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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33279— 2015

КОНСЕРВЫ ФРУКТОВЫЕ

Определение наличия хинолиновых, триарилметановых и азокрасителей методом тонкослойной хроматографии

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 ПОДГОТОВЛЕН 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
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 8 июня 2015 г. № 581-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33279—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 54491—2011*

6 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

* Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 8 июня 2015 г. № 581-ст ГОСТ Р 54491—2011 отменен с 1 июля 2016 г.

© 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 Сущность метода 2
4 Требования безопасности 2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы 3
6 Подготовка к проведению анализа 4
7 Проведение анализа 7
8 Требования к квалификации операторов 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

КОНСЕРВЫ ФРУКТОВЫЕ

Определение наличия хинолиновых, триарилметановых и азокрасителей методом тонкослойной хроматографии

Canned fruits.
Determination of quinoline, triarylmethane and azo colours presence by thin-layer chromatography method

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на фруктовые консервы: компоты из фруктов и ягод (далее — консервы) и устанавливает хроматографический метод определения наличия и идентификации пищевых синтетических хинолиновых, триарилметановых и азокрасителей (далее — красителей) в тонком слое сорбента.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные 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 12.1.019—79* Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

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 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

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

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009.

Издание официальное

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

ГОСТ 5830—79 Реактивы. Спирт изоамиловый. Технические условия

ГОСТ 6006—78 Реактивы. Бутанол-1. Технические условия

ГОСТ 6016—77 Реактивы. Спирт изобутиловый. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ ISO 7886-1—2011 Шприцы инъекционные однократного применения стерильные. Часть 1. Шприцы для ручного использования

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

ГОСТ 9875—88 Диэтиламин технический. 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 26671—85 Продукты переработки плодов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Подготовка проб для лабораторных анализов

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 Сущность метода

Хроматографический метод идентификации красителей основан на их водно-спиртовой экстракции из измельченной твердой части консервов, сорбции красителей из полученного экстракта и жидкой части консервов твердыми сорбентами, десорбции аммиаком, удалении последнего выпариванием и хроматографировании в тонком слое сорбента (ТСХ).

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

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.

---

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

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 и по ГОСТ 12.1.019.

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

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

Для проведения анализа используют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы:

5.1 Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0005 г и ± 0,01 г.

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

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

5.4 Камера хроматографическая размером 12 × 12 × 5 см.

5.5 Патрон для твердофазной экстракции с сорбентом оксида алюминия.

5.6 Алюминия оксид активированный кислый (4,5 ± 0,5) ед. pH, зернением от 0,05 до 0,15 мм, удельной поверхностью 155 $м^2/г$ для колоночной хроматографии.

5.7 Шприц медицинский инъекционный вместимостью от 10 до 20 $см^3$ по ГОСТ ISO 7886-1.

5.8 Микрошприц вместимостью 1,0 $мм^3$ (1 мкл) с ценой деления не более 0,02 $мм^3$ (0,02 мкл).

5.9 Пипетки 1—1—1, 1—1—5, 1—1—25 по ГОСТ 29169.

5.10 Пипетки 1—1—1—1, 1—1—1—5, 1—1—1—10 по ГОСТ 29227.

5.11 Стаканы В-1—50 ТС, В-1—100 ТС, В-1—200 ТС по ГОСТ 25336.

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

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

5.14 Чашка ЧВК-1(2)—100 по ГОСТ 25336.

5.15 Палочка стеклянная с оплавленным концом.

5.16 Термостат или баня водяная.

5.17 Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

5.18 Линейка — 150 (300) с одной шкалой по ГОСТ 427.

5.19 Пинцет медицинский по ГОСТ 21241.

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

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

5.22 Фильтры бумажные обеззоленные «красная лента».

5.23 Цилиндр 1—100—1 с ценой наименьшего деления 1 $см^3$ по ГОСТ 1770.

5.24 Воронка фильтрующая ВФ-1-32-ПОР 160 ХС по ГОСТ 25336.

5.25 Синтетические красители (см. таблицу 1) с массовой долей красящих веществ не менее 80 %.

5.26 Пиридин по ГОСТ 13647, ч. д. а.

5.27 Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч., ледяная, раствор массовой концентрации 10 $г/дм^3$, готовят по ГОСТ 4517 (пункт 2.89).

5.28 Спирт этиловый ректификованный технический высшего сорта по ГОСТ 18300.

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

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

5.31 Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч. д. а., раствор массовой концентрацией 250 $г/дм^3$.

5.32 Бутанол-1 по ГОСТ 6006, ч. д. а.

5.33 Диэтиламин технический по ГОСТ 9875.

5.34 Хлороформ по ГОСТ 20015.

5.35 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

5.36 Секундомер.

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

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.

6 Подготовка к проведению анализа

6.1 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 8756.0.

6.2 Подготовка проб

Подготовка проб — по ГОСТ 26671 с дополнением. При подготовке проб жидкую и измельченную твердую части не объединяют.

6.3 Условия проведения анализа

При подготовке и проведении анализов должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . от 20 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . от 40 % до 90 %;
- напряжение в электросети . . . . . $220^{+10\%}_{-15\%}$ В;
- частота тока в электросети . . . . . от 49 до 51 Гц.

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

Все операции с реактивами следует проводить в вытяжном шкафу.

6.4 Приготовление раствора аммиака массовой концентрации 125 г/дм^3

В мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 10 см^3 вносят пипеткой 5 см^3 водного аммиака (см. 5.31). Доводят объем раствора аммиака в колбе до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Раствор аммиака хранят в плотно закрытой таре при температуре от 15 °С до 25 °С — не более 1 мес.

6.5 Приготовление элюентов

6.5.1 Приготовление элюента 1

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят пипетками, индивидуальными для каждого реактива, 3 см^3 пиридина (см. 5.26), 3 см^3 изоамилового спирта (см. 5.29), 3 см^3 изобутилового спирта (см. 5.30), 4 см^3 этилового ректификованного технического спирта (см. 5.28) и 4 см^3 водного аммиака (см. 5.31). Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают содержимое.

6.5.2 Приготовление элюента 2

В мерную 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 и 8 см^3 водного аммиака. Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают содержимое.

6.5.3 Приготовление элюента 3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят пипетками, индивидуальными для каждого реактива, 6 см^3 диэтиламина технического (см. 5.33), 5 см^3 хлороформа (см. 5.34), 6 см^3 этилового ректификованного технического спирта и 3 см^3 раствора аммиака (см. 6.4). Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают содержимое.

6.5.4 Приготовление элюента 4 (для идентификации красителя Зеленый S)

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят пипетками, индивидуальными для каждого реактива, 6 см^3 бутанола-1 (см. 5.32), 3 см^3 этилового ректификованного технического спирта, 3 см^3 пиридина и 6 см^3 дистиллированной воды. Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают содержимое.

Все элюенты готовят за один час до начала анализа. Не допускается повторное использование элюентов.

6.6 Приготовление водно-спиртового раствора

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

Раствор готовят непосредственно перед анализом.

6.7 Приготовление растворов КО

6.7.1 В необходимое число стаканов, вместимостью 50 см^3 каждый, взвешивают на весах по 0,025 г КО красителей по 5.25, с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1 — Значения R_f контрольных образцов красителей

Наименование красителя	Номер красителя*	Индекс пищевой добавки**	Значения R_f для элюента			
			1	2	3	4
Тартразин	CI 19140	E102	0,27	0,49	0,37	—
Желтый хинолиновый	CI 47005	E104	0,74 0,83	0,65 0,69	0,47 0,65	— —
Желтый «Солнечный закат» FCF	CI 15985	E110	0,39	0,68	0,64	—
Азорубин	CI 14720	E122	0,34	0,67	0,54	—
Понсо 4R	CI 16255	E124	0,24	0,65	0,48	—
Красный очаровательный AC	CI 16035	E129	0,50	0,67	0,66	—
Зеленый *S*	CI 44090	E142	0,16	0,54 0,63	0,55	0,75
Амарант	CI 16185	E123	0,29	0,64	0,43	—
Красный 2*G*	CI 18050	E128	0,49	0,51	0,48	—
Желтый 2*G*	CI 18965	E107	0,32	0,65	0,31	—

* Номер красителя в соответствии с международным каталогом красителей Colour Index.

** Индекс пищевой добавки в соответствии с европейской кодификацией пищевых добавок.

6.7.2 В каждый стакан с КО красителя, подготовленного по 6.7.1, добавляют 5 см^3 дистиллированной воды и перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения. Для интенсификации растворения допускается нагревание раствора в стакане на водяной бане до температуры не более 90 °С. Затем раствор переносят количественно в мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 50 см^3, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают содержимое.

