МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33292— 2015

ДОБАВКИ ПИЩЕВЫЕ

Методы идентификации и определения массовой доли основного красящего вещества в пищевом красителе желтый хинолиновый Е104

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

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 государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт пищевых добавок» (ФГБНУ ВНИИПД)

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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 мая 2015 г. № 77-П)

За принятие 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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 июня 2015 г. № 718-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33292—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, 2015

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 Отбор проб . . . 2
4 Требования безопасности . . . 3
5 Условия проведения анализа . . . 3
6 Требования к квалификации оператора . . . 3
7 Средства измерений, вспомогательное оборудование и устройства, посуда, реактивы и материалы . . . 4
8 Спектрофотометрический метод качественного определения (идентификации) основного красящего вещества красителя . . . 4
8.1 Сущность метода . . . 4
8.2 Подготовка к анализу . . . 5
8.3 Проведение анализа . . . 5
9 Спектрофотометрический метод определения массовой доли основного красящего вещества красителя . . . 5
9.1 Сущность метода . . . 5
9.2 Подготовка к анализу . . . 5
9.3 Проведение анализа . . . 5
9.4 Обработка результатов анализа . . . 5
9.5 Метрологические характеристики метода . . . 6
9.6 Оформление результатов . . . 6
10 Хроматографический метод качественного определения (идентификации) красителя в тонком слое сорбента . . . 6
10.1 Сущность метода . . . 6
10.2 Подготовка к анализу . . . 6
10.3 Проведение анализа . . . 7

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ДОБАВКИ ПИЩЕВЫЕ

Методы идентификации и определения массовой доли основного красящего вещества в пищевом красителе желтый хинолиновый Е104

Food additives. Methods for identification and determination of total coloring matters percentage in food colour quinoline yellow E104

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку Е104, представляющую собой пищевой краситель желтый хинолиновый (далее — краситель) и устанавливает:

- спектрофотометрический метод качественного определения (идентификации) основного красящего вещества красителя;
- спектрофотометрический метод определения массовой доли основного красящего вещества красителя;
- хроматографический метод качественного определения (идентификации) красителя в тонком слое сорбента.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.0.004—90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

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 12.2.007.0—75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. 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 OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4198—75 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 4919.2—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов

ГОСТ 5830—79 Реактивы. Спирт изоамиловый. Технические условия

ГОСТ 6016—77 Реактивы. Спирт изобутиловый. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8682—93 (ИСО 383—76) Посуда лабораторная стеклянная. Шлифы конические взаимозаменяемые

ГОСТ 9875—88 Диэтиламин технический. Технические условия

ГОСТ 11773—76 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный. Технические условия

ГОСТ 13647—78 Реактивы. Пиридин. Технические условия

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

ГОСТ 18300—87* Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. 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 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

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

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 «Национальные стандарты» 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 Отбор проб

3.1 Пробы для анализа красителя отбирают из каждой упаковочной единицы партии красителя, попавшей в выборку по 3.2.

Партией считают количество красителя, произведенное одним изготовителем по одному нормативному документу за один технологический цикл, в одинаковой упаковке, сопровождаемое товаросопроводительной документацией, обеспечивающей прослеживаемость продукции.

3.2 Выборку упаковочных единиц из партии осуществляют методом случайного отбора в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

Количество упаковочных единиц в партии, шт.	Объем выборки, шт.
От 2 до 15 включ.	2
» 16 » 25 »	3
» 26 » 90 »	5
» 91 » 150 »	8
» 151 » 500 »	13
» 501 » 1200	20

3.3 Из разных мест каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку в соответствии с таблицей 1, отбирают мгновенные пробы с помощью пробоотборника (щупа), погружая его не менее, чем на 3/4 глубины.

Масса мгновенной пробы должна быть не более 10 г.

Количество и масса мгновенных проб от каждой упаковочной единицы должны быть одинаковыми.

[1] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

3.4 Составляют суммарную пробу, для этого мгновенные пробы, отобранные по 3.2 помещают в сухую чистую емкость из стекла или полимерных материалов и тщательно перемешивают.

Рекомендуемая масса суммарной пробы должна быть не менее 50 г.

3.5 При необходимости уменьшения суммарной пробы может быть использован метод квартования. Для этого суммарную пробу высыпают на чистый стол и разравнивают тонким слоем в виде квадрата. Затем ее деревянными планками со скошенными ребрами ссыпают с двух противоположных сторон на середину так, чтобы образовался валик. Суммарную пробу с концов валика также ссыпают на середину, снова разравнивают в виде квадрата толщиной слоя от 1 до 1,5 см и планкой делят по диагонали на четыре треугольника. Две противоположные части пробы отбрасывают, а две оставшиеся соединяют, перемешивают и вновь делят на четыре треугольника. Деление повторяют необходимое число раз. Продолжительность процедуры квартования должна быть минимальной.

3.6 Подготовленную суммарную пробу делят на две равные части, которые помещают в чистые, сухие, плотно закрывающиеся стеклянные или полимерные емкости.

Емкость с первой частью суммарной пробы направляют в лабораторию для проведения анализов.

Емкость со второй частью пробы опечатывают, пломбируют и хранят для повторного контроля в случае возникновения разногласий в оценке качества и безопасности красителя. Срок хранения пробы при температуре (20 ± 5) °С и относительной влажности не более 60 % — до окончания срока годности красителя.

3.7 Емкости с пробами снабжают этикетками, на которых должны быть указаны:

- полное наименование красителя и его Е номер;
- наименование и местонахождение изготовителя;
- номер партии;
- масса нетто партии;
- количество упаковочных единиц в партии;
- дата изготовления;
- дата отбора проб;
- срок хранения пробы;
- фамилии лиц, проводивших отбор данной пробы.

4 Требования безопасности

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

4.2 Помещение, в котором проводят анализы, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

4.3 Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.2.007.0.

4.4 Организация обучения работающих безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

4.5 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

4.6 При работе с пищевым красителем контроль воздуха рабочей зоны должен осуществляться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

5 Условия проведения анализа

При подготовке и проведении измерений должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . от 10 °С до 35 °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . от 40 % до 95 %;
- напряжение в электросети . . . . . $220^{+10\%}_{-15\%}$ В;
- частота тока в электросети . . . . . от 49 до 51 Гц.

Все операции с реактивами следует проводить в вытяжном шкафу.

6 Требования к квалификации оператора

К проведению анализа допускаются специалисты, изучившие методики анализа, прошедшие обучение работе с приборами и инструктаж по технике безопасности.

7 Средства измерений, вспомогательное оборудование и устройства, посуда, реактивы и материалы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0005 г.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С, ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498.

Секундомер 2-го класса точности с емкостью шкалы счетчика 30 мин, с ценой деления 0,20 с.

Линейка металлическая по ГОСТ 427 с диапазоном измерения от 1,0 до 300 мм с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,1 мм.

Спектрофотометр с диапазоном измерения в интервале длин волн от 350 до 700 нм, допустимой абсолютной погрешностью коэффициента пропускания не более 1 %, укомплектованный компьютером, принтером и соответствующим программным обеспечением.

pH-метр со стеклянным электродом с диапазоном измерения от 1 до 14 ед. pH, с абсолютной допускаемой погрешностью измерений ± 0,05 ед. pH.

Микрошприц вместимостью 1,0 мм^3 ценой деления не более 0,02 мм^3.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Кюветы кварцевые толщиной поглощающего слоя 1 см.

Камера хроматографическая размерами 12 × 12 × 5 см.

Пластина для тонкослойной хроматографии с силикагелем на полимерной подложке размерами 10 × 10 см.

Палочка стеклянная.

Пинцет медицинский по ГОСТ 21241.

Пробки из пластмассы или стеклянные с конусом 7/16, 10/19, 14/23 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1—1(2)—1—5, 1—1(2)—1—10 по ГОСТ 29227.

Пипетки 1(2)—1—5, 2—1—10 по ГОСТ 29169.

Колбы 2—10—1, 2—50—1, 2—100—1, 2—250—1 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн—1—50—14/23 ТС(ТХС) по ГОСТ 25336 со шлифами Кш 14/23, 19/26 по ГОСТ 8682.

Стаканы В(Н)-1—50 ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—50—1 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, х. ч.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 11773, ч. д. а.

Пиридин по ГОСТ 13647, ч. д. а.

Спирт этиловый ректификованный технический высшего сорта по ГОСТ 18300.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830, ч. д. а.

Спирт изобутиловый по ГОСТ 6016, ч. д. а.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч. д. а.

Диэтиламин технический по ГОСТ 9875.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Краситель пищевой хинолиновый желтый Е104 с массовой долей основного красящего вещества не менее 70 %.

Допускается использование других средств измерений, вспомогательного оборудования и устройств, посуды по метрологическим и техническим характеристикам и реактивов по качеству, не уступающих вышеуказанным и обеспечивающих необходимую точность определения.

8 Спектрофотометрический метод качественного определения (идентификации) основного красящего вещества красителя

8.1 Сущность метода

Метод заключается в сравнении спектров растворов анализируемого красителя и аналогично приготовленного раствора контрольного образца пищевого хинолинового желтого красителя Е104 с массовой долей основного красящего вещества не менее 70 %.

8.2 Подготовка к анализу

8.2.1 Приготовление буферного раствора с pH раствора 7,0 ед. pH

Раствор 1. Раствор натрия фосфорнокислого двузамещенного молярной концентрации c (Na_2HP0_4) = 0,2 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 4919.2 (таблица 1).

Раствор 2. Раствор калия фосфорнокислого однозамещенного молярной концентрации c (KH_2P0_4) = 0,2 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 4919.2 (таблица 1) из 27,22 г препарата.

Буферный раствор с pH раствора 7,0 ед. pH готовят по ГОСТ 4919.2 в колбе вместимостью 100 см^3 разбавлением 32,0 см^3 раствора 1 и 18 см^3 раствора 2 дистиллированной водой до объема 100 см^3.

Измеряют значение pH буферного раствора на pH-метре. В случае отклонения измеренного значения от заданного (7,0 ± 0,1 ед. pH) значение pH доводят добавлением раствора 1 или раствора 2.

Раствор хранят при температуре (20 ± 5) °С — не более 7 дней.

8.2.2 Приготовление раствора контрольного красителя

В стаканчике вместимостью 50 см^3 взвешивают 0,2500 г контрольного красителя. Затем в стаканчик добавляют 20 см^3 буферного раствора по 8.2.1 и перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения. Для интенсификации растворения допускается нагревание раствора в стаканчике на водяной бане до температуры не более 90 °С. Затем раствор охлаждают до (20 ± 1) °С, переносят количественно в мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 250 см^3, доводят объем раствора в колбе буферным раствором по 8.2.1 до метки, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают (раствор А).

Пипеткой отбирают 10 см^3 раствора А и переносят в мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 100 см^3. Доводят объем раствора в колбе до метки буферным раствором по 8.2.1, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают (раствор Б).

Пипеткой отбирают 10 см^3 раствора Б и переносят в мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 100 см^3. Доводят объем раствора в колбе до метки буферным раствором по 8.2.1, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают (раствор В).

8.2.3 Приготовление раствора анализируемого красителя проводят по 8.2.2.

8.3 Проведение анализа

Приготовленные растворы контрольного красителя (раствор В по 8.2.2) и анализируемого красителя (раствор В по 8.2.3) дозируют пипеткой в кюветы спектрофотометра и регистрируют спектры поглощения относительно оптической плотности буферного раствора по 8.2.1 в диапазоне длин волн от 350 до 700 нм в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрофотометра.

Спектры поглощения контрольного и анализируемого красителей должны быть идентичны и иметь максимумы при длине волны (415 ± 1) нм.

