ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52470— 2005

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Методы идентификации и определения массовой доли синтетических красителей в алкогольной продукции

Издание официальное

БЗ 12—2005/354

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 Всероссийский научно-исследовательский институт 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 29 декабря 2005 г. № 488-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 сети Интернет

© Стандартинформ, 2006

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 8
6 Спектрофотометрический метод определения массовой доли синтетических красителей 10
Приложение А (обязательное) Стандартные синтетические красители и их характеристика 14
Приложение Б (обязательное) Определение массовой доли основного красящего вещества в стандартных синтетических красителях спектрофотометрическим методом 15
Приложение В (рекомендуемое) Пример количественного определения понсо 4R в смеси синтетических красителей с помощью видеоденситометра «Денскан» и программы «DENS» . . . 17
Библиография 22

к ГОСТ Р 52470—2005 Продукты пищевые. Методы идентификации и определения массовой доли синтетических красителей в алкогольной продукции

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Пункт 1	Разработан Государственным учреждением Всероссийский научно-исследовательский институт пищевых ароматизаторов, кислот и красителей Российской академии сельскохозяйственных наук (ГУ ВНИИПАКК)	Разработан Государственным учреждением Всероссийский научно-исследовательский институт пищевых ароматизаторов, кислот и красителей Российской академии сельскохозяйственных наук (ГУ ВНИИПАКК) и Государственным учреждением Научно-исследовательский институт питания Российской академии медицинских наук (ГУ НИИ питания)

(ИУС № 4 2007 г.)

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Методы идентификации и определения массовой доли синтетических красителей в алкогольной продукции

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

Дата введения — 2007—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на алкогольную продукцию 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 0,012 до 0,250 г/кг);
- спектрофотометрический метод определения массовой доли синтетических красителей (диапазон измеряемых массовых долей синтетических красителей от 0,004 до 0,015 г/кг).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 51135—98 Изделия ликероводочные. Правила приемки и методы анализа

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

ГОСТ Р 51268—99 Ножницы. Общие технические условия

ГОСТ Р 52472—2005 Водки и водки особые. Правила приемки и методы анализа

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 3769—78 Аммоний сернокислый. 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 6016—77 Спирт изобутиловый. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6995—77 Метанол-яд. 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

Издание официальное

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 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 документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Отбор проб

3.1 Отбор проб ликероводочных изделий — по ГОСТ Р 51135.

3.2 Отбор проб продукции винодельческой промышленности — по ГОСТ Р 51144.

3.3 Отбор проб водки — по ГОСТ 5363.

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

Метод распространяется на алкогольную продукцию и предназначен для установления состава синтетических красителей, перечень которых приведен в приложении А.

4.1 Сущность метода

Метод основан на сорбции синтетических красителей из анализируемой алкогольной продукции 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 (проявителя) 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. Массовая доля анализируемого синтетического красителя должна находиться внутри диапазона наименьшей и наибольшей массовых долей КО стандартных синтетических красителей (диапазон измерения).

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

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

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

4.3.2 Патрон для твердофазной экстракции с сорбентом оксидом алюминия.

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 мм 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 5, 10 $см^3$ 1-го класса точности.

4.3.9 Стаканы термостойкие по ГОСТ 25336 вместимостью 50, 200, 400 $см^3$.

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 $см^3$ 1-го класса точности 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 Колонка хроматографическая стеклянная диаметром 10 мм, длиной 10 см.

4.3.16 Палочка стеклянная с оплавленным концом.

4.3.17 Термостат или водяная баня.

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

4.3.19 Эксикатор по ГОСТ 25336.

4.3.20 Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

4.3.21 Линейка металлическая по ГОСТ 427.

4.3.22 Ножницы по ГОСТ Р 51268.

4.3.23 Пинцет медицинский по ГОСТ 21241.

4.3.24 Красители синтетические стандартные в соответствии с приложением А.

4.3.25 Пиридин по ГОСТ 13647, ч. д. а.

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

4.3.27 Спирт этиловый ректификованный технический высшего сорта по ГОСТ 18300.

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

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

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

4.3.31 Алюминия оксид активированный кислый pH = 4,5, зернением 0—0,1 мм, удельной поверхностью 155 $м^2/г$ для колоночной хроматографии.

4.3.32 Метанол по ГОСТ 6995.

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

4.3.34 Целлюлоза микрокристаллическая для хроматографии.

4.3.35 Сульфат аммония по ГОСТ 3769, раствор массовой концентрации 250 $г/дм^3$.

4.3.36 Диэтиламин технический по ГОСТ 9875.

4.3.37 Хлороформ по ГОСТ 20015.

4.3.38 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 реактивов 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 (4.3.30). Доводят объем раствора аммиака в колбе до метки дистиллированной водой по ГОСТ 6709, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

4.4.2 Приготовление элюентов (проявителей)

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 (4.3.25), 3 $см^3$ изоамилового спирта по

ГОСТ 5830 (4.3.28), 3 см^3 изобутилового спирта по ГОСТ 6016 (4.3.29), 4 см^3 этилового ректификованного технического спирта по ГОСТ 18300 (4.3.27), 4 см^3 водного аммиака по ГОСТ 3760 (4.3.30). 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.

4.4.2.4 Приготовление элюента 4

В мерную колбу (с пришлифованной пробкой) по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см^3 пипеткой вносят 5 см^3 водного аммиака (4.3.30) и доводят объем раствора до метки метанолом по ГОСТ 6995. Колбу закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

Элюенты (проявители) готовят за 1 ч до начала анализа.

4.5 Подготовка к анализу

4.5.1 Приготовление 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 с погрешностью не более 0,0001 г.

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 основного красящего вещества, содержащегося в навеске стандартного синтетического красителя, г;

100 — коэффициент пересчета;

X — массовая доля основного красящего вещества в навеске стандартного синтетического красителя, %.

Массовую долю основного красящего вещества X в навеске стандартного синтетического красителя определяют в соответствии с приложением Б.

4.5.1.2 В каждый стакан с навеской стандартного синтетического красителя, приготовленного по 4.5.1.1, прибавляют 20 см^3 дистиллированной воды и перемешивают стеклянной палочкой по 4.3.17 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 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 Полученный раствор КО стандартного синтетического красителя имеет массовую концентрацию основного красящего вещества $C_{КО}$, г/дм^3, определяемую по формуле

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

или

$$C_{КО} = 2{,}5, \qquad (3)$$

где 0,25 — масса основного красящего вещества, содержащегося в навеске стандартного синтетического красителя, 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 КО стандартных синтетических красителей — 6 мес.

4.5.2 Извлечение синтетических красителей из анализируемой алкогольной продукции

4.5.2.1 Извлечение синтетических красителей методом твердофазной экстракции

4.5.2.1.1 Приготовление анализируемого раствора алкогольной продукции

В стакане вместимостью 50 $см^3$ взвешивают на лабораторных весах с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±100 мг 25 г анализируемой алкогольной продукции с погрешностью не более 0,1 г. Затем пипеткой по ГОСТ 29169 в стакан добавляют 1 $см^3$ ледяной уксусной кислоты по ГОСТ 61. Стакан помещают на водяную баню, предварительно нагретую до температуры 80 °С — 90 °С, и выдерживают в течение 5—6 мин.

4.5.2.1.2 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 4.3.31). Патрон промывают со скоростью от 10 до 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 4.3.26. Затем патрон отсоединяют от шприца.

4.5.2.1.3 Сорбция синтетических красителей из анализируемой алкогольной продукции

Медицинским шприцем набирают 10—20 $см^3$ анализируемого раствора алкогольной продукции, приготовленного по 4.5.2.1.1, и соединяют шприц с патроном. Пропускают анализируемый раствор через патрон по одной капле со скоростью от 10 до 20 капель в минуту. При появлении на выходе из патрона окрашенного анализируемого раствора его пропускают через второй патрон. При необходимости используют 1—5 патронов, подготовленных по 4.5.2.1.2, 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 $г/дм^3$.

4.5.2.1.4 Десорбция синтетических красителей из патронов водным аммиаком

Медицинским шприцем набирают 10—20 см водного аммиака (4.3.30) и соединяют шприц с патроном. Пропускают водный аммиак через патрон по одной капле со скоростью от 10 до 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 с температурой от 80 °С до 90 °С. После этого чашку с сухим остатком (синтетическим красителем) охлаждают. Охлажденный синтетический краситель растворяют в чашке от 0,5 $см^3$ до 1,0 $см^3$ с дистиллированной водой.

4.5.2.2 Извлечение синтетических красителей методом колоночной хроматографии

4.5.2.2.1 Подготовка хроматографической колонки

В стакане по ГОСТ 25336 вместимостью 400 $см^3$ взвешивают на лабораторных весах с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±100 мг 20 г целлюлозы. Затем в стакан прибавляют 200 $см^3$ раствора сульфата аммония по ГОСТ 3769 (4.3.35) и взбалтывают. Дают смеси отстояться и декантируют жидкость (сливают с отстоявшегося осадка). Повторяют промывание целлюлозы с декантацией жидкости от 3 до 5 раз. В стакан с промытой целлюлозой добавляют 100 $см^3$ раствора сульфата аммония и переносят суспензию в хроматографическую колонку по 4.3.15. После прохождения жидкости содержимое колонки промывают вторично 100 $см^3$ раствора сульфата аммония.

4.5.2.2.2 Сорбция синтетических красителей из анализируемой алкогольной продукции

В стакан вместимостью 50 $см^3$ взвешивают на лабораторных весах с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±100 мг 25 г анализируемой алкогольной продукции с погрешностью не более 0,1 г. Навеску анализируемой алкогольной продукции переносят в хроматографическую колонку порциями по 5 $см^3$ и пропускают через нее со скоростью 2 $см^3$/мин.

4.5.2.2.3 Десорбция синтетических красителей

После прохождения навески анализируемой алкогольной продукции через хроматографическую колонку по 4.5.2.2.2 в колонку вносят порциями по 5 $см^3$ элюент 4, приготовленный по 4.4.2.4. Элюент 4 пропускают через колонку со скоростью 2 $см^3$/мин до полного обесцвечивания целлюлозы. Элюат (раствор элюента 4, пропущенный через патрон) собирают в коническую колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 250 $см^3$. Элюат переносят в чашку и выпаривают досуха на водяной бане с температурой от 80 °С до 90 °С. После этого чашку с сухим остатком (синтетическим красителем) охлаждают. Охлажденный синтетический краситель растворяют в чашке от 0,5 $см^3$ 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 в камере на глубину не более 0,5 см от нижнего края пластины. Камеру плотно закрывают.

4.5.4 Подготовка пластин для ТСХ анализа

На линию старта хроматографической пластины по 4.3.3, расположенную на расстоянии 1 см от края пластины, карандашом наносят точки с интервалом не менее 1 см.

4.6 Проведение анализа

4.6.1 Предварительная оценка состава синтетического красителя анализируемой алкогольной продукции

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 линию старта подготовленной хроматографической пластины шириной от 3,0 до 3,5 см микрошприцем по 4.3.7 наносят от 0,3 до 1,0 мм^3 раствора, полученного по 4.5.2.1 или 4.5.2.2. Пластину подсушивают в течение 3—4 мин и затем пинцетом по 4.3.23 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 границы элюента 1 — высоты 7,0 см от линии старта. По окончании элюирования пластину вынимают и подсушивают.

Предварительную оценку состава анализируемого синтетического красителя проводят на основе визуальной оценки цвета пятен и значений R_f' анализируемых синтетических красителей со значениями R_f стандартных синтетических красителей, приведенных в таблице 1, или с помощью специальных хроматографических карт, полученных при предварительном хроматографировании 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	0,63	0,37
Желтый хинолиновый	Е104	0,74	0,65	0,47
		0,83	0,69	0,65
Желтый «солнечный закат»	Е110	0,39	0,68	0,64
Азорубин	Е122	0,34	0,67	0,54
Понсо 4R	Е124	0,24	0,65	0,48
Красный очаровательный АС	Е129	0,50	0,69	0,66
Синий патентованный V	Е131	0,20	0,63	0,46
Индигокармин	Е132	0,36	0,67	0,58
Синий блестящий FCF	Е133	0,43	0,69	0,59
Зеленый S	Е142	0,16	0,63	0,55
Черный блестящий PN	Е151	0,25	0,62	0,40
Синтетические красители, запрещенные в Российской Федерации для производства пищевых продуктов				
Цитрусовый красный	Е121	0,95	0,91	0,97
Амарант	Е123	0,29	0,64	0,43
Эритрозин	Е127	0,57	0,76	0,90
Хризоин S	Е103	0,35	0,69	0,63

4.6.2 Приготовление КО смесевых стандартных синтетических красителей

4.6.2.1 КО смесевых стандартных красителей готовят с учетом предварительной оценки состава 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 КО стандартных синтетических красителей, присутствие которых наиболее вероятно в анализируемой алкогольной продукции, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой, закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

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

$$C_k = \frac{0{,}125}{V \cdot 10^{-3}} \quad (4)$$

или

$$C_k = 0{,}25, \quad (5)$$

где 0,125 — количество основного красящего вещества индивидуального стандартного синтетического красителя, содержащегося в 50 см^3 КО, приготовленного по 4.5.1.1, г;

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

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

$$C_{k1} = \frac{C_k}{2}, \quad (6)$$

где C_k — массовая доля 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

$$C_{k2} = \frac{C_{k1}}{2}, \quad (7)$$

где C_{k1} — массовая доля 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 Определение состава синтетического красителя

На хроматографическую пластину, подготовленную по 4.5.4, шириной от 6,5 до 7,0 см, микрошприцем наносят от 0,3 до 1,0 мм^3 растворов реперов (раствор Б и раствор В) и анализируемого раствора синтетического красителя по 4.5.2.1 или 4.5.2.2. Все растворы наносят на пластину в одинаковой пропорции. Пластину подсушивают в течение 3—4 мин и 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 границы элюента — высоты 7,0 см от линии старта. По окончании элюирования хроматографическую пластину вынимают и подсушивают.

4.6.4 Обработка результатов

Измеряют линейкой по ГОСТ 427 расстояние от центра каждого пятна анализируемого синтетического красителя и границы элюента до линии старта.

Вычисляют значение R_f' по формуле

$$R_f' = \frac{l_k}{l_э}, \quad (8)$$

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

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

Сравнивая цвет пятен и значения R_f' каждого синтетического красителя анализируемого раствора со значениями R_f реперов, идентифицируют анализируемые синтетические красители, присутствующие в анализируемой алкогольной продукции. При отсутствии разделения пятен синтетических красителей на хроматограмме анализ повторяют, используя элюент 2 или элюент 3.

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

Метод предназначен для количественного определения в алкогольной продукции пищевых азокрасителей (основных красящих веществ): тартразина Е102, желтого «солнечный закат» Е110, азорубина Е122, амаранта Е123, понсо 4R Е124, красного очаровательного АС Е129, черного блестящего PN Е151.

5.1 Сущность метода

Метод основан на сорбции синтетических красителей из анализируемой алкогольной продукции твердыми сорбентами, десорбции аммиаком, удалении аммиака выпариванием, хроматографировании в тонком слое сорбента (ТСХ) и определении массовой доли синтетических красителей методом количественной оптической денситометрии.

Допускается использование других способов, обеспечивающих получение значений плотности окрашивания в пятне на пластине ТСХ с заданной погрешностью измерений.

В качестве реперов (свидетелей) используют КО стандартных синтетических красителей (раствор Б и раствор 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
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 № 2, 4, 8, 11—18 (приложение А), а также:

- оптический денситометр, работающий в диапазоне длин волн от 400 до 800 нм, с чувствительностью по каждому измеряемому синтетическому красителю в алкогольной продукции не ниже 0,012 г/дм^3;
- 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 dpi и выше с интерфейсом, соответствующим TWAIN стандарту;
- компьютер с операционной системой Microsoft Windows 2000 или Microsoft Windows XP, специальным программным обеспечением по обработке тонкослойных хроматограмм;
- 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 оценка состава анализируемого синтетического красителя — по 4.6.1.

5.6.2 Приготовление КО смесевых стандартных синтетических красителей — по 4.6.2.

5.6.3 Определение состава синтетического красителя — по 4.6.3.

5.6.4 Проведение измерений

Измерения R_f, R_f' и массовых долей синтетических красителей проводят с помощью денситометра. При проведении измерений массовую долю каждого синтетического красителя определяют по объему пятна, учитывающему площадь пятна и его интенсивность.

Значения массовых концентраций каждого синтетического красителя C_{k1}, C_{k2} в растворах реперов (свидетелей) КО стандартных синтетических красителей и анализируемого синтетического красителя вводят в программу компьютерной обработки. Массовую концентрацию анализируемого синтетического красителя обозначают X. Получают результат измерения в диапазоне значений массовых концентраций синтетического красителя в анализируемой алкогольной продукции от 0,012 до 0,25 г/дм^3. Пример количественного определения синтетического красителя приведен в приложении В.

В случае превышения массовой доли синтетического красителя в анализируемом растворе диапазона измерения необходимо разбавить раствор до концентрации, соответствующей указанному диапазону. При вычислении массовой доли синтетического красителя необходимо учесть коэффициент разбавления.

5.7 Обработка результатов

Массовую долю синтетического красителя в анализируемой алкогольной продукции C_1, г/кг, рассчитывают по формуле

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

или

$$C_1 = \frac{M_{вых}\,V_1}{25\,V_2}, \qquad (10)$$

где $M_{вых}$ — количество анализируемого синтетического красителя в пятне пластины ТСХ (выходной сигнал денситометра), мкг;

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

V_1 — объем анализируемого раствора синтетического красителя, полученного по 4.5.2.1.4 или 4.5.2.2.3, 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 алкогольной продукции, взятой для анализа по 4.5.2.1.1 или 4.5.2.2.2, г, (m_1 = 25 г);

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

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

5.8 Контроль точности результатов анализа

5.8.1 Полноту сорбции синтетического красителя из анализируемой алкогольной продукции, обуславливающей систематическую составляющую погрешности, контролируют визуально.

