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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33278— 2015

КОНСЕРВЫ ФРУКТОВЫЕ

Определение массовой доли пищевых синтетических красителей 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. № 580-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33278—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 54497—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

© 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 3
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы 3
6 Подготовка к проведению анализа 4
7 Проведение анализа 6
8 Обработка результатов 7
9 Требования к квалификации операторов 8

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 массовой доли пищевых синтетических красителей методом тонкослойной хроматографии

Canned fruits. Determination of food synthetic colours mass fraction 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 метод определения массовой доли пищевых синтетических красителей (далее — красителей) на основе идентификации красителей хроматографированием в тонком слое сорбента и количественной денситометрии с компьютерной обработкой хроматограмм в диапазоне измерений от 0,0012 % до 0,0250 %.

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

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

Издание официальное

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 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 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

ГОСТ 32050—2013 Продукты пищевые. Методы идентификации и определения массовой доли синтетических красителей в карамели

ГОСТ 33279—2015 Консервы фруктовые. Определение наличия хинолиновых, триарилметановых и азокрасителей методом тонкослойной хроматографии

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 в тонком слое сорбента (ТСХ) основан на их водно-спиртовой экстракции из измельченной твердой части консервов, сорбции красителей из полученного экстракта и жидкой части консервов твердыми сорбентами, десорбции аммиаком и удалением последнего выпариванием с последующим определением массовой доли красителей методом количественной оптической денситометрии с компьютерной обработкой хроматограмм.

Идентификацию красителей проводят методом сравнения значений R (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 красителей (далее — КО).

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

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 и 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 применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, посуду, 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, 1—1—50 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—200 ТС по ГОСТ 25336.

5.12 Колбы 2—10—1, 2—25—1, 2—50—1, 2—100—1, 2—500—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 водяная баня.

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, абсолютной допускаемой погрешностью измерений ±0,05 ед. pH.

5.22 Оптический денситометр, работающий в диапазоне длин волн от 400 до 800 нм, с чувствительностью по каждому измеряемому красителю не ниже 0,0012 %.

5.23 Детектор — черно-белая малогабаритная видеокамера или аналогичная цветная с чувствительностью не ниже 0,02 лк, с ручной фокусировкой и ручной регулировкой диафрагмы, либо цветной сканер с разрешением от 200 dpi и выше с графическим интерфейсом, функциями управления сканером, связи и передачи данных в программное приложение компьютера.

5.24 Компьютер с операционной системой, совместимой с программным обеспечением сканера и специальным программным обеспечением по обработке тонкослойных хроматограмм.

5.25 Блок ввода изображения.

5.26 Фильтры бумажные обеззоленные «красная лента».

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

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

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

5.30 Пиридин по ГОСТ 13647, ч. д. а.

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

5.32 Спирт этиловый ректификованный технический высшего сорта по ГОСТ 18300.

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

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

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

5.36 Бутанол-1 по ГОСТ 6006, ч. д. а.

5.37 Диэтиламин технический по ГОСТ 9875.

5.38 Хлороформ по ГОСТ 20015.

5.39 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов и материалов 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 анализа соблюдают 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 проводят в вытяжном шкафу.

6.4 Приготовление раствора аммиака массовой концентрацией 125 г/дм^3 — по ГОСТ 33279 (пункт 6.4).

6.5 Приготовление элюентов — по ГОСТ 33279 (пункт 6.5).

6.6 Приготовление водно-спиртового раствора — по ГОСТ 33279 (пункт 6.6).

6.7 Приготовление растворов КО индивидуальных красителей

6.7.1 В необходимое число стаканов вместимостью 50 см^3 каждый взвешивают пробы контрольных образцов красителей в соответствии с таблицей 1 с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака.

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 АС	CI 16035	E129	0,50	0,67	0,66	—

Окончание таблицы 1

Наименование красителя	Номер красителя*	Индекс пищевой добавки**	Значения R_f для элюента			
			1	2	3	4
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 2G	CI 18050	E128	0,49	0,51	0,48	—
Желтый 2G	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.

Массу пробы контрольного образца красителя m, г, с учетом массовой доли основного красящего вещества в пробе вычисляют по формуле

$$m = \frac{0{,}25}{X} 100, \quad (1)$$

где 0,25 — масса пробы контрольного образца красителя при условии содержания в нем 100 % основного красящего вещества, г;

X — массовая доля основного красящего вещества в пробе контрольного образца красителя по ГОСТ 32050, %;

100 — коэффициент пересчета, %.