При совпадении спектра и положения максимума светопоглощения контрольного и анализируемого красителей идентифицируют анализируемый краситель как пищевой желтый хинолиновый краситель Е104.

9 Спектрофотометрический метод определения массовой доли основного красящего вещества красителя

9.1 Сущность метода

Метод основан на определении массовой доли основного красящего вещества красителя по измерению интенсивности окраски его раствора спектрофотометрическим методом при длине волны (415 ± 1) нм, соответствующей максимуму светопоглощения.

9.2 Подготовка к анализу

Подготовка к анализу — по 8.2.

9.3 Проведение анализа

Кювету спектрофотометра заполняют приготовленным раствором анализируемого красителя (раствор В по 8.2.3) и измеряют оптическую плотность при длине волны (415 ± 1) нм, соответствующей максимуму светопоглощения, относительно оптической плотности буферного раствора по 8.2.1 в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрофотометра.

Оптическая плотность анализируемого раствора должна находиться в диапазоне от 0,3 до 0,7 ед. опт. пл.

9.4 Обработка результатов анализа

Массовую долю основного красящего вещества в анализируемом красителе X, %, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{AVV_1V_3}{E^{1\%}_{1\,см} d\, m V_2 V_4}, \quad (1)$$

где A — оптическая плотность раствора В анализируемого красителя по 9.3, ед. опт. пл.;

V — объем раствора А по 8.2.3, см^3; V = 250 см^3;

V_1 — объем раствора Б по 8.2.3, см^3; V_1 = 100 см^3;

V_2 — объем раствора А, взятого на приготовление раствора Б по 8.2.3, см^3; V_2 = 10 см^3;

V_3 — объем раствора В по 8.2.3, см^3; V_3 = 100 см^3;

V_4 — объем раствора Б, взятого на приготовление раствора В по 8.2.3, см^3; V_4 = 10 см^3;

$E^{1\%}_{1\,см}$ — удельный коэффициент светопоглощения, численно равный оптической плотности раствора красителя, с массовой долей красящего вещества 1 % при толщине поглощающего слоя 1 см, ед. опт. пл. · %$^{-1}$ · см$^{-1}$; $E^{1\%}_{1\,см}$ = 865 ед. опт. пл. · %$^{-1}$ · см$^{-1}$;

d — толщина поглощающего слоя, см; d = 1 см;

m — масса пробы анализируемого красителя, взятой для анализа, г; m = 0,2500 г по 8.2.3.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия приемлемости, представленные в графе 2 таблицы 1.

9.5 Метрологические характеристики метода

Таблица 1

Диапазон измерений массовой доли основного красящего вещества, %	Предел повторяемости r, %, абс., при P = 95 %, n = 2	Предел воспроизводимости R, %, абс., при P = 95 %, m = 2	Границы абсолютной погрешности Δ, %, при P = 95 %
60—95	0,6	1,2	0,6

9.6 Оформление результатов

Результат определения массовой доли основного красящего вещества в пищевом красителе желтый хинолиновый Е104 представляют в виде $(\overline{X} \pm \Delta)$ %.

10 Хроматографический метод качественного определения (идентификации) красителя в тонком слое сорбента

10.1 Сущность метода

Метод основан на разделении красящих веществ в результате различной скорости их перемещения на тонком слое сорбента (ТСХ) в потоке элюента и последующей идентификации.

Идентификацию красителя проводят методом сравнения значений R'_f (отношение расстояния от центра пятна обнаруженного красителя до линии старта к расстоянию линии миграции элюента до линии старта) анализируемого красителя со значением R_f (отношение расстояния от центра пятна контрольного красителя до линии старта к расстоянию линии миграции элюента до линии старта) контрольного образца красителя.

В качестве контрольного образца используют раствор пищевого хинолинового желтого красителя Е104 с массовой долей основного красящего вещества не менее 70 %.