5.8.2 Оперативный контроль точности результатов анализа

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение $C_{ср}$, г/кг, трех параллельных определений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать нормативов оперативного контроля: сходимости d_1, воспроизводимости D_1, погрешности K_1, значения которых приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Нормативы оперативного контроля стандартных синтетических красителей

Диапазон измеряемой массовой доли стандартного синтетического красителя, г/кг	Нормативы оперативного контроля, %		
	Сходимость d_1 n = 3 при P = 0,95	Воспроизводимость D_1 m = 2 при P = 0,95	Погрешность K_1 при P = 0,95
0,012—0,250	10,0	15,0	8,4

5.8.3 Контроль сходимости результатов анализа

Контроль сходимости результатов анализа d_1 проводят при каждом определении сравнением результатов $n = 3$ параллельных определений массовой доли синтетического красителя в одной и той же пробе алкогольной продукции, выполненных по 5.6 одним и тем же исполнителем на одном и том же приборе.

Результат контроля считают положительным, если выполняется условие

$$\frac{C_{max1} - C_{min1}}{C_{cp1}} 100 \leq d_1, \qquad (11)$$

где C_{max1} — максимальная массовая доля синтетического красителя, г/кг;

C_{min1} — минимальная массовая доля синтетического красителя, г/кг;

C_{cp1} — среднее значение массовой доли синтетического красителя, г/кг.

Если условие (11) не выполняется, контроль повторяют. При получении повторного отрицательного результата выясняют и устраняют его причины.

5.8.4 Контроль воспроизводимости результатов анализа

Контроль воспроизводимости результатов анализа D_1 проводят, сравнивая результаты $m = 2$ определений массовой доли синтетического красителя в одной и той же пробе алкогольной продукции, выполненных по 5.6 разными исполнителями или одним и тем же исполнителем, но с использованием разных приборов.

Результат контроля считают положительным, если выполняется условие

$$\frac{C_{max1} - C_{min1}}{C_{cp1}} 100 \leq D_1, \qquad (12)$$

где C_{max1} — максимальная массовая доля синтетического красителя, г/кг;

C_{min1} — минимальная массовая доля синтетического красителя, г/кг;

C_{cp1} — среднее значение массовой доли синтетического красителя, г/кг.

Если условие (12) не выполняется, контроль повторяют. При получении повторного отрицательного результата выясняют и устраняют его причины.

5.8.5 Контроль погрешности

Контроль погрешности K_1 проводят по 5.6 с использованием КО стандартных красителей по 4.5.1.

Результат контроля считают положительным, если выполняется условие

$$\frac{C_{KO} - C_{x1}}{C_{x1}} 100 \leq K_1, \qquad (13)$$

где C_{KO} — массовая доля синтетического красителя в КО стандартного синтетического красителя, г/кг;

C_{x1} — полученное в результате анализа значение массовой доли синтетического красителя в КО стандартного синтетического красителя, г/кг.

6 Спектрофотометрический метод определения массовой доли синтетических красителей

Метод предназначен для количественного определения в алкогольной продукции индивидуальных синтетических красителей (основных красящих веществ) в соответствии с таблицей 3 и некторых смесевых синтетических красителей, в состав которых входят индивидуальные синтетические красители, имеющие спектры, не перекрывающие друг друга.

6.1 Сущность метода

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

6.2 Условия проведения анализа

Подготовка и проведение анализа — 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

Анализируемый синтетический краситель по 4.5.2.1 или 4.5.2.2 растворяют в чашке в 1 $см^3$ растворителя в соответствии с таблицей 3, переносят количественно в мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 25 $см^3$. Доводят объем раствора в колбе до метки растворителем, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Таблица 3 — Спектрофотометрические характеристики стандартных синтетических красителей

Наименование синтетического красителя	Индекс [1]	Растворитель	Длина волны, соответствующая максимуму поглощения, нм	Удельный коэффициент светопоглощения $E^{1\%}_{1\,см}$
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
Эритрозин	Е127	Дистиллированная вода	526	1100
Красный 2G	Е128	Дистиллированная вода	532	620
Красный очаровательный АС	Е129	Дистиллированная вода	504	540
Синий патентованный V	Е131	Дистиллированная вода	638	2000
Индигокармин	Е132	Дистиллированная вода	610	480
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

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.

В случае превышения значения оптической плотности раствора 0,8 необходимо разбавить раствор до концентрации, оптическая плотность которого находится в диапазоне от 0,2 до 0,8. При определении массовой доли синтетического красителя необходимо учесть коэффициент разбавления.

6.6 Обработка результатов

Массовую долю синтетического красителя в анализируемой алкогольной продукции C_2, г/кг, рассчитывают по формуле

$$C_2 = \frac{AV_1 10}{E^{1\%}_{1\,см} d\, m_2} \qquad (14)$$

или

$$C_2 = \frac{10\,A}{E^{1\%}_{1\,см}}, \qquad (15)$$

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

V_1 — объем разведения по 6.4, см^3 (V_1 = 25 см^3);

10 — коэффициент пересчета результата анализа, г/кг;

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

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

m_2 — масса пробы анализируемой алкогольной продукции, взятой на анализ по 4.5.2.1.1 или 4.5.2.2.2, г (m_2 = 25 г).

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

6.7 Контроль точности результатов анализа

6.7.1 Полноту сорбции синтетического красителя из анализируемой алкогольной продукции, обуславливающую систематическую составляющую погрешности, контролируют визуально.

6.7.2 Оперативный контроль точности результатов анализа

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение $C_{ср}$, г/кг, двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать нормативов оперативного контроля: сходимости d_2, воспроизводимости D_2, погрешности K_2, значения которых приведены в таблице 4.

Таблица 4 — Нормативы оперативного контроля стандартных синтетических красителей

Диапазон измеряемой массовой доли стандартного синтетического красителя, г/кг	Нормативы оперативного контроля, %		
	Сходимость d_2 n = 2 при P = 0,95	Воспроизводимость D_2 m = 2 при P = 0,95	Погрешность K_2 при P = 0,95
0,004—0,015	10,0	15,0	8,4

6.7.3 Контроль сходимости результатов анализа

Контроль сходимости d_2 проводят при каждом определении сравнением результатов n = 2 параллельных определений массовой доли синтетического красителя в одной и той же анализируемой алкогольной продукции, проведенных по 6.5 одним и тем исполнителем на одном и том же приборе.

Результат контроля считают положительным, если выполняется условие

$$\frac{C_{max\,2} - C_{min\,2}}{C_{ср\,2}} 100 \le d_2, \qquad (16)$$

где $C_{max\,2}$ — максимальная массовая доля синтетического красителя, г/кг;

C_{min2} — минимальная массовая доля синтетического красителя, г/кг;

$C_{ср2}$ — среднее значение массовой доли синтетического красителя, г/кг.

Если условие (16) не выполняется, контроль повторяют. При повторном отрицательном результате выясняют и устраняют его причины.

6.7.4 Контроль воспроизводимости результатов анализа

Контроль воспроизводимости D_2 проводят, сравнивая результаты m = 2 определений массовой доли синтетического красителя в одной и той же пробе алкогольной продукции, проведенных по 6.5 разными исполнителями или одним и тем же исполнителем, но с использованием разных приборов.

Результат контроля считают положительным, если выполняется условие

$$\frac{C_{max\,2} - C_{min\,2}}{C_{ср\,2}} 100 \le D_2, \qquad (17)$$

где C_{max2} — максимальная массовая доля синтетического красителя, г/кг;

C_{min2} — минимальная массовая доля синтетического красителя, г/кг;

$C_{ср2}$ — среднее значение массовой доли синтетического красителя, г/кг.

Если условие (17) не выполняется, контроль повторяют. При повторном отрицательном результате выясняют и устраняют его причины.

6.7.5 Контроль погрешности

Контроль погрешности K_2 проводят по 6.5 с использованием КО стандартных красителей по 4.5.1.

Результат контроля считают положительным, если выполняется условие

$$\frac{C_{КО} - C_{x2}}{C_{x2}} 100 \leq K_2, \qquad (18)$$

где $C_{КО}$ — массовая доля синтетического красителя в КО стандартного синтетического красителя, г/кг;

C_{x2} — полученное в результате анализа значение массовой доли синтетического красителя в КО стандартного синтетического красителя, г/кг.

Приложение А
(обязательное)

Стандартные синтетические красители и их характеристика

Таблица А.1

Наименование синтетического красителя	Индекс [1]	Color Index [1]	Содержание 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 Цитрусовый красный № 2	Е121	12156	85
5 Азорубин	Е122	14720	85
6 Амарант	Е123	16185	85
7 Понсо 4R	Е124	16255	80
8 Красный 2G	Е128	18050	80
9 Красный очаровательный АС	Е129	16035	85
10 Черный блестящий PN	Е151	28440	80
11 Коричневый НТ	Е155	20285	70
Триарилметановые красители			
12 Синий патентованный V	Е131	42051	85
13 Синий блестящий FCF	Е133	42090	85
14 Зеленый S	Е142	44090	80
15 Зеленый прочный	Е143	42053	85
Ксантеновый краситель			
16 Эритрозин	Е127	45430	87
Индигоидный краситель			
17 Индигокармин	Е132	73015	85
Хинолиновый краситель			
18 Желтый хинолиновый	Е104	47005	70

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 проведения 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

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 длин волн от 210 до 700 нм, допустимой абсолютной погрешностью коэффициента пропускания не более 1 %, спектральной шириной не более 1 нм.

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-го класса точности.

Колба мерная с пришлифованной пробкой по ГОСТ 1770 вместимостью 100 $см^3$ 1-го 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 с 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 необходимом числе стаканчиков типа СВ с конусом 14/8 по ГОСТ 25336 взвешивают на лабораторных весах по ГОСТ 24104 (с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,1 мг) навески стандартных синтетических красителей с погрешностью взвешивания ±0,0001 г и доводят до постоянной массы высушиванием при температуре 105 °С в сушильном шкафу. Навески подготовленных стандартных синтетических красителей хранят в эксикаторе с силикагелем. Готовят навески стандартных синтетических красителей для приготовления растворов 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 погрешностью ±0,0001 г. 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

Дозируют приготовленный раствор 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

$$C = \frac{AV_1V_3}{E^{1\%}_{1\,см}\, d\, m V_2} \qquad (Б.1)$$

или

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

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);

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

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.4.2.2, см^3 (V_2 = 10 см^3).

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

Б.7 Контроль точности результатов анализа

Б.7.1 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.5 одним и тем же исполнителем на одном и том же приборе.

Результат контроля считают положительным, если выполняется условие

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

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

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

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

10 — норматив контроля сходимости, %.

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

Б.7.2 Контроль воспроизводимости результатов анализа

Контроль воспроизводимости D проводят, сравнивая результаты двух определений массовой доли основного красящего вещества в одной и той же пробе, выполненных по Б.5 разными исполнителями или одним и тем же исполнителем, но с использованием разных приборов.

Результат контроля считают положительным, если выполняется условие

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

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

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

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

15 — норматив контроля сходимости, %.

Если условие (Б.4) не выполняется, контроль повторяют. При повторном отрицательном 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 красителю в алкогольной продукции не ниже 0,012 г/дм^3.

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 анализа — по 4.5.

В.4 Проведение анализа

Проводят разделение смеси синтетических красителей, содержащей в качестве одного из компонентов понсо 4R, по 4.6.1—4.6.3.

В.5 Обработка и оформление результатов измерений

В.5.1 Вводят данные изображения хроматограммы в компьютерную программу «DENS».

В.5.2 Редактируют изображение средствами программы «DENS», устанавливая линии старта и границы элюента (рисунок В.1).

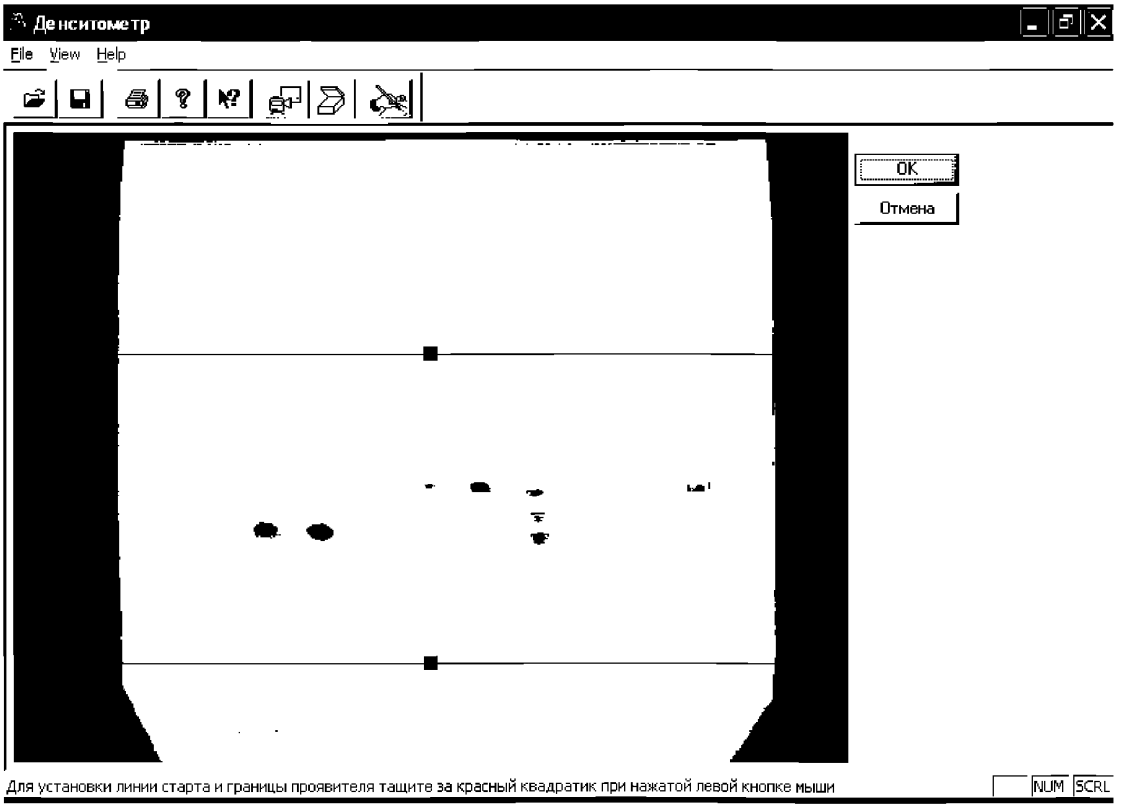

Рисунок В.1 — Указание линии старта и границы элюента (проявителя)

В.5.3 Проводят расчет R_f синтетического красителя понсо 4R.

В.5.4 Выделяют рабочую область на изображении хроматограммы для последующей обработки (рисунок В.2).

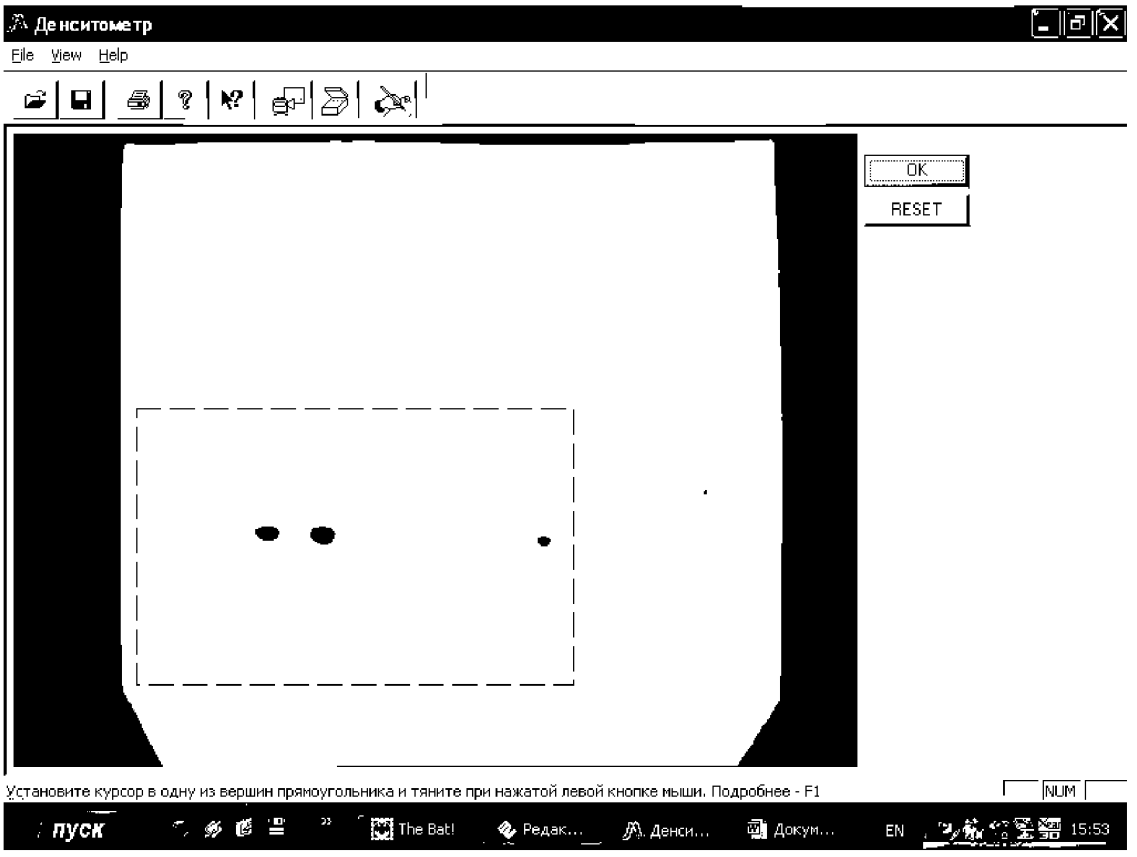

Рисунок В.2 – Выделение обрабатываемой рабочей области

В.5.5 Выделяют на изображении хроматограммы границы обрабатываемых пятен синтетического красителя понсо 4R (рисунок В.3).

