворимые синтетические красители и их основные характеристики

А.1 Водорастворимые синтетические сульфокислотные красители и их основные характеристики приведены в таблице А.1.

Таблица А.1

Систематическое наименование и брутто-формула	Номер красителя*	Индекс пищевой добавки**	Содержание основного красящего вещества, %, не менее
Азокрасители			
Тартразин (тринатриевая соль 5-окси-1-(п-сульфофенил)-4-[(п-сульфофенил)-азо]-пиразол-3-карбоновой кислоты $C_{16}H_9N_4Na_3O_9S_2$)	CI 19140	E102	85
Желтый «Солнечный закат» (динатриевая соль 6-гидрокси-5-[(4-сульфофенил)-азо]-2-нафталинсульфоновой кислоты $C_{16}H_{10}N_2O_7S_2Na_2$)	CI 15985	E110	85
Азорубин (динатриевая соль 4-гидрокси-3-(4-сульфонато-1-нафтилазо)-1-нафталинсульфоновой кислоты $C_{20}H_{12}N_2O_7S_2$ Na_2)	CI 14720	E122	85
Амарант (тринатриевая соль 3-гидрокси-4-(4-сульфонато-1-нафтилазо)-2,7-нафталиндисульфоновой кислоты $C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3$)	CI 16185	E123	85
Понсо 4R [тринатриевая соль 2-гидрокси-1-(4-сульфонато-1-нафтилазо)-6,8-нафталиндисульфоновой кислоты $C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3$]	CI 16255	E124	85
Красный 2G (динатриевая соль 8-ацетамид-1-гидрокси-2-фенилазонафталин-3,6 дисульфоновой кислоты $C_{18}H_{13}N_3Na_2O_8S_2$)	CI 18050	E128	80
Красный очаровательный АС (динатриевая соль 6-гидрокси-5-[(2-метокси-5-метил-4-сульфофенил)-азо]-2-нафталинсульфоновой кислоты $C_{18}H_{14}N_2Na_2O_8S_2$)	CI 16035	E129	80
Триарилметановые красители			
Синий патентованный V (натриевая или кальциевая соль 2-[(4-диэтиламинфенил) (4-диэтилимино-2,5-циклогексадиен-1-илиден)метил]-4-гидрокси-1,5-бензодисульфоновой кислоты $C_{27}H_{31}N_2O_7S_2Na$)	CI 42051	E131	85
Синий блестящий FCF (динатриевая соль 3(N-этил-N-(4-((4-(N-этил-N-(3-сульфонатобензил)-амино)фенил)(2-сульфонато-фенил)метилен)-2,5-цикло- гексадиен-1-илиден)аммониометил)-бензосульфоновой кислоты $C_{37}H_{34}N_2Na_2O_9S_3$)	CI 42090	E133	85
Индигоидный краситель			
Индигокармин (динатриевая соль индиго-5,5'-дисульфокислоты $C_{16}H_8N_2O_8S_2Na_2$)	CI 73015	E132	85
Хинолиновый краситель			
Хинолиновый желтый (динатриевая соль 2-(2-хинолил)-1,3-индандиондисульфоновой кислоты $C_{18}H_9NO_8S_2Na_2$)	CI 47005	E104	70
* Номер красителя приведен в соответствии с международным каталогом красителей Colour Index. ** Индекс красителя приведен в соответствии с европейской кодификацией пищевых добавок.			

Приложение Б
(справочное)

Мешающее влияние некоторых натуральных (природных) красителей

Натуральные (природные) красители, приведенные в таблице Б.1, содержащиеся в продуктах переработки фруктов и овощей в больших количествах, могут мешать обнаружению синтетических красителей данным методом (давать ложноположительный результат), экстрагируясь вместе с ними.

Таблица Б.1

Наименование красителя	Применение в пищевых продуктах	Мешающее влияние на обнаружение красителя
Куркумин	Используют как желтый краситель, добываемый из корня куркумы	Все азокрасители
Сафлор красильный	Заменитель дорогостоящего шафрана	Тартразин
Кармин	Красный краситель, получаемый из карминовой кислоты, производимой кошенилью	Все азокрасители

УДК 664.841/851.001.4:006.354 МКС 67.080.01

Ключевые слова: продукты переработки фруктов и овощей, синтетические водорастворимые красители, обнаружение, ион-парное экстрагирование, экстракт, экстрагент, окраска, сравнение

Редактор *Л.Л. Штендель*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 26.10.2015. Подписано в печать 10.02.2016. Формат 60×84 ⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12. Тираж 54 экз. Зак. 3717.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru