
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
54068—
2010

Консервы фруктовые

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НАЛИЧИЯ СИНТЕТИЧЕСКИХ КРАСИТЕЛЕЙ ЭРИТРОЗИНА И ФЛОКСИНА В

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2011

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом пищевых ароматизаторов, кислот и красителей Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИПАКК Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 154 «Пищевые добавки и ароматизаторы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 ноября 2010 г. № 704-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, 2011

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

Консервы фруктовые

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НАЛИЧИЯ СИНТЕТИЧЕСКИХ КРАСИТЕЛЕЙ
ЭРИТРОЗИНА И ФЛОКСИНА В

Canned fruits.

Method for determination of synthetic colours Erythrosine and Phloxine B presence

Дата введения — 2012—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на фруктовые консервы: плодово-ягодные консервированные компоты (далее компоты) и устанавливает хроматографический метод определения наличия и идентификации синтетических красителей эритрозина и флоксина В (далее по тексту — красители).

По данному методу предел обнаружения красителей составляет не менее 0,0012 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ Р ИСО 7886-1—2009 Шприцы инъекционные однократного применения стерильные. Часть 1. Шприцы для ручного использования
- ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия
- ГОСТ 427—75 Линейки измерительные металлические. Технические условия
- ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
- ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия
- ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия
- ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе
- ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 8756.0—70 Продукты пищевые консервированные. Отбор проб и подготовка их к испытанию
- ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
- ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
- ГОСТ 21241—89 Пинцеты медицинские. Общие технические требования и методы испытаний
- ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
- ГОСТ 26671—85 Продукты переработки плодов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Подготовка проб для лабораторных анализов
- ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
- ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

П р и м е ч а н и е — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Метод анализа

3.1 Сущность метода

Метод анализа основан на водно-спиртовой экстракции красителей из измельченной твердой части анализируемых компотов и сорбции из экстракта и жидкой части компотов твердыми сорбентами, десорбции аммиаком и отделением последнего выпариванием с последующей идентификацией красителей хроматографированием в тонком слое сорбента (ТСХ).

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

В качестве КО используют водно-спиртовые растворы синтетических стандартных красителей эритрозина и флоксина В.

3.2 Условия проведения анализа

При подготовке и проведении анализа должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха $(22 \pm 3) ^\circ\text{C}$;
- относительная влажность воздуха $(65 \pm 25) \%$;
- напряжение в электросети $(220 \pm 22) \text{ В}$;
- частота тока в электросети $(50 \pm 1) \text{ Гц}$.

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

Все операции с реактивами проводят в вытяжном шкафу.

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

3.3.1 Весы лабораторные с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания $\pm 0,1$ мг и ± 100 мг.

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

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

3.3.4 Камера хроматографическая размером сторон $12 \times 12 \times 5$ см.

3.3.5 Патрон для твердофазной экстракции с сорбентом оксида алюминия.

3.3.6 Алюминия оксид активированный кислый $\text{pH} = 4,5 \pm 0,5$, зернением от 0,05 до 0,15 мм, удельной поверхностью $155 \text{ м}^2/\text{г}$ для колоночной хроматографии.

3.3.7 Шприц медицинский инъекционный вместимостью от 10 до 20 см^3 по ГОСТ Р ИСО 7886-1.

3.3.8 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).

3.3.9 Пипетки с одной меткой вместимостью 5 см^3 1-го класса точности по ГОСТ 29169.

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

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

3.3.12 Колбы мерные с пришлифованной пробкой вместимостью 25, 50, 100, 250 см^3 1-го класса точности по ГОСТ 1770.

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

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

3.3.15 Палочка стеклянная с оплавленным концом.

3.3.16 Термостат или баня водяная.

3.3.17 Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

3.3.18 Линейка металлическая по ГОСТ 427.

3.3.19 Пинцет медицинский по ГОСТ 21241.

3.3.20 Красители синтетические стандартные эритрозин и флоксин В массовой долей красящих веществ не менее 85 % по 3.4.4.1.

3.3.21 Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч., ледяная, раствор массовой концентрации 10 г/дм³ готовят по ГОСТ 4517.

3.3.22 Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

3.3.23 Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч. д. а., раствор массовой концентрации 250 г/дм³.

3.3.24 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.3.25 Ацетон по ГОСТ 2603, ч. д. а.

3.3.26 Метилэтилкетон (2-бутанон) для хроматографии.

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

3.3.28 Фильтры бумажные обеззоленные «Красная лента».

3.3.29 Цилиндр мерный вместимостью 100 см³, с ценой наименьшего деления 1 см³, 1-го класса точности по ГОСТ 1770.

3.3.30 рН-метр со стеклянным электродом диапазоном измерения от 1 до 14 ед. рН и пределами допускаемой абсолютной погрешности измерений $\pm 0,05$ ед. рН.

3.3.31 Фильтры стеклянные по ГОСТ 25336.

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.

3.4 Подготовка к анализу

3.4.1 Приготовление элюента

В мерную колбу (с шлифованной пробкой) вместимостью 50 см³ вносят пипетками, индивидуальными для каждого реактива, 6 см³ ацетона, 14 см³ метилэтилкетона, 0,1 см³ водного аммиака и 6 см³ дистиллированной воды. Колбу закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

Элюент готовят за 1 ч до начала анализа. Не допускается повторное использование элюента.

3.4.2 Приготовление экстрагента

В мерную колбу (с шлифованной пробкой) вместимостью 250 см³ вносят пипеткой 0,1 см³ водного аммиака и отмеряют цилиндром 50 см³ этилового спирта и 50 см³ дистиллированной воды. Закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Раствор готовят непосредственно перед анализом.

3.4.3 Приготовление водно-спиртового раствора

В мерную колбу вместимостью 250 см³ отмеряют цилиндром 50 см³ этилового спирта и 50 см³ дистиллированной воды. Закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Раствор готовят непосредственно перед анализом.

3.4.4 Приготовление растворов КО

3.4.4.1 В необходимое число стаканов вместимостью 50 см³ каждый взвешивают по 0,05 г красителей по 3.3.20 на лабораторных весах (с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания $\pm 0,1$ мг), характеристики которых приведены в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 — Стандартные красители и их характеристика

Наименование красителя	Номер красителя*	Номер пищевой добавки**	Значения R_f ***
Эритрозин	45430	E127	0,83; 0,69
Флоксин В	45410	—	0,77; 0,71

* Номер красителя — в соответствии с международной классификацией красителей.

** Номер красителя — в соответствии с Европейской кодификацией пищевых добавок.

*** Значения R_f получены при условиях проведения анализа стандартных синтетических красителей по 3.2 с использованием средств измерений, вспомогательного оборудования, реактивов и материалов, указанных в 3.3.

3.4.4.2 В каждый стакан с 0,05 г стандартного красителя, подготовленного по 3.4.4.1, прибавляют 5 см³ раствора, полученного по 3.4.3, и перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения. Для интенсификации растворения допускается нагревание раствора в стакане на водяной бане до температуры не более 70 °С. Затем раствор охлаждают до 20 °С и переносят в мерную колбу вместимостью

25 см³, доводят объем до метки раствором, полученным по 3.4.3, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Раствор КО хранят в склянках из темного стекла с завинчивающейся пробкой при комнатной температуре — не более 6 мес.

3.4.5 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 8756.0.

3.4.6 Подготовка проб

Подготовку проб проводят по ГОСТ 26671, при этом жидкую и измельченную твердую части не объединяют и анализируют отдельно.

3.4.7 Извлечение красителей из анализируемых проб компотов методом твердофазной экстракции

3.4.7.1 Приготовление экстракта твердой части анализируемой пробы компотов

В стакане вместимостью 50 см³ взвешивают на лабораторных весах по ГОСТ Р 53228 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 100 мг не менее 5 г измельченной твердой части пробы компота, полученной по 3.4.6. Затем в стакан прибавляют экстрагент, приготовленный по 3.4.2 из расчета не менее 8 см³ на 1 г измельченной твердой части пробы. Содержимое стакана перемешивают на магнитной мешалке в течение 10 мин.

Полученную суспензию фильтруют через стеклянный или бумажный фильтр, твердую часть промывают экстрагентом по 3.4.2 из расчета не менее 10 см³ на 1 г измельченной твердой части компота.

3.4.7.2 Подготовка патрона для твердофазной экстракции красителей

Медицинским шприцем набирают от 10 до 20 см³ раствора ледяной уксусной кислоты массовой концентрации 10 г/дм³, соединяют шприц с патроном для твердофазной экстракции, заполненным оксидом алюминия. Патрон промывают раствором ледяной уксусной кислоты массовой концентрации 10 г/дм³ со скоростью от 10 до 20 капель в минуту. Объем пропускаемого через патрон раствора ледяной уксусной кислоты должен быть не менее 25 см³. Затем патрон отсоединяют от шприца.

3.4.7.3 Сорбция красителей из экстракта

Измеряют при 20 °С на рН-метре со стеклянным электродом значение рН экстракта, полученного по 3.4.7.1. В случае отклонения измеренного значения от заданного интервала (рН от 2,5 до 3,5 ед. рН) корректируют рН экстракта добавлением ледяной уксусной кислоты.

Медицинским шприцем набирают по 20 см³ экстракта и соединяют шприц с патроном, подготовленным по 3.4.7.2. Пропускают анализируемый экстракт через патрон по одной капле со скоростью от 10 до 20 капель в минуту. По достижении нижней границей окрашенного слоя сорбента основания патрона, шприц отсоединяют от первого патрона, подсоединяют ко второму патрону и пропускают анализируемый экстракт через второй патрон. Объем пропускаемого через патрон экстракта должен быть не менее 40 см³. При необходимости используют от 1 до 3 патронов, подготовленных по 3.4.7.2. После этого промывают каждый патрон с сорбированным красителем 25 см³ раствора ледяной уксусной кислоты по одной капле со скоростью от 10 до 20 капель в минуту.

3.4.7.4 Десорбция красителей из патронов водным аммиаком

Медицинским шприцем набирают 10 см³ водного аммиака и соединяют шприц с патроном, содержащим краситель, сорбированный из экстракта по 3.4.7.3. 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 с красителем, извлеченным из патрона) собирают в выпарную чашку и выпаривают досуха на водяной бане с температурой от 80 °С до 90 °С. Сразу после испарения раствора аммиака чашку с сухим остатком (красителем) охлаждают.

Краситель растворяют в чашке, добавляя пипеткой от 0,5 до 1,0 см³ раствора, приготовленного по 3.4.3.

3.4.7.5 Сорбция красителей из жидкой части анализируемой пробы компота

Измеряют при 20 °С на рН-метре со стеклянным электродом значение рН жидкой части анализируемой пробы компота, полученной по 3.4.6. В случае отклонения измеренного значения от заданного интервала (рН от 2,5 до 3,5 ед. рН) доводят рН жидкой части анализируемой пробы компота добавлением ледяной уксусной кислоты.

Медицинским шприцем набирают от 5 до 10 см³ жидкой части анализируемой пробы компота и соединяют шприц с патроном, подготовленным по 3.4.7.2. Пропускают анализируемую жидкую часть компота через патрон по одной капле со скоростью от 10 до 20 капель в минуту. По достижении нижней границей окрашенного слоя сорбента основания патрона, шприц отсоединяют от первого патрона, подсоединяют ко второму патрону и пропускают анализируемую жидкую часть через второй патрон. При необходимости используют от 1 до 2 патронов, подготовленных по 3.4.7.2. После этого промывают каж-

дый патрон с сорбированным красителем 25 см³ раствора ледяной уксусной кислоты по одной капле со скоростью от 10 до 20 капель в минуту.

3.4.7.6 Десорбция красителей из патронов водным аммиаком

Медицинским шприцем набирают 10 см³ водного аммиака и соединяют шприц с патроном, содержащим сорбированный из жидкой части анализируемой пробы компота краситель по 3.4.7.5. Десорбцию красителей из патронов проводят водным аммиаком — по 3.4.7.4.

Краситель растворяют в чашке, добавляя пипеткой от 0,5 до 1,0 см³ раствора, приготовленного по 3.4.3.

3.4.8 Подготовка хроматографической камеры

В хроматографическую камеру вносят элюент по 3.4.1 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.

3.4.9 Подготовка пластин для ТСХ анализа

На хроматографическую пластину карандашом наносят линию старта на расстоянии 1 см от края пластины и линию границы элюента на расстоянии 7 см от линии старта (параллельно рискам на обратной стороне пластины). На линию старта карандашом наносят точки с интервалом не менее 1 см.

3.5 Обнаружение и идентификация красителей

На хроматографическую пластину шириной 10 см, подготовленную по 3.4.9, микрошприцем наносят на линию старта в несколько приемов с промежуточным подсушиванием на воздухе от 0,3 до 1,0 мм³ растворов КО, приготовленных по 3.4.4.2, и от 0,5 до 3,0 мм³ анализируемых растворов красителей по 3.4.7.4 и 3.4.7.6. После нанесения растворов пластину подсушивают в течение от 3 до 4 мин и затем пинцетом помещают в хроматографическую камеру, подготовленную по 3.4.8, под углом примерно 45°. Камеру плотно закрывают. Элюирование заканчивают при достижении элюентом линии границы элюента — 7,0 см от линии старта. По окончании элюирования хроматографическую пластину вынимают и подсушивают.

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

4 Обработка результатов

4.1 Значение R_f стандартного синтетического красителя вычисляют по формуле

$$R_f = \frac{l_k}{l_s}, \quad (1)$$

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

l_s — расстояние до линии старта от линии границы элюента, см.

4.2 Значение R'_f обнаруженного красителя вычисляют по формуле

$$R'_f = \frac{l'_k}{l_s}, \quad (2)$$

где l'_k — расстояние до линии старта от центра пятна обнаруженного синтетического красителя, см;

l_s — расстояние до линии старта от линии границы элюента, см.

4.3 Сравнивают значения R'_f , рассчитанные по формуле 2, со значениями R_f КО, рассчитанными по формуле 1, и при совпадении R'_f и цвета пятен обнаруженных красителей с R_f и цветом пятен КО делают заключение о наличии или отсутствии эритрозина и флоксина В в анализируемом компоте.

Ключевые слова: пищевые продукты, консервированные компоты, синтетические красители, флоксин В, эритрозин, идентификация синтетических красителей, метод тонкослойной хроматографии

Редактор *М.Е. Никулина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 24.08.2011. Подписано в печать 06.09.2011. Формат 60 × 84 ¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,79. Тираж 211 экз. Зак. 827.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник»,
117418 Москва, Нахимовский проспект, 31, к. 2.