Полученный раствор КО хранят в склянке из темного стекла с завинчивающейся пробкой при комнатной температуре — не более 6 мес.

6.8 Приготовление экстрагента

В мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой 0,1 см^3 раствора аммиака по 6.4, цилиндром отмеряют и добавляют 50 см^3 этилового спирта. Доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Раствор готовят непосредственно перед анализом.

6.9 Извлечение красителей из анализируемых консервов методом твердофазной экстракции

6.9.1 Приготовление экстракта твердой части анализируемой пробы консервов

В стакане вместимостью 100 см^3 (200 см^3) взвешивают 5—10 г измельченной твердой части анализируемой пробы, подготовленной по 6.2, с записью результата взвешивания до первого десятичного знака. Мерным цилиндром отмеряют экстрагент, полученный по 6.8, из расчета не менее 8 см^3 на 1 г измельченной твердой части анализируемой пробы и добавляют в стакан с анализируемой пробой. Затем содержимое стакана перемешивают на магнитной мешалке со скоростью вращения магнитного ротора от 100 до 400 об/мин (см. 5.20) в течение 10 мин.

Полученную суспензию фильтруют на фильтрующей воронке (см. 5.24) или на бумажном фильтре (см. 5.22), твердую часть промывают экстрагентом по 6.8 из расчета не менее 10 см^3 на 1 г измельченной твердой части анализируемой пробы консервов.

6.9.2 Подготовка патрона для твердофазной экстракции красителей

Медицинским шприцем (см. 5.7) набирают от 10 до 20 см^3 раствора ледяной уксусной кислоты массовой концентрации 10 г/дм^3 (см. 5.27), в зависимости от вместимости, соединяют шприц с патроном для твердофазной экстракции, заполненным оксидом алюминия (см. 5.6) и промывают патрон со скоростью от 10 до 20 капель в минуту. Патрон отсоединяют от шприца.

На промывку патрона должно быть израсходовано не менее 25 см^3 раствора ледяной уксусной кислоты. Поэтому, в зависимости от вместимости шприца, промывку повторяют в несколько приемов.

6.9.3 Сорбция красителей из экстракта

Измеряют при температуре 20 °С на pH-метре (см. 5.21) значение pH экстракта, полученного по 6.9.1. При отклонении измеренного значения кислотности от заданного интервала (от 2,5 до 3,5 ед. pH) pH доводят до нормы добавлением ледяной уксусной кислоты.

Медицинским шприцем набирают по 20 см^3 экстракта и соединяют шприц с патроном, подготовленным по 6.9.2. Медленно, по одной капле (из расчета 10—20 капель в минуту), пропускают анализируемый экстракт через патрон. По достижении окрашенным слоем основания патрона экстракт пропускают через второй патрон. Объем пропускаемого через патрон экстракта должен быть не менее 40 см^3. При необходимости применяют от одного до трех патронов, подготовленных по 6.9.2. После этого медленно, по одной капле (из расчета 10—20 капель в минуту), промывают каждый патрон с сорбированным красителем 25 см^3 раствора ледяной уксусной кислоты.

6.9.4 Десорбция красителей из патронов водным аммиаком

Медицинским шприцем набирают 10 см^3 водного аммиака и соединяют шприц с патроном, содержащим сорбированный из экстракта краситель по 6.9.3. Медленно, по одной капле (из расчета 10—20 капель в минуту), пропускают водный аммиак через патрон. 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 (см. 5.14) 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 пипеткой от 0,5 до 1,0 см^3 раствора, приготовленного по 6.6.

6.9.5 Сорбция красителей из жидкой части анализируемой пробы консервов

Измеряют при температуре 20 °С на pH-метре со стеклянным электродом значение pH жидкой части анализируемой пробы, полученной по 6.2. При отклонении измеренного значения активной кислотности от заданного интервала (от 2,5 до 3,5 ед. pH) pH доводят до нормы добавлением ледяной уксусной кислоты.

Медицинским шприцем набирают от 5 до 10 см^3 анализируемой жидкой части пробы и соединяют шприц с патроном, подготовленным по 6.9.2. Медленно, по одной капле (из расчета 10—20 капель в минуту), пропускают анализируемую жидкую часть пробы через патрон. По достижении окрашенным слоем основания патрона жидкую часть пропускают через второй патрон. При необходимости используют от одного до двух патронов, подготовленных по 6.9.2. После этого медленно, по одной капле (из расчета 10—20 капель в минуту), промывают каждый патрон с сорбированным красителем 25 см^3 раствора ледяной уксусной кислоты.

6.9.6 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 краситель по 6.9.5. Десорбцию красителей из патронов проводят водным аммиаком — по 6.9.4.

Краситель растворяют в чашке, добавляя пипеткой от 0,5 до 1,0 см^3 раствора, приготовленного по 6.6.

6.10 Подготовка хроматографической камеры

В хроматографическую камеру вносят элюент 1 по 6.5.1 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.

6.11 Подготовка пластин для ТСХ

На хроматографическую пластину по 5.3 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.

7 Проведение анализа

7.1 Получение хроматографических карт КО

На пластину, подготовленную по 6.11, с помощью микрошприца наносят на линию старта в несколько приемов с промежуточным подсушиванием на воздухе от 0,3 до 1,0 мм^3 растворов КО, приготовленных по 6.7. После нанесения раствора пластину подсушивают в течение 3—4 мин и затем с помощью пинцета по 5.19 помещают в хроматографическую камеру, подготовленную по 6.10, под углом примерно 45°. Камеру плотно закрывают. Элюирование заканчивают при достижении элюентом линии границы элюента 7,0 см от линии старта. По окончании элюирования пластину вынимают пинцетом и подсушивают.

Аналогично получают хроматографические карты с использованием элюентов 2, 3 и 4.

7.2 Обработка хроматографических карт

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

Значение R_f КО синтетического красителя вычисляют по формуле

$$R_f = \frac{l_к}{l_э}, \quad (1)$$

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

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

7.3 Обнаружение и идентификация красителей

На хроматографическую пластину, подготовленную по 6.11, с помощью микрошприца наносят на линию старта в несколько приемов с промежуточным подсушиванием на воздухе от 0,3 до 1,0 мм^3 раствора КО (или нескольких КО отдельно), приготовленных по 6.7.2, и от 0,5 до 3,0 мм^3 анализируемых растворов по 6.9.4 и 6.9.6. После нанесения растворов пластину подсушивают в течение 3—4 мин и затем, воспользовавшись пинцетом, помещают в хроматографическую камеру, подготовленную по 6.10, 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.

При отсутствии разделения пятен красителей на хроматограмме анализ повторяют, используя элюент 2, 3 или 4.

Если на полученных хроматограммах нанесенного на пластину раствора анализируемой пробы присутствуют окрашенные пятна или хотя бы одно окрашенное пятно выше стартовой линии, делают заключение о наличии водорастворимого красителя в анализируемых консервах.

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

Значение R_f' обнаруженного красителя вычисляют по формуле

$$R_f' = \frac{l_к'}{l_э}, \quad (2)$$

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

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

Визуально сравнивают цвет и оттенок пятен обнаруженных красителей с хроматографическими картами КО, полученными по 7.1, а также положение пятен обнаруженных красителей с положением пятен КО, т. е. значение R_f', рассчитанное по формуле (2), со значениями R_f КО, рассчитанными по формуле (1) и приведенными в таблице 1. Если рассчитанное значение R_f' обнаруженного красителя вызывает затруднение в его идентификации, то анализ повторяют с использованием того же элюента или по таблице 1 выбирают другой элюент.

При совпадении в совокупности цвета, оттенка и положения одного из пятен обнаруженных красителей с одним из пятен КО, идентифицируют обнаруженные красители.

8 Требования к квалификации операторов

К выполнению и обработке результатов анализа допускают специалиста, имеющего высшее или среднее специальное химическое образование и опыт работы в химической лаборатории, владеющего техникой выполнения анализов с применением тонкослойной хроматографии, освоившего методику, представленную в настоящем стандарте, и инструкции по эксплуатации оборудования.

УДК:663/664:667.28:006.354 МКС 67.080

Ключевые слова: консервы фруктовые, синтетические водорастворимые красители, идентификация, метод тонкослойной хроматографии

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

Сдано в набор 16.09.2015. Подписано в печать 09.10.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 66 экз. Зак. 3257.

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

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

gost.e-ecolog.ru