6.7.2 В каждый стакан с пробой контрольного образца красителя прибавляют 20 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 охлаждают до температуры 20 °С, количественно переносят в мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Массовая концентрация основного красящего вещества контрольного образца красителя в полученном растворе КО $C_{ко}$ = 2,5 г/дм^3.

Срок хранения раствора КО в склянке из темного стекла с завинчивающейся пробкой при комнатной температуре — не более 6 мес.

6.8 Приготовление растворов КО смесевых красителей

Растворы КО смесевых красителей готовят с учетом обнаруженных и идентифицированных в анализируемой пробе консервов красителей по 7.3.

6.8.1 Приготовление раствора А

В мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 500 см^3 пипеткой вносят по 50 см^3 растворов КО по 6.7 из числа обнаруженных и идентифицированных в анализируемой пробе консервов по 7.2. Затем доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Массовую концентрацию красящего вещества каждого индивидуального красителя в полученном растворе А C_k, г/дм^3, вычисляют по формуле

$$C_k = \frac{C_{ко} \cdot V_к}{V} \quad \text{или} \quad C_k = 0{,}25, \quad (2)$$

где $C_{ко}$ — массовая концентрация основного красящего вещества контрольного образца красителя в растворе КО, г/дм^3, приготовленного по 6.7;

$V_к$ — объем раствора КО индивидуального контрольного красителя по 6.7, равный 50 см^3;

V — объем раствора КО смесевых красителей, равный 500 см^3.

Раствор А используют свежеприготовленный.

6.8.2 Приготовление раствора Б

Пипеткой отбирают 25 см^3 раствора А, приготовленного по 6.8.1, и переносят 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.

Массовую концентрацию красящего вещества каждого индивидуального красителя в полученном растворе Б C_{k1}, г/дм^3, вычисляют по формуле

$$C_{k1} = \frac{C_k}{2}, \quad (3)$$

где C_k — массовая концентрация красящего вещества каждого индивидуального красителя в полученном растворе А по 6.8.1, г/дм^3;

2 — коэффициент разведения.

Раствор Б используют свежеприготовленный.

6.8.3 Приготовление раствора В

Пипеткой отбирают 25 см^3 раствора Б, приготовленного по 6.8.2, и переносят в мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 50 см^3. Доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой, колбу закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

Массовую концентрацию красящего вещества каждого индивидуального красителя в полученном растворе В C_{k2}, г/дм^3, вычисляют по формуле

$$C_{k2} = \frac{C_{k1}}{2}, \quad (4)$$

где C_{k1} — массовая концентрация красящего вещества каждого индивидуального красителя в полученном растворе Б по 6.8.2, г/дм^3;

2 — коэффициент разведения.

Раствор В используют свежеприготовленный.

Полученные растворы Б и В используют в качестве реперов (свидетелей).

6.9 Приготовление экстрагента

Приготовление экстрагента — по ГОСТ 33279 (пункт 6.8).

6.10 Извлечение красителей из анализируемых консервов методом твердофазной экстракции — по ГОСТ 33279 (пункт 6.9).

6.11 Подготовка хроматографической камеры — по ГОСТ 33279 (пункт 6.10).

6.12 Подготовка пластин для ТСХ анализа — по ГОСТ 33279 (пункт 6.11).

7 Проведение анализа

7.1 Получение и обработка хроматографических карт КО — по ГОСТ 33279 (пункты 7.1 и 7.2).

7.2 Обнаружение и идентификация красителей — по ГОСТ 33279 (пункт 7.3).

7.3 Получение хроматографических карт анализируемых красителей

На хроматографическую пластину, подготовленную по 6.12, микрошприцем наносят на линию старта в несколько приемов с промежуточным подсушиванием на воздухе от 0,3 до 1,0 мм^3 растворов реперов (растворы Б и В), приготовленных по 6.8.2 и 6.8.3, и от 0,5 до 3,0 мм^3 анализируемых растворов по 6.10. После нанесения растворов пластину подсушивают в течение 3—4 мин и затем пинцетом помещают в хроматографическую камеру, подготовленную по 6.11, 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.

7.4 Определение массовой доли анализируемых красителей

Определение массовых долей анализируемых красителей проводят на денситометре при помощи программы обработки данных.

Массу каждого красителя в пятне репера (свидетеля) КО смесевого красителя, полученного нанесением на пластину раствора Б, $m_Б$, мкг, вычисляют по формуле

$$m_Б = C_{k1} \cdot V_Б, \quad (5)$$

где C_{k1} — массовая концентрация красящего вещества каждого индивидуального красителя в полученном растворе Б по 6.8.2, г/дм^3;

$V_Б$ — объем раствора Б (см. 6.8.2), нанесенного на пластину ТСХ, мм^3.

Массу каждого красителя в пятне репера (свидетеля) КО смесевого красителя, полученного нанесением на пластину раствора В, $m_В$, мкг, вычисляют по формуле

$$m_В = C_{k2} \cdot V_В, \quad (6)$$

где C_{k2} — массовая концентрация красящего вещества каждого индивидуального красителя в полученном растворе В по 6.8.3, г/дм^3;

$V_В$ — объем раствора В (см. 6.8.3), нанесенного на пластину ТСХ, мм^3.

Значение массы каждого красителя в пятне репера (свидетеля) КО смесевого красителя вводят в программу обработки данных, а массу анализируемого красителя обозначают X.

Получают результат измерения — массу анализируемого красителя в пятне на пластине ($M'_{вых}$) в мкг.

Если массовая доля красителя в анализируемом растворе выйдет за диапазон измерения от 0,0012 % до 0,0250 %, необходимо разбавить раствор до концентрации, соответствующей указанному диапазону, и значение массовой доли красителя, рассчитанной по формуле [см. раздел 8, (8)], умножить на коэффициент разбавления.

Пример определения массовой доли красителя с помощью видеоденситометра и программного обеспечения для обработки данных приведен в ГОСТ 32050 (приложение В).

8 Обработка результатов

Массовую долю красителя в анализируемых консервах C_1, %, вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{M'_{вых} \cdot 10^{-6} \cdot V_1}{V_2 \cdot 10^{-3} m_1} \cdot 100 \quad (7)$$

или

$$C_1 = \frac{M'_{вых} \cdot V_1}{m_1 V_2 \cdot 10}, \quad (8)$$

где $M'_{вых}$ — масса анализируемого красителя в пятне на пластине ТСХ, мкг;

10^{-6} — коэффициент пересчета мкг в г;

V_1 — объем анализируемого раствора красителя, полученного при растворении сухого остатка красителя после испарения аммиака по 6.10, см^3; V_1 = 0,5 – 1,0 см^3;

V_2 — объем анализируемого раствора красителя, нанесенного на пластину ТСХ по 7.3, мм^3;

10^{-3} — коэффициент пересчета мм^3 в см^3;

m_1 — масса анализируемой пробы раствора жидкой части консервов или измельченной твердой части консервов, взятых для анализа, г;

10 — коэффициент пересчета, %.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение $C_{ср}$, %, результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{C_{1_1} - C_{1_2}}{C_{ср}} 100 \le r, \quad (9)$$

где C_{1_1}, C_{1_2} — результаты двух параллельных определений массовой доли красителя, выполненных в условиях повторяемости, %;

$C_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений массовой доли красителя, выполненных в условиях повторяемости, %;

r — значение предела повторяемости, приведенное в таблице 2, %.

Таблица 2

Диапазон измерений массовой доли красителя в консервах, %	Предел повторяемости r, % отн. при P = 0,95, n = 2	Предел воспроизводимости R, % отн. при P = 0,95, m = 2	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm \delta$, %, при P = 0,95
0,0012—0,0250	10	15	10

Результат определения представляют в виде

$$C_{ср} \pm 0{,}01\, \delta\, C_{ср}, \text{ при } P = 0{,}95, \quad (10)$$

где $C_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, признанных приемлемыми, %;

δ — границы относительной погрешности измерений, %.

Численное значение окончательного результата определения и значение границ абсолютной погрешности определения выражают не более, чем двумя значащими цифрами.

Предел повторяемости r и воспроизводимости R, а также показатель точности, δ, определения массовой доли красителя в консервах приведены в таблице 2.

9 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 настоящую методику и инструкции по эксплуатации оборудования.

УДК: 663/664:667.28:006.354 МКС 67.080

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

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 20.10.2015. Подписано в печать 19.11.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,10. Тираж 54 экз. Зак. 3723.

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

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

gost.e-ecolog.ru