10.2 Подготовка к анализу

10.2.1 Приготовление раствора аммиака (NH_3) массовой концентрации 125 г/дм^3

В мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 10 см^3 вносят пипеткой 5 см^3 водного аммиака. Доводят объем раствора аммиака в колбе до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Раствор аммиака хранят в плотно закрытой таре по ГОСТ 3760 при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

10.2.2 Приготовление элюентов

Приготовление элюента 1. В коническую колбу вместимостью 50 см^3 вносят пипетками, индивидуальными для каждого реактива, 3 см^3 пиридина, 3 см^3 изоамилового спирта, 3 см^3 изобутилового спирта, 4 см^3 этилового ректификованного технического спирта, 4 см^3 водного аммиака (см. раздел 7). Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают.

Раствор используют свежеприготовленный.

Приготовление элюента 2. В коническую колбу вместимостью 50 см^3 вносят пипетками, индивидуальными для каждого реактива, 3 см^3 пиридина, 3 см^3 изоамилового спирта, 3 см^3 изобутилового спирта, 4 см^3 этилового ректификованного технического спирта, 8 см^3 водного аммиака (см. раздел 7). Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают.

Раствор используют свежеприготовленный.

Приготовление элюента 3. В коническую колбу вместимостью 50 см^3 вносят пипетками, индивидуальными для каждого реактива, 6 см^3 диэтиламина, 5 см^3 хлороформа, 6 см^3 этилового ректификованного технического спирта, 3 см^3 раствора аммиака (NH_3) массовой концентрации 125 г/дм^3, приготовленного по 10.2.1. Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают.

Раствор используют свежеприготовленный.

10.2.3 Приготовление раствора контрольного красителя

В стаканчике вместимостью 50 см^3 взвешивают 0,5000 г контрольного красителя. Затем в стаканчик добавляют 20 см^3 дистиллированной воды и перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения. Для интенсификации растворения допускается нагревание раствора в стаканчике на водяной бане до температуры не более 90 °С. Затем раствор охлаждают до (20 ± 1) °С, переносят количественно в мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 50 см^3, доводят объем раствора в колбе дистиллированной водой до метки, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С — не более 1 мес.

10.2.4 Приготовление раствора анализируемого красителя проводят по 10.2.3.

10.2.5 Подготовка хроматографической камеры

В хроматографическую камеру вносят один из элюентов, приготовленных по 10.2.2, 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.

10.2.6 Подготовка пластин для ТСХ анализа

На линию старта хроматографической пластины, расположенную на расстоянии 1 см от края пластины, карандашом наносят точки с интервалом не менее 1 см.

10.3 Проведение анализа

На хроматографическую пластину, подготовленную по 10.2.6, микрошприцем наносят на линию старта в несколько приемов с промежуточным подсушиванием на воздухе от 0,3 до 1,0 мм^3 раствора контрольного красителя, приготовленного по 10.2.3, и от 0,3 до 1,0 мм^3 раствора анализируемого красителя, приготовленного по 10.2.4.

После нанесения растворов пластину подсушивают от 3 до 4 мин и затем пинцетом помещают в хроматографическую камеру, подготовленную по 10.2.5, 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 пинцетом и подсушивают на воздухе.

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

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

Значение R_f контрольного красителя вычисляют по формуле

$$R_f = \frac{l_к}{l_э}, \qquad (2)$$

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

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

Значение R'_f анализируемого красителя вычисляют по формуле

$$R'_f = \frac{l'_к}{l_э}, \qquad (3)$$

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

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

Визуально сравнивают цвет и положение пятен красителей.

При совпадении цвета и положения пятен контрольного и анализируемого красителей, соответствующих совпадению значений R_f и R'_f, вычисленных по формулам (2) и (3), идентифицируют анализируемый краситель как пищевой желтый хинолиновый краситель Е104.

УДК 663.05:006.354 МКС 67.220.20 Н91

Ключевые слова: пищевая добавка, пищевой краситель желтый хинолиновый, Е104, идентификация, массовая доля, спектрофотометрия, тонкослойная хроматография

Редактор *А.Э. Попова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 31.07.2015. Подписано в печать 07.09.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 38 экз. Зак. 2928.

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

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

gost.e-ecolog.ru