ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52671— 2006

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Методы идентификации и определения массовой доли синтетических красителей в карамели

Издание официальное

БЗ 8—2006/211

Москва
Стандартинформ
2007

1—521

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 учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом пищевых ароматизаторов, кислот и красителей Российской академии сельскохозяйственных наук (ГУ ВНИИПАКК)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 154 «Пищевые кислоты, эссенции ароматические пищевые и ароматизаторы, красители пищевые синтетические»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 декабря 2006 г. № 442-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, 2007

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 Хроматографический метод качественного определения (идентификации) синтетических красителей в тонком слое сорбента 2
5 Денситометрический метод определения массовой доли синтетических красителей в тонком слое сорбента 7
6 Спектрофотометрический метод определения массовой доли синтетических красителей 10
Приложение А (обязательное) Стандартные синтетические красители и их характеристика 12
Приложение Б (обязательное) Определение массовой доли основного красящего вещества в стандартных синтетических красителях спектрофотометрическим методом 13
Приложение В (рекомендуемое) Пример количественного определения Понсо 4R в смеси синтетических красителей с помощью видеоденситометра «Денскан» и программы «DENS» . . . 15
Библиография 19

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Методы идентификации и определения массовой доли синтетических красителей в карамели

Food products. Methods for identification and determination of artificial colours in caramel

Дата введения — 2008—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на карамель и устанавливает:

- хроматографический метод качественного определения (идентификации) синтетических красителей в тонком слое сорбента;
- денситометрический метод определения массовой доли синтетических красителей в тонком слое сорбента (диапазон измеряемых массовых долей синтетических красителей от 0,0012 % до 0,0250 %);
- спектрофотометрический метод определения массовой доли синтетических красителей (диапазон измеряемых массовых долей синтетических красителей от 0,0004 % до 0,0015 %).

Требования к показателю массовой доли синтетических красителей в карамели, определяемому по настоящему стандарту, установлены по [1].

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 51268—99 Ножницы. Общие технические условия

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 427—75 Линейки измерительные металлические. Технические условия

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

ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3956—76 Силикагель технический. Технические условия

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

ГОСТ 5830—79 Спирт изоамиловый. Технические условия

ГОСТ 5904—82 Изделия кондитерские. Правила приемки, методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 6016—77 Спирт изобутиловый. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9875—88 Диэтиламин технический. Технические условия

ГОСТ 13647—78 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

Издание официальное

2—521

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

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 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 замененным (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

Отбор проб карамели — по ГОСТ 5904.

4 Хроматографический метод качественного определения (идентификации) синтетических красителей в тонком слое сорбента

Метод распространяется на карамель и предназначен для идентификации синтетических красителей, перечень которых приведен в приложении А.

4.1 Сущность метода

Метод основан на сорбции синтетических красителей из раствора анализируемой карамели твердыми сорбентами, десорбции аммиаком, удалении последнего выпариванием и последующей идентификации синтетических красителей хроматографированием в тонком слое сорбента (ТСХ). Идентификацию проводят методом сравнения значений R'_f (отношение расстояния миграции пятна анализируемого синтетического красителя до линии старта к расстоянию миграции границы элюента до линии старта) каждого синтетического красителя многокомпонентной анализируемой смеси со значениями R_f контрольных синтетических красителей (КО).

В качестве КО используют водные растворы стандартных синтетических красителей из числа ожидаемых.

4.2 Условия проведения анализа

При подготовке и проведении измерения 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.

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

Все операции с реактивами следует проводить в вытяжном шкафу.

4.3 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

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

4.3.1 Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,1 мг и ± 100 мг.

4.3.2 Патрон для твердофазной экстракции с сорбентом алюминия оксидом.

4.3.3 Пластина для тонкослойной хроматографии с силикагелем на полимерной подложке размером 10·10 см.

4.3.4 Камера хроматографическая размером 12·12·5 см или 20·20·10 см.

4.3.5 Шприц медицинский инъекционный вместимостью 10—20 $см^3$.

4.3.6 Микрошприц типа МШ-1 или Газохром-101 вместимостью 1,0 $мм^3$ (1 мкл) с ценой деления не более 0,02 $мм^3$ (0,02 мкл).

4.3.7 Пипетки по ГОСТ 29169 с одной меткой вместимостью 1, 5, 25, 50 $см^3$ 1-го класса точности.

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

4.3.9 Стаканы термостойкие по ГОСТ 25336 вместимостью 50, 200 $см^3$.

4.3.10 Колбы мерные с пришлифованной пробкой вместимостью 10, 50, 100, 500 $см^3$ 1-го класса точности по ГОСТ 1770.

4.3.11 Колбы конические термостойкие вместимостью 50, 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

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

4.3.13 Стаканчик СВ — 14/8 по ГОСТ 25336.

4.3.14 Чашка выпарная круглодонная вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 25336.

4.3.15 Палочка стеклянная с оплавленным концом.

4.3.16 Термостат или водяная баня.

4.3.17 Сушильный шкаф диапазоном температур в рабочей камере от 40 °С до 200 °С и основной погрешностью стабилизации температуры ± 1 °С.

4.3.18 Эксикатор по ГОСТ 25336.

4.3.19 Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

4.3.20 Линейка металлическая по ГОСТ 427.

4.3.21 Ножницы по ГОСТ Р 51268.

4.3.22 Пинцет медицинский по ГОСТ 21241.

4.3.23 Красители синтетические стандартные в соответствии с приложением А.

4.3.24 Пиридин по ГОСТ 13647, ч.д.а.

4.3.25 Кислота уксусная по ГОСТ 61, х.ч., ледяная, раствор массовой концентрации 10 $г/дм^3$, готовят по ГОСТ 4517.

4.3.26 Спирт этиловый ректификованный технический высшего сорта по ГОСТ 18300.

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

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

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

4.3.30 Алюминия оксид активированный кислый pH=4,5, зернением 0,05—0,15 мм, удельной поверхностью 155 $м^2/г$ для колоночной хроматографии.

4.3.31 Силикагель марки КСМГ высшего или 1-го сорта по ГОСТ 3956.

4.3.32 Диэтиламин технический по ГОСТ 9875.

4.3.33 Хлороформ по ГОСТ 20015.

4.3.34 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений и вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивы по качеству не хуже вышеуказанных.

4.4 Приготовление реактивов

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

В мерную колбу (с пришлифованной пробкой) по ГОСТ 1770 вместимостью 10 $см^3$ вносят пипеткой по ГОСТ 29169 5 $см^3$ водного аммиака по ГОСТ 3760 (4.3.29). Доводят объем раствора аммиака в колбе до метки дистиллированной водой по ГОСТ 6709, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают. Раствор аммиака хранят в плотно закрытой таре по ГОСТ 3760 при температуре 15 °С — 25 °С не более 1 мес.

4.4.2 Приготовление элюентов

4.4.2.1 Приготовление элюента 1

В коническую колбу по ГОСТ 25336 вместимостью 50 $см^3$ вносят пипетками по ГОСТ 29227, индивидуальными для каждого реактива, 3 $см^3$ пиридина по ГОСТ 13647 (4.3.24), 3 $см^3$ изоамилового спирта по ГОСТ 5830 (4.3.27), 3 $см^3$ изобутилового спирта по ГОСТ 6016 (4.3.28), 4 $см^3$ этилового ректификованного технического спирта по ГОСТ 18300 (4.3.26), 4 $см^3$ водного аммиака по ГОСТ 3760 (4.3.29). Колбу закрывают стеклянной пробкой по ГОСТ 1770 и тщательно перемешивают.

4.4.2.2 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. Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают.

4.4.2.3 Приготовление элюента 3

В коническую колбу вместимостью 50 $см^3$ вносят пипетками, индивидуальными для каждого реактива, 6 $см^3$ диэтиламина по ГОСТ 9875, 5 $см^3$ хлороформа по ГОСТ 20015, 6 $см^3$ этилового ректификованного

технического спирта, 3 см^3 раствора аммиака (NH_3) массовой концентрации 125 г/дм^3, приготовленного по 4.4.1. Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают. Элюенты готовят за 1 ч до начала анализа.

Не допускается повторное использование элюента.

4.5 Подготовка к анализу

4.5.1 Приготовление раствора КО стандартных синтетических красителей

4.5.1.1 В необходимое число стаканов по ГОСТ 25336 вместимостью 50 см^3 каждый взвешивают на лабораторных весах по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,1 мг навески стандартных синтетических красителей. Результаты взвешиваний записывают до четвертого десятичного знака.

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

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

где 0,25 — масса навески синтетического красителя, при условии содержания в нем 100 % основного красящего вещества, г;

100 — коэффициент пересчета, %;

X — массовая доля основного красящего вещества в навеске стандартного синтетического красителя, в соответствии с приложением Б, %.

4.5.1.2 В каждый стакан с навеской стандартного синтетического красителя, подготовленного по 4.5.1.1, прибавляют 20 см^3 дистиллированной воды и перемешивают стеклянной палочкой по 4.3.15 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, переносят количественно 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.

4.5.1.3 Массовую концентрацию основного красящего вещества полученного раствора КО стандартного синтетического красителя $C_{КО}$, г/дм^3, определяют по формуле

$$C_{КО} = \frac{0{,}25}{V_{КО}10^{-3}} \text{ или } C_{КО} = 2{,}5, \qquad (2)$$

где 0,25 — масса навески синтетического красителя при условии содержания в нем 100 % основного красящего вещества, г;

$V_{КО}$ — объем раствора КО стандартного синтетического красителя, см^3, ($V_{КО}$ = 100 см^3);

10^{-3} — коэффициент пересчета см^3 в дм^3.

Раствор КО стандартного синтетического красителя хранят в склянке из темного стекла с завинчивающейся пробкой при комнатной температуре.

Срок хранения растворов КО стандартных синтетических красителей 6 мес.

4.5.2 Извлечение синтетических красителей из анализируемой карамели методом твердофазной экстракции

4.5.2.1 Приготовление анализируемого раствора карамели

В стакане вместимостью 50 см^3 взвешивают на лабораторных весах с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 100 мг не менее 5 г анализируемой карамели с записью результата взвешивания до первого десятичного знака. Затем в стакан прибавляют дистиллированную воду из расчета не менее 2 см^3 на 1 г карамели и перемешивают стеклянной палочкой по 4.3.15 до полного растворения карамели. Для интенсификации растворения карамели допускается нагревание раствора в стакане на водяной бане до температуры не более 90 °С. Раствор анализируемой карамели необходимо охладить до комнатной температуры.

4.5.2.2 Подготовка патрона для твердофазной экстракции

Медицинским шприцем по 4.3.5 набирают 10—20 см^3 дистиллированной воды, соединяют шприц с патроном для твердофазной экстракции по 4.3.2, заполненным сорбентом (оксидом алюминия по 4.3.30). Патрон промывают со скоростью 10—20 капель дистиллированной воды в минуту. Объем пропускаемой через патрон дистиллированной воды должен быть не менее 30 см^3. После этого патрон промывают один раз 25 см^3 раствора ледяной уксусной кислоты массовой концентрацией 10 г/дм^3 по 4.3.25. Затем патрон отсоединяют от шприца.

4.5.2.3 Сорбция синтетических красителей из карамели

Медицинским шприцем набирают 10—20 $см^3$ анализируемого раствора карамели, подготовленного по 4.5.2.1, и соединяют шприц с патроном. Пропускают анализируемый раствор карамели через патрон по одной капле со скоростью 10—20 капель в минуту. При появлении на выходе из патрона окрашенного анализируемого раствора карамели его пропускают через второй патрон. При необходимости используют 1—5 патронов, подготовленных по 4.5.2.2, до достижения полноты сорбции синтетического красителя. После этого промывают каждый патрон с сорбированным синтетическим красителем 25 $см^3$ раствора ледяной уксусной кислоты массовой концентрации 10 $г/дм^3$ по одной капле со скоростью 10—20 капель в минуту.

4.5.2.4 Десорбция синтетических красителей из патронов водным аммиаком

Медицинским шприцем набирают 10—20 $см^3$ водного аммиака (4.3.29) и соединяют шприц с патроном. Пропускают водный аммиак через патрон по одной капле со скоростью 10—20 капель в минуту. При необходимости промывание патрона водным аммиаком повторяют до полного обесцвечивания сорбента (оксида алюминия) в патроне. Элюат (раствор водного аммиака, пропущенный через патрон) собирают в выпарную чашку по 4.3.14 и выпаривают досуха на водяной бане температурой от 80 °С до 90 °С. Сразу после испарения раствора аммиака чашку с сухим остатком (синтетическим красителем) охлаждают. Синтетический краситель растворяют в чашке, добавляя пипеткой по ГОСТ 29227 (4.3.8) от 0,5 до 1,0 $см^3$ дистиллированной воды.

4.5.3 Подготовка хроматографической камеры

В хроматографическую камеру по 4.3.4 вносят элюент 1, приготовленный по 4.4.2.1, 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.

4.5.4 Подготовка пластин для ТСХ анализа

На хроматографическую пластину по 4.3.3 карандашом наносят линию старта на расстоянии 1 см от края пластины и линию границы элюента на расстоянии 7 см от линии старта. На линию старта карандашом наносят точки с интервалом не менее 1 см.

4.5.5 Получение хроматографических карт реперов КО стандартных синтетических красителей

На пластину, подготовленную по 4.5.4, микрошприцем по 4.3.6 наносят на линию старта в несколько приемов с промежуточным подсушиванием на воздухе 0,3 $мм^3$ каждого раствора репера КО стандартных синтетических красителей, полученных по 4.5.1.3. После нанесения раствора пластину подсушивают в течение 3—4 мин и затем пинцетом по ГОСТ 21241 погружают в раствор элюента 1 на глубину не более 0,5 см от нижнего края пластины под углом примерно 45°. Камеру плотно закрывают. Элюирование заканчивают при достижении элюентом 1 линии границы элюента. По окончании элюирования пластину вынимают и подсушивают.

Аналогично получают хроматографические карты с использованием элюентов 2 и 3.

Значения R_f реперов стандартных синтетических красителей рассчитывают по 4.6.4.

4.6 Проведение анализа

4.6.1 Предварительная идентификация синтетического красителя анализируемой карамели

Пластину, подготовленную по 4.5.4, разрезают на две части на расстоянии от 3,0 до 3,5 см от боковой стороны пластины, перпендикулярно к линии старта.

На подготовленную хроматографическую пластину шириной от 3,0 до 3,5 см микрошприцем по 4.3.6 наносят на линию старта в несколько приемов с промежуточным подсушиванием на воздухе от 0,3 до 1,0 $мм^3$ раствора, полученного по 4.5.2.4. После нанесения раствора пластину подсушивают в течение 3—4 мин и затем пинцетом погружают в раствор элюента 1 на глубину не более 0,5 см от нижнего края пластины под углом примерно 45°. Камеру плотно закрывают. Элюирование заканчивают при достижении элюентом 1 линии границы элюента. По окончании элюирования пластину вынимают и подсушивают.

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

Предварительную идентификацию анализируемого синтетического красителя проводят на основе визуальной оценки цвета пятен и сравнением значений R'_f анализируемых синтетических красителей, рассчитанных по формуле (6) со значениями R_f стандартных синтетических красителей, приведенных в таблице 1, или с помощью хроматографических карт, полученных при предварительном хроматографировании растворов КО стандартных синтетических красителей.

Таблица 1 — Значения R_f стандартных синтетических красителей

Наименование стандартного синтетического красителя	Индекс [1]	Значения R_f		
		Элюент 1	Элюент 2	Элюент 3
Синтетические красители, разрешенные в Российской Федерации для производства пищевых продуктов				
Тартразин	Е102	0,27	0,49	0,37
Желтый хинолиновый	Е104	0,74 0,83	0,51 0,46	0,47 0,65
Желтый «солнечный закат»	Е110	0,39	0,51	0,64
Азорубин	Е122	0,34	0,49	0,54
Понсо 4R	Е124	0,24	0,42	0,48
Красный 2G	Е128	0.49	0,51	0,48
Красный очаровательный АС	Е129	0,50	0,67	0,66
Синий патентованный V	Е131	0,20	0,43	0,46
Синий блестящий FCF	Е133	0,43	0,46	0,59
Зеленый S	Е142	0,16	0,54	0,55
Зеленый прочный FSF	Е143	0,43	0,37	0,39
Черный блестящий PN	Е151	0,25	0,62	0,40
Синтетические красители, запрещенные в Российской Федерации для производства пищевых продуктов				
Хризоин S	Е103	0,56	0,54	0,63
Амарант	Е123	0,29	0,41	0,43
Эритразин	Е127	0,70 0,62	0,63 0,60	0,84 0,34

4.6.2 Приготовление растворов КО смесевых стандартных синтетических красителей

4.6.2.1 Растворы КО смесевых стандартных красителей готовят с учетом предварительной идентификации синтетических красителей по 4.6.1.

Примечание — На силикагелевых пластинах синие, фиолетовые и красные красители идентифицируются намного лучше желтых и оранжевых.

4.6.2.2 Приготовление раствора А

В мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 500 см^3 пипеткой вносят по 50 см^3 растворов КО стандартных синтетических красителей, присутствие которых наиболее вероятно в анализируемой карамели, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Массовую концентрацию каждого компонента полученного раствора А, C_k, г/дм^3, определяют по формуле

$$C_k = \frac{C_{КО} V_к}{V} \text{ или } C_k = 0{,}25, \quad (3)$$

где $C_{КО}$ — массовая концентрация основного красящего вещества раствора КО стандартного синтетического красителя, г/дм^3, приготовленного по 4.5.1.2;

V — объем раствора КО смесевых стандартных синтетических красителей (V = 500 см^3), см^3;

$V_к$ — объем раствора КО стандартного синтетического красителя, взятого для приготовления раствора КО смесевого стандартного красителя ($V_к$ = 50 см^3), см^3.

4.6.2.3 Приготовление раствора Б

Пипеткой по 4.3.7 отбирают 25 см^3 раствора А, приготовленного по 4.6.2.2, 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 каждого компонента полученного раствора Б C_{k1}, г/дм^3, определяют по формуле

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

где C_k — массовая концентрация синтетического красителя в растворе А по 4.6.2.2, г/дм^3;

2 — коэффициент разведения.

4.6.2.4 Приготовление раствора В

Пипеткой отбирают 25 см^3 раствора Б, приготовленного по 4.6.2.3, 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 каждого компонента полученного раствора В C_{k2}, г/дм^3, определяют по формуле

$$C_{k2}=\frac{C_{k1}}{2}, \quad (5)$$

где C_{k1} — массовая концентрация синтетического красителя в растворе Б по 4.6.2.3, г/дм^3;

2 — коэффициент разведения.

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

4.6.3 Идентификация синтетического красителя

На хроматографическую пластину, подготовленную по 4.5.4, шириной от 6,5 до 7,0 см, 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) и анализируемого раствора синтетического красителя по 4.5.2.4. Все растворы наносят на пластину в одинаковой пропорции. После нанесения растворов пластину подсушивают в течение 3—4 мин и затем пинцетом помещают в хроматографическую камеру, заполненную элюентом. Элюент выбирают в соответствии с 4.6.1 и таблицей 1. Камеру плотно закрывают. Элюирование заканчивают при достижении элюентом линии границы элюента — 7,0 см от линии старта. По окончании элюирования хроматографическую пластину вынимают и подсушивают.

4.6.4 Обработка результатов

Линейкой по ГОСТ 427 (см. 4.3.20) измеряют расстояние от центра каждого пятна анализируемого синтетического красителя и линии границы элюента до линии старта.

Вычисляют значение R'_f анализируемого синтетического красителя по формуле

$$R'_f=\frac{l_k}{l_э}, \quad (6)$$

где l_k — расстояние до линии старта от центра пятна анализируемого синтетического красителя, см;

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

Сравнивая цвет пятен и значения R'_f каждого синтетического красителя анализируемого раствора со значениями R_f реперов (свидетелей), идентифицируют синтетические красители, присутствующие в анализируемой карамели.

5 Денситометрический метод определения массовой доли синтетических красителей в тонком слое сорбента

Метод предназначен для количественного определения в карамели пищевых красителей (основных красящих веществ): тартразина Е102, хризоина S Е103, желтого хинолинового Е104, желтого «солнечный закат» Е110, азорубина Е122, амаранта Е123, Понсо 4R Е124, эритразина Е127, красного 2G Е128, красного очаровательного АС Е129, синего патентованного V Е131, синего блестящего FCF Е133, зеленого прочного FSF Е143, черного блестящего PN Е151.

5.1 Сущность метода

Метод основан на сорбции синтетических красителей из раствора анализируемой карамели твердыми сорбентами, десорбции аммиаком, удалении аммиака выпариванием, хроматографировании в тонком слое

сорбента (ТСХ) и определении массовой доли синтетических красителей методом количественной оптической денситометрии с компьютерной обработкой тонкослойных хроматограмм программой «DENS».

В качестве реперов (свидетелей) используют растворы КО стандартных синтетических красителей (растворы Б и В, приготовленные по 4.6.2.3 и 4.6.2.4).

5.2 Условия проведения анализа

При подготовке и проведении измерения должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающего воздуха ..... от 15 °С до 25 °С

атмосферное давление ..... от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.);

относительная влажность воздуха ..... от 30 % до 80 %

напряжение в электросети ..... $220^{+10\%}_{-15\%}$ В

частота тока в электросети ..... от 49 до 51 Гц.

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

Все операции с реактивами следует проводить в вытяжном шкафу.

5.3 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Для проведения анализа следует использовать средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы по 4.3, за исключением стандартных синтетических красителей № 10, 13 (см. приложение А), а также:

- оптический денситометр, работающий в диапазоне длин волн от 400 до 800 нм, с чувствительностью по каждому измеряемому синтетическому красителю в карамели не ниже 0,0012 %;
- детектор — черно-белую малогабаритную видеокамеру или аналогичную цветную с чувствительностью не хуже 0,02 лк, с ручной фокусировкой и ручной регулировкой диафрагмы либо цветной сканер с разрешением от 200 d.p.i и выше с интерфейсом, соответствующим TWAIN-стандарту;
- компьютер с операционной системой Microsoft Windows 2000 или Microsoft Windows XP с компьютерной обработкой тонкослойных хроматограмм программой «DENS»;
- блок ввода изображения.

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.

5.4 Приготовление реактивов

Приготовление реактивов — по 4.4.

5.5 Подготовка к анализу

Подготовка к анализу — по 4.5.

5.6 Проведение анализа

5.6.1 Предварительная идентификация анализируемого синтетического красителя — по 4.6.1.

5.6.2 Приготовление растворов КО смесевых стандартных синтетических красителей — по 4.6.2.

5.6.3 Идентификация синтетического красителя — по 4.6.3.

5.6.4 Проведение измерений

Определение значений R_f, R'_f и массовых долей синтетических красителей проводят на денситометре с помощью компьютерной программы «DENS».

Массу каждого синтетического красителя в пятне репера (свидетеля) КО смесевого стандартного синтетического красителя, полученном нанесением на пластину раствора Б, $m_Б$, мкг, рассчитывают по формуле

$$m_Б = C_{k1} V_Б, \quad (7)$$

где C_{k1} — массовая концентрация каждого синтетического красителя в растворе репера Б (свидетеля) смесевого стандартного синтетического красителя по 4.6.2.3, мкг/мм^3;

$V_Б$ — объем раствора репера Б (свидетеля) смесевого синтетического красителя, нанесенного на пластину ТСХ по 4.6.3, мм^3;

Массу каждого синтетического красителя в пятне репера (свидетеля) КО смесевого стандартного синтетического красителя, полученном нанесением на пластину раствора В, $m_В$, мкг, рассчитывают по формуле

$$m_В = C_{k2} V_В, \quad (8)$$

где C_{k2} — массовая концентрация каждого синтетического красителя раствора репера В (свидетеля) смесевого стандартного синтетического красителя по 4.6.2.4, мкг/мм^3;

V_B — объем раствора репера В (свидетеля) смесевого синтетического красителя, нанесенного на пластину ТСХ по 4.6.3, мм^3.

Значения массы каждого синтетического красителя в пятне репера (свидетеля) КО смесевого стандартного синтетического красителя вводят в программу компьютерной обработки «DENS», а массу анализируемого синтетического красителя обозначают X.

Получают результат измерения — массу анализируемого красителя, нанесенного на пластину, в мкг.

В случае, если массовая доля синтетического красителя в анализируемом растворе превысит диапазон измерения от 0,0012 % до 0,0250 %, необходимо разбавить раствор до концентрации, соответствующей указанному диапазону, и значение массовой доли синтетического красителя, рассчитанной по формуле (9), умножить на коэффициент разбавления.

Пример количественного определения синтетического красителя приведен в приложении В.

5.7 Обработка результатов

5.7.1 Массовую долю синтетического красителя в анализируемой карамели C_1, %, рассчитывают по формуле

$$C_1 = \frac{M_{вых} 10^{-6} V_1}{V_2 10^{-3} m_1 10^{-3} \cdot 10} \quad (9)$$

или

$$C_1 = \frac{M_{вых} V_1}{m_1 V_2 10}, \quad (10)$$

где $M_{вых}$ — масса анализируемого синтетического красителя в пятне пластины ТСХ, мкг;

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

V_1 — объем анализируемого раствора синтетического красителя, полученного по 4.5.2.4, см^3;

V_2 — объем анализируемого раствора синтетического красителя, нанесенного на пластину ТСХ по 4.6.3, мм^3;

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

m_1 — масса пробы анализируемой карамели, взятой для анализа, г;

10^{-3} — коэффициент пересчета г в кг;

10 — коэффициент пересчета в %.

Вычисления проводят с записью результата до пятого десятичного знака.

Окончательный результат записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

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

$$\frac{C_{11} - C_{12}}{C_{ср}} 100 \le r, \quad (11)$$

где C_{11}, C_{12} — результаты анализов двух параллельных измерений массовой доли синтетического красителя, %;

$C_{ср}$ — среднее значение двух параллельных измерений массовой доли синтетического красителя, %;

r — значение предела повторяемости, приведенное в таблице 2.

Результат анализа представляют в виде:

$$C_{ср} \pm 0{,}01\delta C_{ср}, \text{ при } P = 0{,}95, \quad (12)$$

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

δ — границы относительной погрешности измерений, %.

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

Таблица 2 — Нормативы оперативного контроля стандартных синтетических красителей

Диапазон измерений массовой доли синтетического красителя в карамели, %	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

6 Спектрофотометрический метод определения массовой доли синтетических красителей

Метод предназначен для количественного определения в карамели индивидуальных синтетических красителей (основных красящих веществ) в соответствии с таблицей 3 и смесевых синтетических красителей, в состав которых входят два индивидуальных синтетических красителя, максимумы поглощения которых находятся в диапазонах длин волн 400—450 нм и 590—640 нм.

6.1 Сущность метода

Метод основан на сорбции синтетических красителей из раствора анализируемой карамели твердыми сорбентами, десорбции аммиаком, удалении аммиака выпариванием и определении массовой доли синтетических красителей по интенсивности окраски полученного раствора методом спектрофотометрии при характеристической длине волны.

Таблица 3 — Спектрофотометрические характеристики стандартных синтетических красителей

Наименование синтетического красителя	Индекс [1]	Растворитель	Длина волны, соответствующая максимуму поглощения, нм	Удельный коэффициент светопоглощения, $E^{1\%}_{1см}$
Тартразин	Е102	Дистиллированная вода	426	530
Желтый хинолиновый	Е104	Раствор уксусной кислоты pH=5	411	865
Желтый «солнечный закат»	Е110	Дистиллированная вода	485	555
Азорубин	Е122	Дистиллированная вода	516	510
Амарант	Е123	Дистиллированная вода	520	440
Понсо 4R	Е124	Дистиллированная вода	505	430
Красный 2G	Е128	Дистиллированная вода	532	620
Красный очаровательный АС	Е129	Дистиллированная вода	504	540
Синий патентованный V	Е131	Дистиллированная вода	638	2000
Синий блестящий FCF	Е133	Дистиллированная вода	630	1630
Зеленый S	Е142	Дистиллированная вода	632	1720
Зеленый прочный FSF	Е143	50 %-ный раствор этанола	625	1560
Черный блестящий PN	Е151	Дистиллированная вода	570	530
Коричневый НТ	Е155	Дистиллированная вода	460	403
Эритразин	Е127	Дистиллированная вода	526	1100
Хризоин S	Е103	Дистиллированная вода	415	920

6.2 Условия проведения анализа

При подготовке и проведении измерения должны быть соблюдены условия в соответствии с 4.2.

6.3 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Для проведения анализа следует использовать средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы по 4.3, а также:

- спектрофотометр с диапазоном измерения в диапазоне длин волн от 210 до 700 нм, допустимой абсолютной погрешностью коэффициента пропускания не более 1 %, спектральной шириной не более 1 нм;
- кюветы кварцевые толщиной поглощающего слоя 1 см.

6.4 Подготовка к анализу

Извлеченный по 4.5.2 из анализируемой карамели раствор синтетического красителя переносят количественно в мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 10 $см^3$. Доводят объем раствора в колбе до метки растворителем в соответствии с требованиями таблицы 3, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

6.5 Проведение анализа

Кювету спектрофотометра заполняют приготовленным по 6.4 раствором анализируемого синтетического красителя и измеряют оптическую плотность при длине волны, соответствующей максимуму светопоглощения в соответствии с таблицей 3, относительно оптической плотности растворителя.

Значение оптической плотности раствора должно находиться в диапазоне от 0,2 до 0,8.

В случае превышения значения оптической плотности раствора 0,8 необходимо разбавить раствор, и значение массовой доли синтетического красителя, рассчитанной по формуле (13), умножить на коэффициент разбавления.

6.6 Обработка результатов

6.6.1 Массовую долю синтетического красителя в анализируемой карамели C_2, %, рассчитывают по формуле

$$C_2 = \frac{A \cdot V_1}{E^{1\%}_{1см} \cdot d \cdot m_2}, \quad (13)$$

где A — оптическая плотность раствора анализируемого синтетического красителя по 6.4 при длине волны, указанной в таблице 3;

V_1 — объем разведения по 6.4, см^3 (V_1 =10 см^3);

$E^{1\%}_{1см}$ — удельный коэффициент светопоглощения в соответствии с таблицей 3;

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

m_2 — масса пробы анализируемой карамели, взятой для анализа, г.

Вычисления проводят с записью результата до пятого десятичного знака.

Окончательный результат записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

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

$$\frac{C_{21} - C_{22}}{C_{ср}} 100 \le r, \quad (14)$$

где C_{21}, C_{22} — результаты анализов двух параллельных измерений массовой доли синтетического красителя, %;

$C_{ср}$ — среднее значение двух параллельных измерений массовой доли синтетического красителя, %;

r — значение предела повторяемости, приведенное в таблице 4.

6.6.3 Результат анализа представляют в виде:

$$C_{ср} \pm 0{,}01\delta C_{ср}, \text{ при } P = 0{,}95, \quad (15)$$

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

δ — границы относительной погрешности измерений, %.

Предел повторяемости r и воспроизводимости R, а также показатель точности δ измерений массовой доли синтетического красителя в карамели приведены в таблице 4.

Таблица 4 — Нормативы оперативного контроля стандартных синтетических красителей

Диапазон измерений массовой доли синтетического красителя в карамели, %	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) ±δ, %, при P = 0,95
0,0004—0,0015	10	15	10

Приложение А
(обязательное)

Стандартные синтетические красители и их характеристика

Таблица А.1

Наименование синтетического красителя	Индекс [1]	Color Index	Массовая доля основного красящего вещества, %, не менее
Азокрасители			
1 Тартразин	Е102	19140	85
2 Хризоин S	Е103	14270	85
3 Желтый «солнечный закат»	Е110	15985	85
4 Азорубин	Е122	14720	85
5 Амарант	Е123	16185	85
6 Понсо 4R	Е124	16255	80
7 Красный 2G	Е128	18050	80
8 Красный очаровательный АС	Е129	16035	85
9 Черный блестящий PN	Е151	28440	80
10 Коричневый НТ	Е155	20285	70
Триарилметановые красители			
11 Синий патентованный V	Е131	42051	85
12 Синий блестящий FCF	Е133	42090	85
13 Зеленый S	Е142	44090	80
14 Зеленый прочный FSF	Е143	42053	85
Хинолиновый краситель			
15 Желтый хинолиновый	Е104	47005	70
Ксантеновый краситель			
16 Эритразин	Е127	45430	87

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.

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 Условия анализа

При подготовке и проведении анализа должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающего воздуха ..... от 10 °С до 35 °С

атмосферное давление ..... от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.)

относительная влажность воздуха ..... от 40 % до 95 %

напряжение в сети ..... $220^{+10\%}_{-15\%}$ В

частота тока в электросети ..... от 49 до 51 Гц .

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

Все операции с реактивами следует проводить в вытяжном шкафу.

Б.3 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Спектрофотометр с диапазоном измерения в диапазоне длин волн от 210 до 700 нм, допустимой абсолютной погрешностью коэффициента пропускания не более 1 %, спектральной шириной не более 1 нм.

Кюветы кварцевые толщиной поглощающего слоя 1 см.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,1 мг.

Пипетка градуированная по ГОСТ 29227 вместимостью 10 $см^3$ 1 класса точности.

Колба мерная с пришлифованной пробкой по ГОСТ 1770 вместимостью 100 $см^3$ 1 класса точности.

Стаканчик СВ-14/8 по ГОСТ 25336.

Стакан термостойкий по ГОСТ 25336 вместимостью 50 $см^3$.

Баня водяная.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Силикагель по ГОСТ 3956.

Красители стандартные синтетические в соответствии с приложением А.

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

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, материалов и реактивов, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность анализа, а также реактивов по качеству не хуже вышеуказанных.

Б.4 Подготовка к анализу

Б.4.1 Подготовка стандартных синтетических красителей

В необходимое число стаканчиков типа СВ по ГОСТ 25336 взвешивают на лабораторных весах по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,1 мг навески стандартных синтетических красителей массой 0,2—0,5 г, результат взвешивания записывают в граммах до четвертого десятичного знака и доводят до постоянной массы высушиванием при температуре 105 °С в сушильном шкафу. Навески подготовленных стандартных синтетических красителей хранят в эксикаторе с силикагелем. Навески стандартных синтетических красителей для приготовления растворов готовят не позднее, чем за 1 ч до начала анализа.

Б.4.2 Приготовление КО стандартных синтетических красителей

В стакан по ГОСТ 25336 вместимостью 50 $см^3$ взвешивают на лабораторных весах с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,1 мг навеску 0,01 г подготовленного по Б.4.1 стандартного синтетического красителя с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака. Растворяют навеску в небольшом количестве растворителя в соответствии с таблицей 3 и количественно переносят в мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 $см^3$. При температуре раствора 20 °С доводят объем раствора в колбе до метки растворителем в соответствии с таблицей 3, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Примечание — Для интенсификации процесса растворения допускается нагревание стаканчика с растворенным синтетическим красителем до температуры не более 90 °С.

Пипеткой отбирают 10 см^3 КО стандартного синтетического красителя и переносят в мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 100 см^3. Доводят объем раствора в колбе до метки растворителем, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Б.5 Проведение анализа

Приготовленный раствор дозируют пипеткой по ГОСТ 29227 в кювету спектрофотометра и измеряют оптическую плотность при длине волны, указанной в таблице 3, относительно оптической плотности растворителя.

Б.6 Обработка результатов

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

$$C = \frac{A \cdot V_1 \cdot V_3}{E^{1\%}_{1см} \cdot d \cdot m \cdot V_2} \qquad (Б.1)$$

или

$$C = \frac{A \cdot 10^3}{E^{1\%}_{1см} \cdot m}, \qquad (Б.2)$$

где A — оптическая плотность при характеристической длине волны;

V_1 — объем разведения, см^3 (V_1 = 100 см^3);

V_3 — объем разведения, см^3 (V_3 = 100 см^3);

$E^{1\%}_{1см}$ — удельный коэффициент светопоглощения в соответствии с таблицей 3;

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

m — масса навески эталонного синтетического красителя, г;

V_2 — объем раствора синтетического красителя, взятого на разведение по Б.4.2, см^3 (V_2 = 10 см^3).

Вычисления проводят с записью результата до третьего десятичного знака.

Окончательный результат записывают с точностью до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение $C_{ср}$, %, двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{C_1 - C_2}{C_{ср}} 100 \le 10, \qquad (Б.3)$$

где C_1, C_2 — массовая доля основного красящего вещества двух параллельных измерений, выполненных в условиях повторяемости %;

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

10 — норматив контроля предела повторяемости, %.

Контроль повторяемости результатов анализа 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.5 одним и тем же исполнителем на одном и том же приборе. Результат контроля считают удовлетворительным, если выполняется условие (Б.3).

Если условие (Б.3) не выполняется, контроль повторяют. При повторном неудовлетворительном результате выясняют и устраняют его причины.

Б.7 Контроль воспроизводимости результатов анализа

Контроль воспроизводимости результатов анализа проводят, сравнивая результаты двух определений массовой доли основного красящего вещества в одной и той же пробе, выполненные по Б.5 разными исполнителями или одним и тем же исполнителем, но с использованием разного оборудования.

Результат контроля считают удовлетворительным, если выполняется условие

$$\frac{C_1 - C_2}{C_{ср}} 100 \le 15, \qquad (Б.4)$$

где C_1, C_2 — массовая доля основного красящего вещества двух параллельных измерений, выполненных в условиях воспроизводимости, %;

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

15 — норматив контроля воспроизводимости, %.

Если условие (Б.4) не выполняется, контроль повторяют. При повторном неудовлетворительном результате выясняют и устраняют его причины.

Приложение В
(рекомендуемое)

Пример количественного определения Понсо 4R в смеси синтетических красителей с помощью видеоденситометра «Денскан» и программы «DENS»

В.1 Средства измерений и вспомогательное оборудование

Видеоденситометр «Денскан», производства НПО «Ленхром», работающий в диапазоне длин волн от 400 до 800 нм, с чувствительностью по каждому измеряемому синтетическому красителю в карамели не ниже 0,0012 %.

Детектор — черно-белая малогабаритная видеокамера WV-BP330.

Компьютер с операционной системой Microsoft Windows XP и специальным программным обеспечением по обработке тонкослойных хроматограмм «DENS».

Блок ввода изображения видеобластер Aver TV 203.

В.2 Приготовление реактивов

Приготовление реактивов — по 4.4.

В.3 Подготовка к анализу

Подготовка к анализу — по 4.5.

В.4 Проведение анализа

Проводят извлечение синтетических красителей из карамели по 4.5.2. Растворы КО смесевых стандартных красителей готовят по 4.6.2

Предварительную идентификацию синтетического красителя проводят по 4.6.1

Хроматографическое разделение смеси синтетических красителей, содержащей в качестве одного из компонентов Понсо 4R, в полученном по 4.5.2.4 растворе проводят по 4.6.3.

В.5 Обработка и оформление результатов измерений

В.5.1 С помощью видеоденситометра получают изображение (файл) хроматограммы по В.4.

В.5.2 Вводят файл с изображением хроматограммы в компьютерную программу «DENS».

В.5.3 Редактируют изображение средствами программы «DENS», устанавливая линии старта и границы элюента (рисунок В.1).

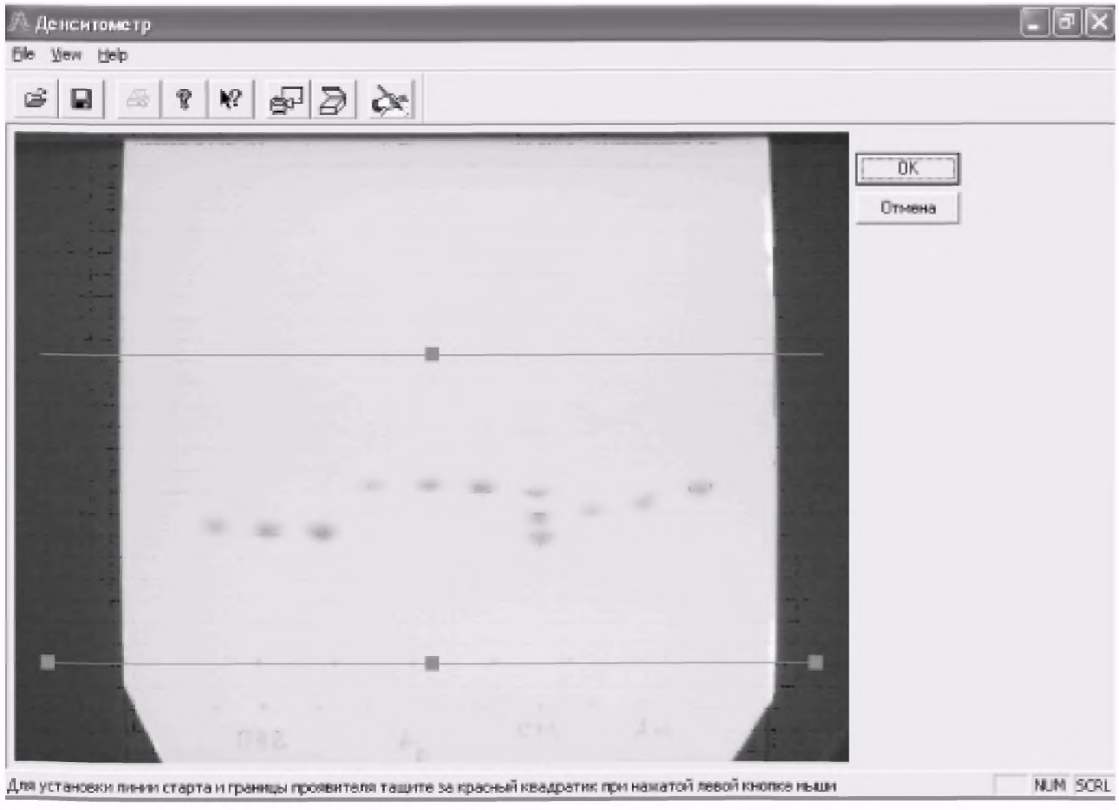

Рисунок В.1 — Указание линий старта и границы элюента

В.5.4 Проводят расчет значения R_f синтетического красителя Понсо 4R.

В.5.5 Выделяют анализируемую область на изображении хроматограммы для последующей обработки (см. рисунок В.2).



Рисунок В.2 — Выделение анализируемой области

В.5.6 Выделяют на изображении хроматограммы границы обрабатываемых пятен синтетического красителя Понсо 4R (см. рисунок В.3).

В.5.7 Проводят измерение пятен синтетического красителя в выделенных хроматографических зонах (см. рисунок В.4).

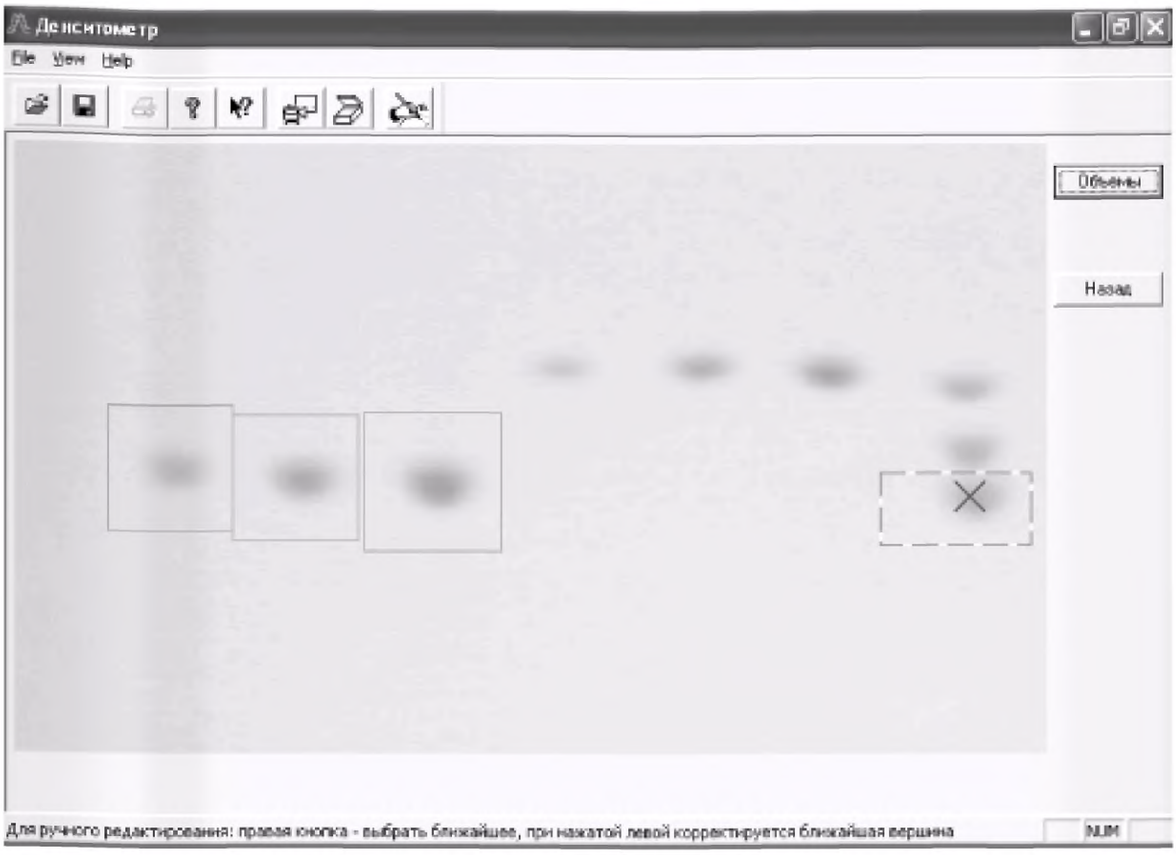

Рисунок В.3 — Выделение границ обрабатываемых пятен синтетического красителя Понсо 4R

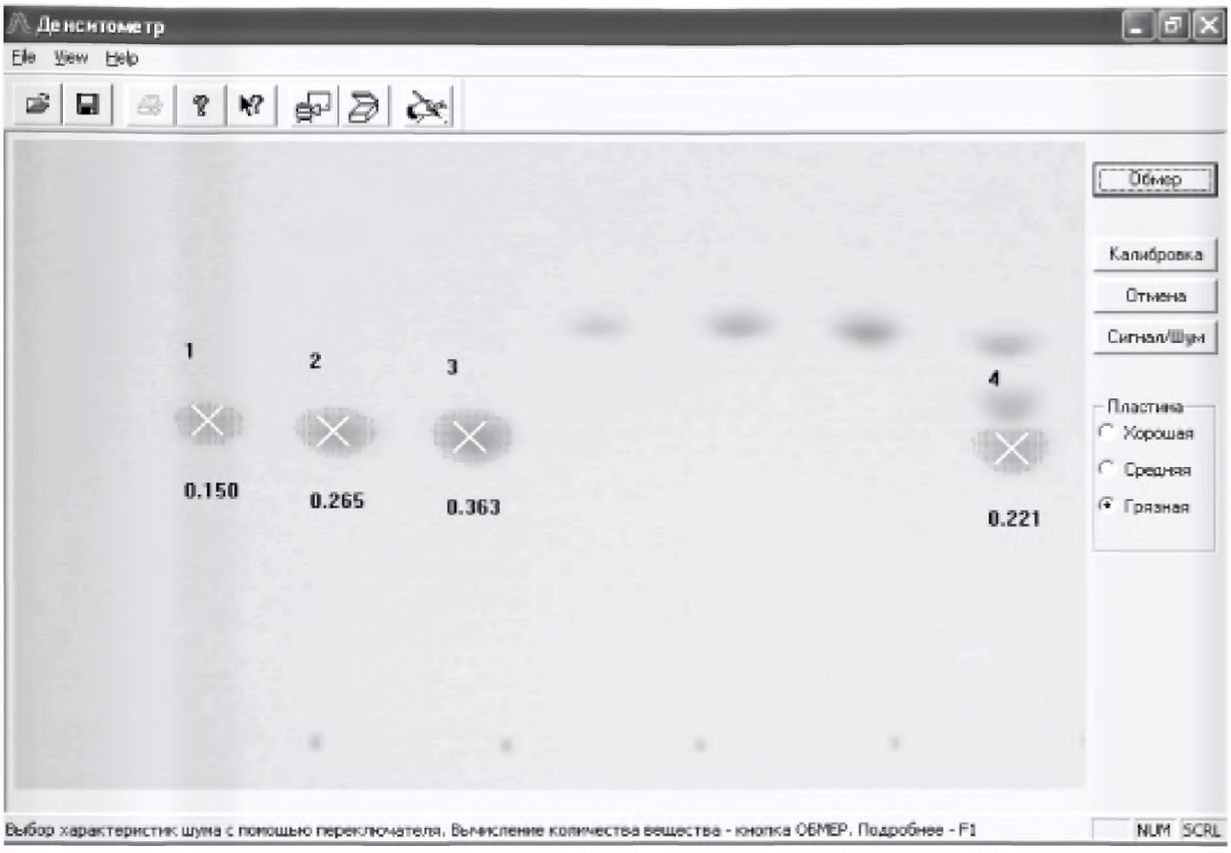

Рисунок В.4 — Измерение пятен синтетического красителя в выделенных хроматографических зонах

В.5.8 По полученным данным строят калибровочный график. Массу анализируемого синтетического красителя Понсо 4R (мкг) в пятне определяют по калибровочному графику (см. рисунок В.5). Полученные данные представляют в виде отчета.

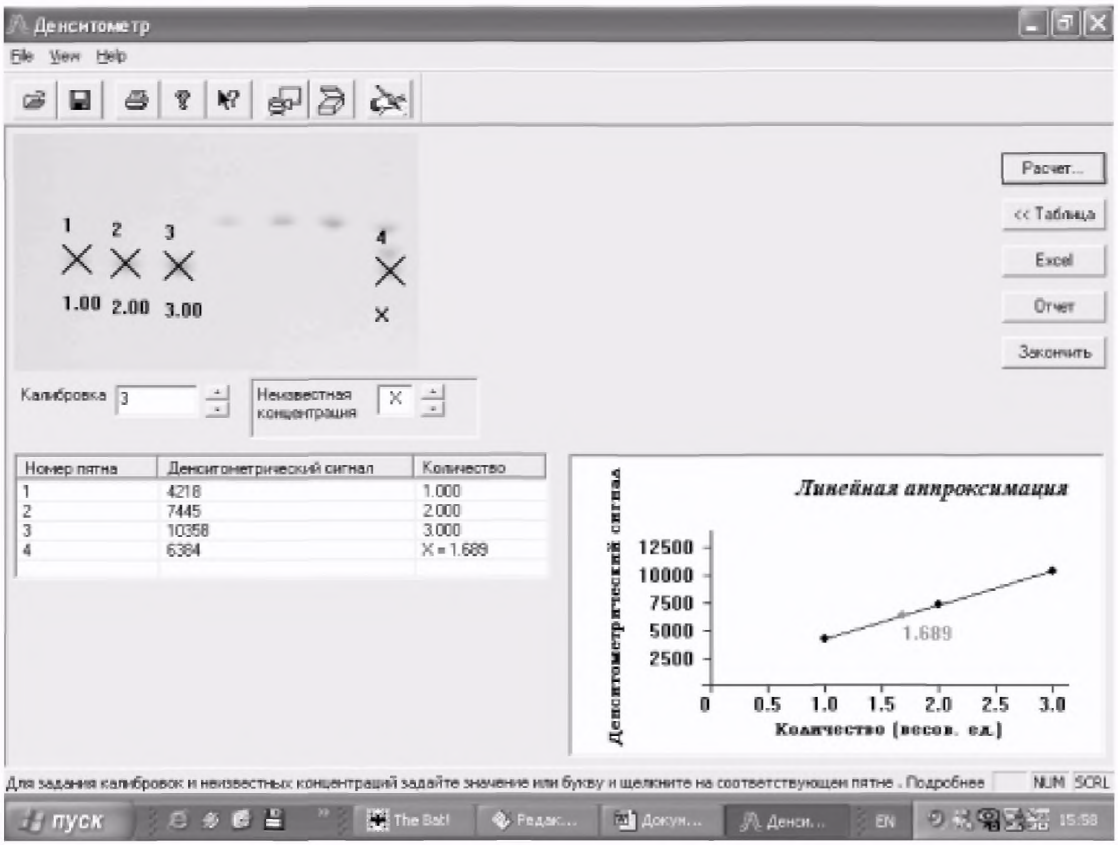

Рисунок В.5 — Построение калибровочного графика

В.5.9 Обработка результатов измерений — по 5.8.

Библиография

[1] СанПиН 2.3.2.1293—2003 Гигиенические требования по применению пищевых добавок

УДК 663/664:667.28:006.354 ОКС 67.180.10 Н09 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: пищевые продукты, карамель, синтетические красители, идентификация синтетических красителей, метод тонкослойной хроматографии, спектрофотометрический метод, денситометрический метод

Редактор *В.Н.Копысов*
Технический редактор *В.Н.Прусакова*
Корректор *Н.И.Гаврищук*
Компьютерная верстка *Т.Ф.Кузнецовой*

Сдано в набор 22.02.2007. Подписано в печать 04.04.2007. Формат 60·84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,10. Тираж 614 экз. Зак. 521. С 3898.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано и отпечатано в Калужской типографии стандартов, 248021 Калуга, ул. Московская, 256.

gost.e-ecolog.ru