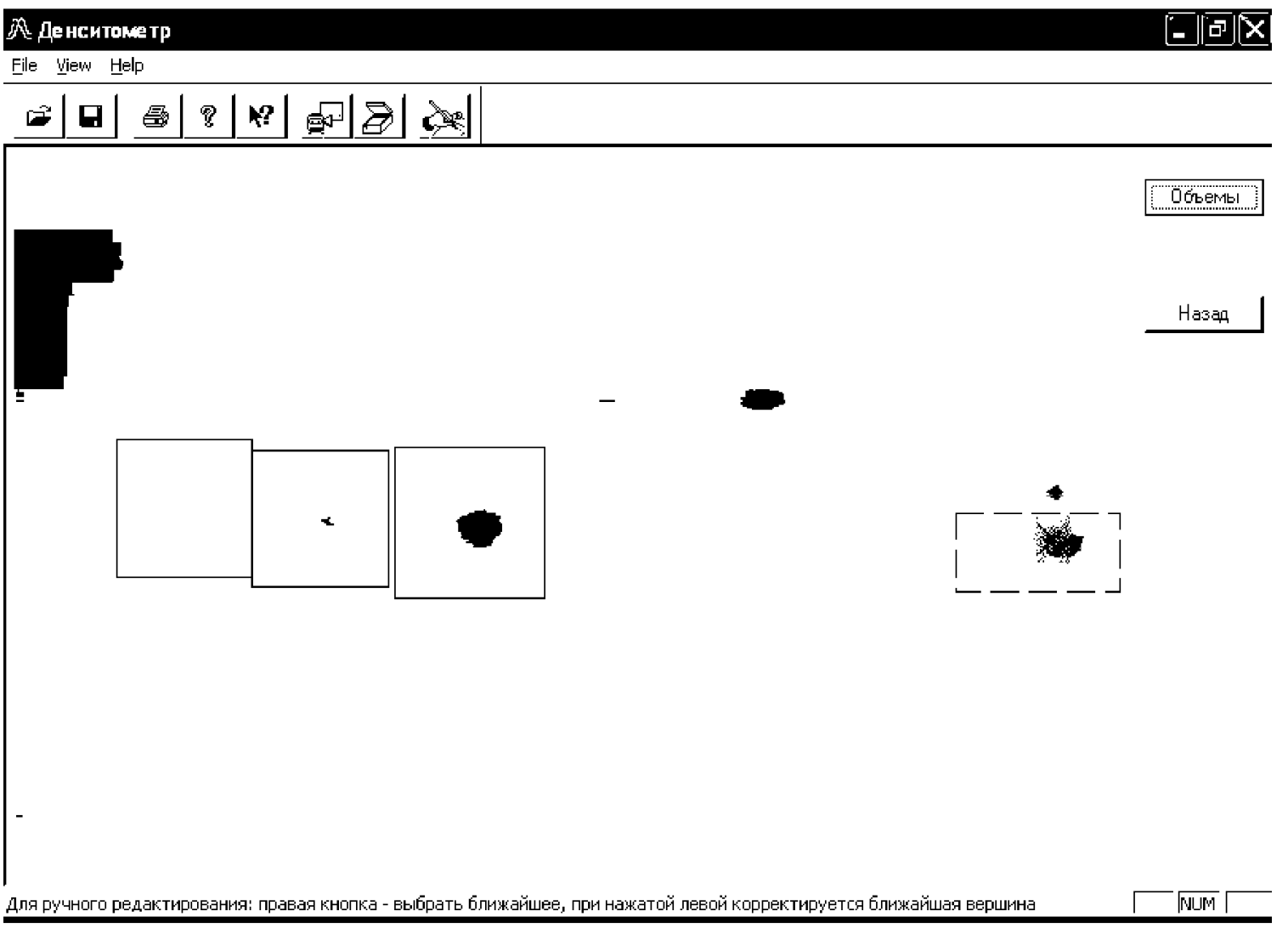

Рисунок В.3 — Выделение границ обрабатываемых пятен синтетического красителя понсо 4R

В.5.6 Проводят «Обмер» пятен синтетического красителя в выделенных хроматографических зонах (рисунок В.4).

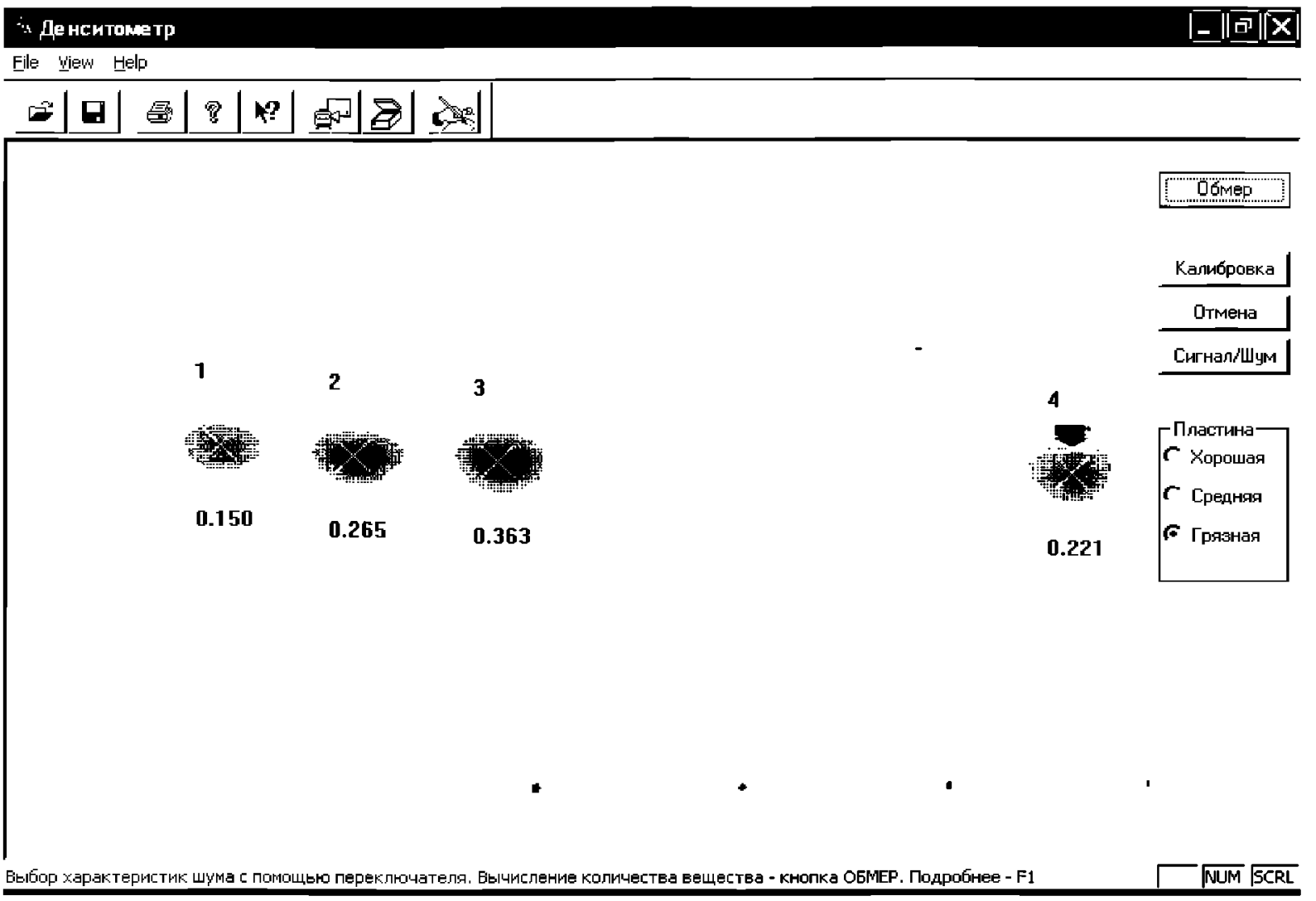

Рисунок В.4 — «Обмер» пятен синтетического красителя в выделенных хроматографических зонах

В.5.7 По полученным данным строят калибровочный график. Массовую долю анализируемого синтетического красителя понсо 4R в смеси определяют по калибровочному графику (рисунок В.5). Полученные данные представляют в виде отчета.

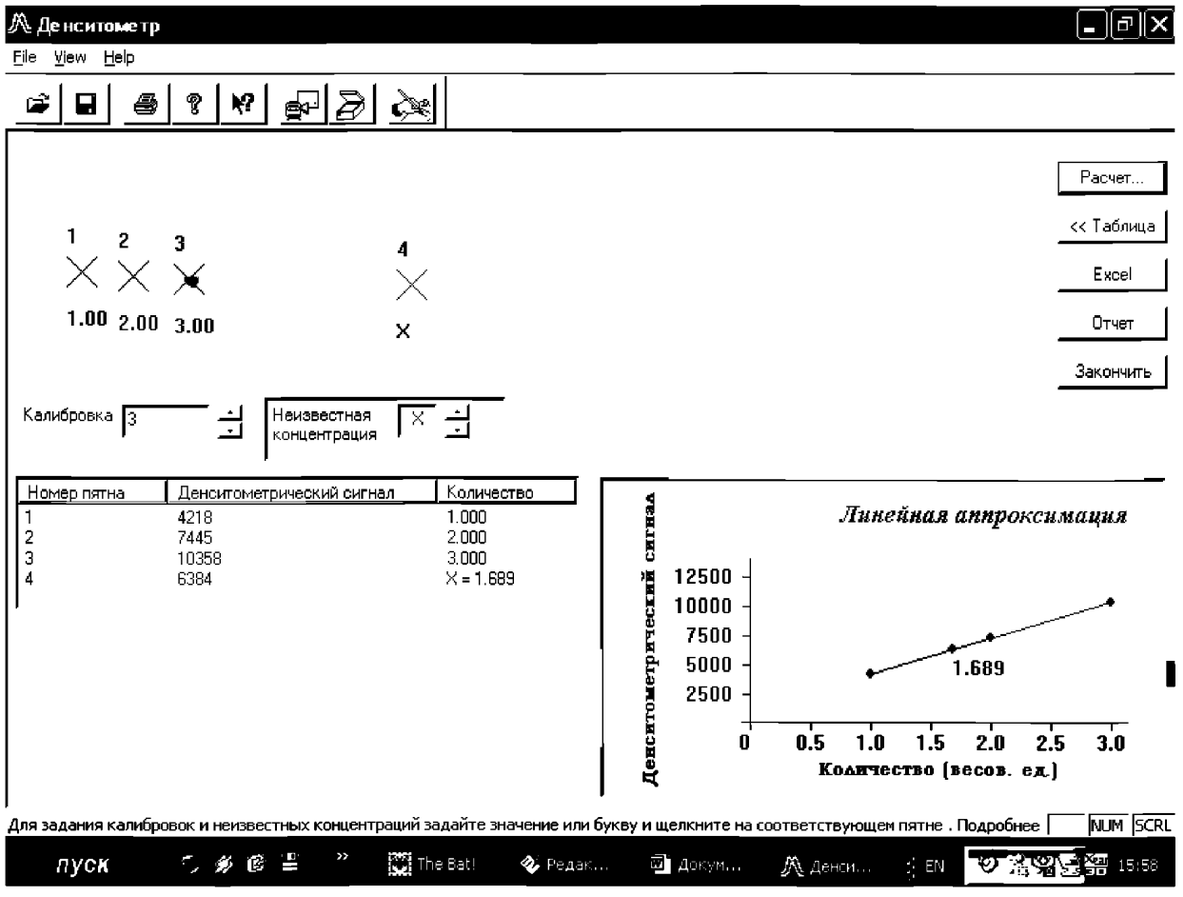

Рисунок В.5 — Построение калибровочного графика

В.5.8 Обработка и оформление результатов измерений — по 5.7.

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 P.L226

УДК 663/664:667.28:006.354 ОКС 67.160.10 Н09 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: пищевая продукция, алкогольная продукция, синтетические красители, идентификация синтетических красителей, метод тонкослойной хроматографии, спектрофотометрический метод, денситометрический метод

Редактор *В. Н. Копысов*
Технический редактор *Л. А. Гусева*
Корректор *С. И. Фирсова*
Компьютерная верстка *А. П. Финогеновой*

Сдано в набор 16.03.2006. Подписано в печать 27.04.2006. Формат 60·84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,20. Тираж 450 экз. Зак. 612. С 2795.

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