ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53154— 2008

ВИНА И ВИНОМАТЕРИАЛЫ

Определение синтетических красителей методом капиллярного электрофореза

Издание официальное

БЗ 9—2008/294

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением «Северо-Кавказский зональный научно-исследовательский институт садоводства и виноградарства» Россельхозакадемии (ГНУ «СКЗНИИСиВ» Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 335 «Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 18 декабря 2008 г. № 592-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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, 2009

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 Требования безопасности . . . 2
4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы . . . 2
5 Отбор проб . . . 3
6 Сущность метода . . . 3
7 Метрологические характеристики . . . 3
7.1 Диапазон измерения . . . 3
7.2 Прецизионность метода . . . 3
8 Требования к условиям выполнения измерений . . . 3
9 Подготовка к выполнению измерений . . . 3
9.1 Приготовление буферных и вспомогательных растворов . . . 3
9.2 Подготовка прибора и порядок проведения анализа . . . 4
9.3 Приготовление градуировочных растворов . . . 4
9.4 Градуировка прибора . . . 5
10 Приготовление пробы и проведение измерений . . . 5
11 Обработка и оформление результатов измерений . . . 5
Приложение А (обязательное) Стандартные синтетические красители и их характеристика . . . 7
Приложение Б (обязательное) Определение массовой доли основного красящего вещества в стандартных синтетических красителях спектрофотометрическим методом . . . 8
Приложение В (справочное) Электрофореграмма стандартного раствора . . . 10
Библиография . . . 11

Введение

Настоящий стандарт разработан в соответствии с Федеральным законом «О техническом регулировании» в целях формирования нормативной базы для соблюдения требований законопроекта — специального технического регламента «О специальном техническом регламенте на винодельческую продукцию, ее производство и оборот» в части установления требований к выполнению определения синтетических красителей в винодельческой продукции методом капиллярного электрофореза.

Метод определения массовой концентрации синтетических красителей с использованием капиллярного электрофореза обеспечивает необходимую точность и позволяет отказаться от длительного процесса пробоподготовки и использования специфической аппаратуры, применяемой при решении подобных задач другими аналитическими методами, в частности, методами тонкослойной и высокоэффективной жидкостной хроматографии.

Метод обеспечивает получение сопоставимых результатов и повышает достоверность информации для потребителя.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВИНА И ВИНОМАТЕРИАЛЫ

Определение синтетических красителей методом капиллярного электрофореза

Wines and wine materials.
Determination of synthetic dyes by capillary electrophoresis method

Дата введения — 2010—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на продукцию винодельческой отрасли и устанавливает метод определения массовой концентрации синтетических красителей в диапазоне измерений от 0,002 до 0,200 г/дм^3 на основе измерения их массовых концентраций посредством капиллярного электрофореза.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ Р 51144—98 Продукты винодельческой промышленности. Правила приемки и методы отбора проб

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 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3652—69 Реактивы. Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия

ГОСТ 3956—76 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N,N-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

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

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Издание официальное

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 ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. 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 Требования безопасности

3.1 Требования электробезопасности при работе с приборами — по ГОСТ 12.1.019.

3.2 При выполнении анализов необходимо выполнять требования безопасности при работе с химическими реактивами согласно ГОСТ 12.1.007.

3.3 К выполнению измерений методом капиллярного электрофореза допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже инженера, прошедшего соответствующий курс обучения.

4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы

Прибор капиллярного электрофореза, оснащенный кварцевым капилляром длиной не менее 50 см до детектора, внутренним диаметром 75 мкм, фотометрическим детектором, работающим на длине волны 254 нм или спектрофотометрическим детектором в интервале длин волн от 200 до 300 нм и блоком высокого напряжения отрицательной полярности, например прибор капиллярного электрофореза «Капель» (НПФ «Люмэкс») и электронно-вычислительная машина (компьютер) с программным обеспечением для регистрации и обработки электрофореграмм.

Спектрофотометр, позволяющий измерять оптическую плотность растворов, с диапазоном измерения длин волн от 400 до 700 нм.

Весы лабораторные — по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,0001 г.

Шкаф сушильный с диапазоном температур в рабочей камере от 40 °С до 200 °С и основной погрешностью стабилизации температуры ± 1 °С.

Термометр жидкостной стеклянный с диапазоном измерения от 0 до 100 °С и ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498.

Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1, 2, 5, 10 $см^3$ по ГОСТ 29227.

Колбы мерные 2-250-2, 2-100-2, 2-50-2, 2-25-2 по ГОСТ 1770.

Стаканы химические по ГОСТ 25336.

Стаканчик СВ — 14/8 по ГОСТ 25336.

Водяная баня.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Центрифуга лабораторная с частотой вращения ротора не менее 6000 об/мин.

Пробирки одноразовые (типа Эппендорфа) вместимостью 1,5 $см^3$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Кислота лимонная безводная по ГОСТ 3652.

Тетраметилэтилендиамин (производства фирмы «Sigma», каталожное наименование 411019-100ML, N,N,N,N -tetramethylethylenediamine, 99,5%).

Трилон Б по ГОСТ 10652.

Ацетонитрил для жидкостной хроматографии с содержанием основного вещества не менее 99 % (производства фирмы «Acros», каталожное наименование 268270010, Acetonitrile, for HPLC).

Силикагель по ГОСТ 3956.

Красители синтетические стандартные в соответствии с приложением А.

Примечание — Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки. Допускается использовать средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками.

5 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ Р 51144.

6 Сущность метода

Метод капиллярного электрофореза для определения массовых концентраций синтетических пищевых красителей основан на разделении их под действием электрического поля в капилляре в условиях, способствующих подавлению влияния посторонних веществ. Идентификацию и количественное определение анализируемых красителей проводят, регистрируя поглощение при длине волны 254 или 215 нм.

7 Метрологические характеристики

7.1 Диапазон измерения

Диапазон измеряемых концентраций с учетом разбавления от 0,002 до 0,200 г/дм^3.

7.2 Прецизионность метода

Показатели прецизионности метода определены в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-2 и представлены в таблице 1.

Таблица 1

Предел повторяемости r, %, P = 0,95	11
Предел воспроизводимости R, %, P = 0,95	15
Границы относительной погрешности $\pm\delta$ при вероятности P = 0,95, %	18

8 Требования к условиям выполнения измерений

Подготовку проб и измерения проводят в лабораторных условиях при температуре окружающего воздуха (23 ± 5) °С, атмосферном давлении от 87 до 107 кПа, относительной влажности воздуха не более 80 % при 25 °С, частоте переменного тока (50 ± 0,4) Гц, напряжении в сети 220 В.

9 Подготовка к выполнению измерений

9.1 Приготовление буферных и вспомогательных растворов

9.1.1 Раствор гидроксида натрия массовой долей 4 %

В 50—60 см^3 дистиллированной воды растворяют 4 г гидроксида натрия. По окончании растворения разбавляют дистиллированной водой до объема 100 см^3. Срок хранения в сосуде из полиэтилена с плотно завинчивающейся крышкой — 2 мес.

9.1.2 Раствор соляной кислоты массовой долей 3,5 %

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 8,3 см^3 соляной кислоты плотностью 1,18 г/см^3, затем добавляют дистиллированную воду до метки и перемешивают. Срок хранения не ограничен.

9.1.3 Раствор лимонной кислоты молярной концентрации 0,05 моль/дм^3

В стакан вместимостью 25 см^3 отбирают навеску (0,240 ± 0,001) г безводной лимонной кислоты. В стакан добавляют 15 см^3 дистиллированной воды и перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения. Затем раствор количественно переносят в мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 25 см^3, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора при комнатной температуре — одна неделя.

9.1.4 Раствор тетраметилэтилендиамина молярной концентрации 0,05 моль/дм^3

В стакан вместимостью 25 см^3 отбирают навеску (0,145 ± 0,001) г тетраметилэтилендиамина. В стакан добавляют 10 см^3 дистиллированной воды (хранившейся с момента приготовления не более 4 сут) и перемешивают стеклянной палочкой. Затем раствор переносят в мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 25 см^3, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной во-

дой, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора в плотно закупоренной емкости при комнатной температуре — две недели.

9.1.5 Раствор трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/дм^3

В стакан вместимостью 25 см^3 отбирают навеску (0,465 ± 0,001) г трилона Б. В стакан добавляют 15 см^3 дистиллированной воды и перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения. Затем раствор количественно переносят в мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 25 см^3, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора при комнатной температуре — один мес.

9.1.6 Рабочий буферный раствор

Раствор лимонной кислоты по 9.1.3, раствор тетраметилэтилендиамина по 9.1.4, раствор трилона Б по 9.1.5 и ацетонитрил смешивают в объемных соотношениях 4:3:1:1. Не допускают хранение рабочего буферного раствора более 2 сут с момента приготовления при нормальных условиях в плотно закупоренной емкости с пришлифованной или полиэтиленовой пробкой. Полученный рабочий буферный раствор помещают в пробирки Эппендорфа в количестве 0,8 см^3 и центрифугируют 4 мин при 6000 об/мин.

9.2 Подготовка прибора и порядок проведения анализа

9.2.1 Прибор подготавливают к работе в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации и устанавливают следующие рабочие параметры:

- длина волны — 254 нм или 215 нм;
- напряжение «минус 25 кВ»;
- дозирование пробы — пневматическое при 30 мБар в течение 5 с при напряжении 0 кВ;
- время анализа 12 мин;
- рекомендуется термостатирование капилляра при температуре 25 °С.

Перед измерениями подготавливают капилляр к работе, промывая его 3,5 % раствором соляной кислоты (см. 9.1.2) в течение 3 мин, затем дистиллированной водой — 3 мин, затем 4 %-ным раствором гидроокиси натрия (см. 9.1.1) в течение 3 мин, затем дистиллированной водой в течение 3 мин и далее рабочим буферным раствором (см. 9.1.6) в течение 3 мин. Капилляр промывают каждый раз при включении прибора. Между анализами капилляр промывают рабочим буфером в течение 2 мин. При сильном загрязнении капилляра, что проявляется в искажении электрофореграммы, допускается повторение начальной промывки.

9.2.2. Определение синтетических красителей в градуировочном растворе или исследуемой пробе проводится путем пневматического дозирования проб (30 мБар, 5с) и регистрации полученных данных в течение 12 мин в виде электрофореграмм. Процедуры градуировки и анализа исследуемых проб должны проводиться на одной длине волны.

Первое измерение на каждой порции буфера повторяют не менее двух раз. При сильном расхождении результатов первый отбрасывают. Содержимое одной пробирки с рабочим буферным раствором можно использовать для выполнения не более пяти измерений.

9.3 Приготовление градуировочных растворов

9.3.1 Приготовление исходных растворов синтетических красителей

В необходимое число стаканов вместимостью 50 см^3 каждый отбирают навески стандартных синтетических красителей с записью результата до четвертого знака.

Массу навески стандартного синтетического красителя m, г, рассчитывают с учетом массовой доли основного красящего вещества в образце по формуле

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

где 0,1 — масса основного красящего вещества, содержащегося в навеске стандартного синтетического красителя, г;

X — массовая доля основного красящего вещества в стандартном синтетическом красителе, %;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

Массовую долю основного красящего вещества X в стандартном синтетическом красителе определяют в соответствии с приложением Б.

В каждый стакан с навеской стандартного синтетического 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 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.

Полученный раствор контрольного образца синтетического красителя имеет массовую концентрацию основного красящего вещества 1 г/дм^3. Срок хранения растворов контрольных образцов синтетических красителей в плотно закрытых склянках при температуре 2 °С — 8 °С — 3 мес.

9.4 Градуировка прибора

9.4.1 Рабочие градуировочные растворы (массовой концентрацией 0,025 и 0,050 г/дм^3) готовят из растворов контрольных образцов синтетических красителей по 9.3.1. Для этого вносят в две мерные колбы (с пришлифованными пробками) вместимостью 100 см^3 пипетками по 2,5 и 5 см^3 раствора контрольных образцов синтетического красителя соответственно, затем доводят объемы растворов в колбах до метки дистиллированной водой, закрывают колбы пробками и тщательно перемешивают. Срок хранения растворов в плотно закрытых склянках не более двух недель при температуре 2 °С— 8 °С.

9.4.2 Градуировочные растворы концентрацией 0,025, 0,050 г/дм^3 отбирают мерной пипеткой в объеме 0,8 см^3 в пробирку Эппендорфа и центрифугируют 4 мин при 6000 об/мин для удаления растворенного воздуха. Проводят измерение (см. 9.2). Градуировочную характеристику получают, обрабатывая полученные экспериментальные данные при помощи программного обеспечения. Градуировка признается удовлетворительной, если коэффициент корреляции, рассчитанный программой, будет не менее 0,99. Градуировка прибора обязательно проводится заново в следующих случаях:

при замене капилляра;

при замене хотя бы одного из компонентов буферного раствора;

при изменении рабочего напряжения;

при изменении времени ввода пробы и давления ввода;

при отрицательных результатах контроля стабильности градуировочной характеристики.

Пример электрофореграммы приведен в приложении В.

9.4.3 Приготовление раствора для контроля стабильности градуировочной характеристики

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят по 1 см^3 контрольных образцов синтетических красителей кармуазин (азорубин, Е122) и красный очаровательный АС (Е129), разбавляют до метки дистиллированной водой и перемешивают. Действительное значение массовой концентрации синтетических красителей составляет 0,010 г/дм^3. Срок хранения раствора в плотно закрытых склянках из темного стекла не более двух недель при комнатной температуре. Контрольный раствор используется для проверки работоспособности прибора и для контроля стабильности градуировочной характеристики.

10 Приготовление пробы и проведение измерений

Исследуемые пробы разбавляют в 10—50 раз дистиллированной водой до концентрации анализируемых синтетических красителей не более 0,050 г/дм^3 и центрифугируют 4 мин при 6000 об/мин. Измерение проводят по 9.2.

В случае затруднения идентификации какого-либо красителя рекомендуется использовать метод добавок. Для этого в анализируемую пробу вносится этот краситель с расчетом на увеличение концентрации на (100 ± 50) %, и измерение повторяется. Увеличение высоты соответствующего пика свидетельствует о правильной идентификации.

11 Обработка и оформление результатов измерений

11.1 Используя электрофореграмму подготовленных проб (см. раздел 10), при помощи программного обеспечения к прибору рассчитывают массовую концентрацию соответствующих синтетических красителей по установленным градуировочным зависимостям (см. 9.4.2). Массовую концентрацию синтетических красителей в исследуемой пробе, г/дм^3, (X) вычисляют по формуле

$$X = k\,C, \qquad (2)$$

где k — коэффициент разбавления пробы (10);

C — концентрация красителя, найденная по градуировочному графику, г/дм^3.

11.2 За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение $X_{ср}$, г/дм^3, двух параллельных определений массовой концентрации красителя, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{X_{макс} - X_{мин}}{X_{ср}} 100 \le r, \quad (3)$$

где $X_{макс}$ — максимальная массовая концентрация красителя в пробе, г/дм^3;

$X_{мин}$ — минимальная массовая концентрация красителя в пробе, г/дм^3;

$X_{ср}$ — среднее значение двух параллельных измерений массовой концентрации красителя в пробе, г/дм^3;

r — значение предела повторяемости (см. таблицу), %.

11.3 Результат анализа представляют в виде

$$(X_{ср} \pm \Delta), \text{ при } P = 0{,}95, \text{ г/дм}^3,$$

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение двух определений массовой концентрации красителя в пробе, признанных приемлемыми, г/дм^3;

Δ — границы абсолютной погрешности определения, г/дм^3, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

11.4 Границы абсолютной погрешности Δ вычисляют по формуле

$$\Delta = \frac{\delta \cdot X}{100}, \quad (4)$$

где δ — границы относительной погрешности измерения (см. таблица 1), %;

X — среднее арифметическое значение двух определений массовой концентрации синтетических красителей в исследуемой пробе, г/дм^3.

Числовое значение результата определения должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение границы абсолютной погрешности.

Приложение А
(обязательное)

Стандартные синтетические красители и их характеристика

А.1 Стандартные синтетические красители и их характеристика приведены в таблице А.1.

Таблица А.1

Наименование синтетического красителя	Индекс [1]	Длина волны, соответствующая максимуму поглощения, нм	Удельный коэффициент светопоглощения $E_{1ni}^{1\%}$
Тартразин	Е102	426	530
Желтый «солнечный закат»	Е110	485	555
Кармуазин (азорубин)	Е122	516	510
Амарант	Е123	520	440
Понсо 4R	Е124	505	430
Красный 2G	Е128	532	620
Красный очаровательный АС	Е129	504	540

Приложение Б
(обязательное)

Определение массовой доли основного красящего вещества в стандартных синтетических красителях спектрофотометрическим методом

Метод предназначен для определения массовой доли основного красящего вещества в стандартных синтетических красителях.

Проводится с каждой новой партией красителя и повторяется через 6 месяцев.

Б.1 Сущность метода

Метод основан на определении массовой доли основного красящего вещества по интенсивности окраски полученного раствора методом спектрофотометрии при характеристической длине волны.

Б.2 Подготовка к анализу

Б.2.1 Подготовка стандартных синтетических красителей

В необходимое число стаканчиков типа СВ с конусом 14/8 отбирают навески стандартных синтетических красителей с записью результата до четвертого знака и доводят до постоянной массы высушиванием при температуре 105 °С в сушильном шкафу. Навески подготовленных стандартных синтетических красителей хранят в эксикаторе с силикагелем не более 1 месяца. Готовят навески стандартных синтетических красителей для приготовления растворов не позднее, чем за 1 ч до начала анализа.

Б.2.2 Приготовление контрольных образцов синтетических красителей

В стакан вместимостью 50 см^3 отбирают навеску (0,0100 ± 0,0001) г подготовленного по Б.2.1 стандартного синтетического красителя. Растворяют навеску в небольшом количестве дистиллированной воды. Для интенсификации процесса допускается нагревание стаканчика с растворяемым синтетическим красителем до температуры не более 90 °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.

Пипеткой отбирают 10 см^3 раствора стандартного синтетического красителя и 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.

Б.3 Проведение анализа

Измеряют оптическую плотность раствора стандартного синтетического красителя при длине волны, указанной в таблице А.1 относительно оптической плотности дистиллированной воды в кювете с длиной оптического пути 10 мм. Если оптическая плотность раствора превышает 1, то раствор разбавляют дистиллированной водой, учитывая коэффициент разбавления в дальнейших расчетах. Измерение проводится в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации спектрофотометра. Повторяют определение оптической плотности для двух растворов каждого красителя и в расчетах используют среднее значение.

Б.4 Обработка результатов

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

$$X = \frac{k\,A\,1000}{E^{1\%}_{1ni}\,m}, \qquad (Б.1)$$

где k — коэффициент разбавления (1, при отсутствии разбавления);

A — оптическая плотность при характеристической длине волны;

$E^{1\%}_{1ni}$ — удельный коэффициент светопоглощения;

m — масса навески стандартного синтетического красителя, г;

1000 — коэффициент пересчета.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Б.5 Контроль сходимости результатов анализа

Контроль сходимости проводят при каждом анализе сравнением результатов двух параллельных определений массовой доли основного красящего вещества в одном и том же стандартном синтетическом красителе, выполненных по Б.3 одним и тем же исполнителем на одном и том же приборе.

Результат контроля считают положительным, если выполняется условие

$$\frac{C_{макс} - C_{мин}}{C_{ср}} 100 \le 10, \qquad (Б.2)$$

где $C_{макс}$ — максимальная массовая доля основного красящего вещества, %;

$C_{мин}$ — минимальная массовая доля основного красящего вещества, %;

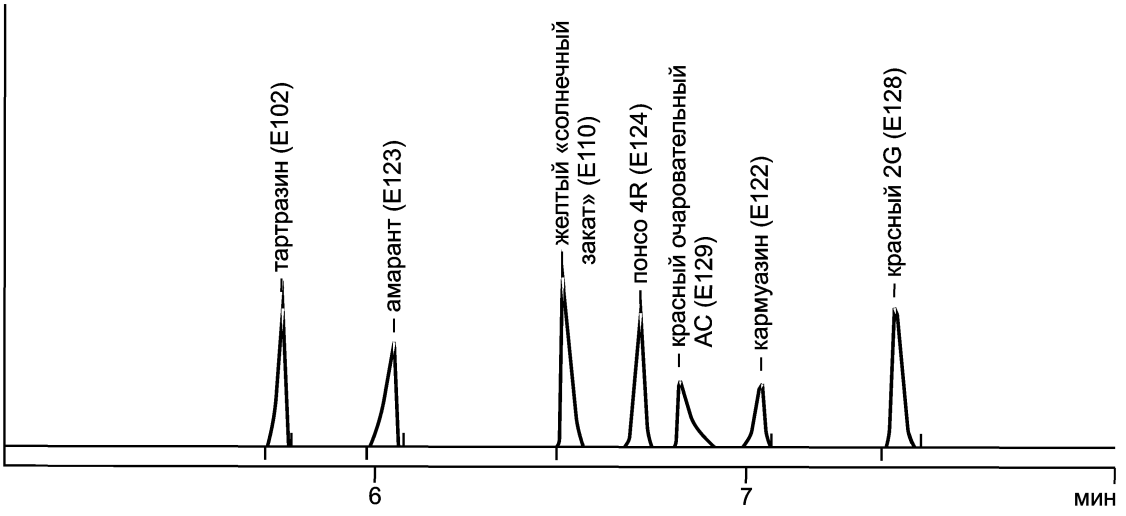
$C_{ср}$ — среднее значение массовой доли основного красящего вещества, %;

10 — предел повторяемости (сходимости), %.

Если условие (Б.2) не выполняется, контроль повторяют. При повторном отрицательном результате выясняют и устраняют его причины.

Приложение В
(справочное)

Электрофореграммы стандартного раствора



Примечание — На электрофореграммах винопродукции возможно появление пиков неидентифицированных веществ, не мешающих проведению количественного анализа.

Рисунок А.1 — Электрофореграмма стандартного раствора синтетических красителей

Библиография

[1] Commission Directive 95/45/EC of 26 July 1995 laying down specific purity criteria concerning colours for use in foodstuffs // Official Journal of European Communities. — 22.09.1995. — L. 226. — p. 1.

УДК 663.2.001.4:006.354 ОКС 67.160.10 Н79

Ключевые слова: продукция виноделия, синтетические красители, буферный раствор, капиллярный электрофорез, электрофореграмма

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 04.06.2009. Подписано в печать 06.07.2009. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,10. Тираж 283 экз. Зак. 397.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru