

---

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION  
(ISC)

---

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ

ГОСТ  
32780—  
2014

---

Продукты пищевые

**МЕТОДЫ ИДЕНТИФИКАЦИИ И  
ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ  
СИНТЕТИЧЕСКИХ КРАСИТЕЛЕЙ В  
ЗАМОРОЖЕННЫХ ДЕСЕРТАХ**

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2015

## Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

### Сведения о стандарте

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

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 25 июня 2014 г. № 45-2014)

За принятие проголосовали:

| Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
|---|------------------------------------|---|
| Армения   | AM                                 | Минэкономики Республики Армения                                 |
| Беларусь  | BY                                 | Госстандарт Республики Беларусь                                 |
| Киргизия  | KG                                 | Кыргызстандарт  |
| Россия  | RU                                 | Росстандарт   |
| Таджикистан   | TJ                                 | Таджикстандарт  |
| Узбекистан  | UZ                                 | Узстандарт  |
| Украина   | UA                                 | Минэкономразвития Украины                                       |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 августа 2014 г. № 905-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32780—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 01 января 2016 г.

### 5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет*

## Продукты пищевые

МЕТОДЫ ИДЕНТИФИКАЦИИ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ  
СИНТЕТИЧЕСКИХ КРАСИТЕЛЕЙ В ЗАМОРОЖЕННЫХ ДЕСЕРТАХ

Food products. Methods for identification and determination of artificial colours percentage in frozen desserts

Дата введения — 2016—01—01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на фруктовые, овощные и фруктово-овощные взбитые замороженные десерты и сладкие пищевые льды (далее — замороженные десерты), изготовленные без использования смесей для мороженого, молока и молочных продуктов, 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 %).

Перечень синтетических красителей приведен в приложении А (таблица А.1) и приложении Б (таблица Б.1).

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

- ГОСТ 12.0.004–90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения
- ГОСТ 12.1.004–91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования
- ГОСТ 12.1.005–88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны
- ГОСТ 12.1.007–76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности
- ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности
- ГОСТ 12.4.009–83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание
- ГОСТ 12.4.021–75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования
- ГОСТ 12.4.103–83 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация
- ГОСТ 61–75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия
- ГОСТ OIML R 76-1–2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания
- 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 3956–76 Силикагель технический. Технические условия
- ГОСТ 3760–79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия
- ГОСТ 4198–75 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

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

ГОСТ 4919.2–77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов и буферных растворов

ГОСТ 5830–79 Реактивы. Спирт изоамиловый. Технические условия

ГОСТ 6006–78 Реактивы. Бутанол-1. Технические условия

ГОСТ 6016–77 Реактивы. Спирт изобутиловый. Технические условия

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8682–93 (ИСО 383–76) Посуда лабораторная стеклянная. Шлифы конические взаимозаменяемые

ГОСТ 9875–88 Диэтиламин технический. Технические условия

ГОСТ 11773–76 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный. Технические условия

ГОСТ 13647–78 Реактивы. Пиридин. Технические условия

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

ГОСТ 18300–87<sup>1</sup> Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20015–88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 21241–89 Пинцеты медицинские. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 23932–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

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

ГОСТ 29169–91 (ИСО 1769–94) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 28498–90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29227–91 (ИСО 4794–94) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные.

Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31457–2012 Мороженое молочное, сливочное и пломбир. Технические условия

**Примечание** – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

### 3 Отбор проб

Отбор и подготовка проб замороженных десертов – по ГОСТ 31457.

### 4 Требования безопасности

4.1 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.103.

4.2 Помещение, в котором проводят анализы, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

4.3 Электробезопасность при работе с электроустановками – по ГОСТ 12.2.007.0.

4.4 Организация обучения работающих безопасности труда – по ГОСТ 12.0.004.

4.5 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

4.6 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

### 5 Условия проведения анализа

5.1 При подготовке и проведении анализа должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха .....от 20 °С до 25 °С;

<sup>1</sup> На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878–2013.

- относительная влажность воздуха .....от 40 % до 90 %;
- напряжение в электросети ..... 220<sup>+10%</sup><sub>-15%</sub> В;
- частота тока в электросети .....от 49 до 51 Гц.

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

Все операции с реактивами следует проводить в вытяжном шкафу.

## 5.2 Требования к квалификации оператора

К проведению анализов допускаются специалисты, изучившие методики и прошедшие обучение работе с приборами и инструктаж по технике безопасности.

## 6 Средства измерений, вспомогательное оборудование и устройства, посуды, реактивы и материалы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности  $\pm 0,1$  г.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности  $\pm 0,0005$  г.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С, ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Секундомер 2-го класса точности с емкостью шкалы счетчика 30 мин, с ценой деления 0,20 с.

Линейка металлическая по ГОСТ 427.

pH-метр со стеклянным электродом с диапазоном измерения от 1 до 14 ед. pH, с абсолютной допускаемой погрешностью измерений  $\pm 0,05$  ед. pH.

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

Камера хроматографическая размером 12 × 12 × 5 см.

Патрон для твердофазной экстракции, заполненный сорбентом.

Оксид алюминия активированный кислый pH = 4,5  $\pm$  0,5, зернением от 0,05 до 0,15 мм, удельной поверхностью 155 м<sup>2</sup>/г для колоночной хроматографии.

Полиамид (Polyamid MN-CC6), зернением 0,16 мм, для колоночной хроматографии.

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

Детектор с черно-белой малогабаритной видеокамерой или аналогичной цветной с чувствительностью не ниже 0,02 лк, с ручной фокусировкой и ручной регулировкой диафрагмы либо цветной сканер с разрешением от 200 d.p.i. и выше с графическим интерфейсом, функциями управления сканером, связи и передачи данных в программное приложение компьютера.

Компьютер с операционной системой Microsoft Windows 2000 или выше с программой расчета массовой доли красителей.

Блок ввода изображения.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Термостат или водяная баня.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336.

Шприц медицинский инъекционный вместимостью от 10 до 20 см<sup>3</sup>.

Микрошприц вместимостью 1,0 мм<sup>3</sup> с ценой деления не более 0,02 мм<sup>3</sup>.

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

Пипетки 1(2)-1-5, 2-1-5, 2-1-25 по ГОСТ 29169.

Пипетки 1-1(2)-1-1, 1-1(2)-1-5, 1-1(2)-1-10 по ГОСТ 29227.

Стаканы В(Н)-1-50, В(Н)-1-250, ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Колбы 2-50-2, 2-100-2, 2-500-2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1-50-14/23, Кн-1-100-19/26, Кн-1-250-14/23 ТС(ТХС) по ГОСТ 25336 со шлифами Кш 14/23, 19/26, 29/32 по ГОСТ 8682.

Пробки из пластмассы или стеклянные с конусом 10/19, 14/23, 19/26, 29/32 по ГОСТ 1770.

Чашка ЧВК-1-100 по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная.

Пинцет медицинский по ГОСТ 21241.

Цилиндр 1-100-1 по ГОСТ 1770.

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

Колба с тубусом (Бунзена) 1–250–29 по ГОСТ 23932 или ГОСТ 25336.

Красители стандартные синтетические в соответствии с приложением Б.

Пиридин по ГОСТ 13647, ч. д. а.

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

Спирт этиловый ректификованный технический высшего сорта по ГОСТ 18300.

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

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч. д. а.

Бутанол-1 по ГОСТ 6006.

Диэтиламин технический по ГОСТ 9875.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Ацетон по ГОСТ 2603, ч. д. а.

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

## **7 Хроматографический метод качественного определения (идентификации) синтетических красителей в тонком слое сорбента**

### **7.1 Сущность метода**

Метод основан на сорбции красителей из раствора замороженного десерта твердым сорбентом, десорбции и удалении элюента 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 красителя до линии старта к расстоянию линии миграции элюента до линии старта) каждого обнаруженного 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 водные растворы стандартных красителей из числа ожидаемых.

### **7.2 Подготовка к анализу**

#### **7.2.1 Приготовление элюентов**

##### **7.2.1.1 Приготовление элюента 1**

В колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят пипетками, индивидуальными для каждого реактива, 3 см<sup>3</sup> пиридина, 3 см<sup>3</sup> изоамилового спирта, 3 см<sup>3</sup> изобутилового спирта, 4 см<sup>3</sup> этилового ректификованного технического спирта и 4 см<sup>3</sup> водного аммиака. Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают.

##### **7.2.1.2 Приготовление элюента 2**

В колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят пипетками, индивидуальными для каждого реактива, 3 см<sup>3</sup> пиридина, 3 см<sup>3</sup> изоамилового спирта, 3 см<sup>3</sup> изобутилового спирта, 4 см<sup>3</sup> этилового ректификованного технического спирта и 8 см<sup>3</sup> водного аммиака. Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают.

##### **7.2.1.3 Приготовление элюента 3**

В колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят пипетками, индивидуальными для каждого реактива, 6 см<sup>3</sup> диэтиламина, 5 см<sup>3</sup> хлороформа, 6 см<sup>3</sup> этилового ректификованного технического спирта, 3 см<sup>3</sup> раствора водного аммиака и 3 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают.

##### **7.2.1.4 Приготовление элюента 4 (для красителя Зеленый S)**

В колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят пипетками, индивидуальными для каждого реактива, 6 см<sup>3</sup> бутанола-1, 3 см<sup>3</sup> этилового ректификованного технического спирта, 3 см<sup>3</sup> пиридина и 6 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают.

##### **7.2.1.5 Приготовление элюента 5**

В колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят пипеткой 1,4 см<sup>3</sup> водного аммиака, 8,8 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и отмеряют цилиндром 40 см<sup>3</sup> этилового спирта. Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают.

Элюенты готовят непосредственно перед анализом. Не допускается повторное использование элюентов.

#### 7.2.2 Приготовление водно-спиртового раствора

В колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> отмеряют цилиндром 50 см<sup>3</sup> этилового спирта и 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Раствор используют свежеприготовленный.

#### 7.2.3 Приготовление водно-ацетонового раствора

В колбу (с шлифованной пробкой) вместимостью 100 см<sup>3</sup> отмеряют цилиндром 50 см<sup>3</sup> ацетона и 25 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают.

Раствор используют свежеприготовленный.

#### 7.2.4 Приготовление раствора КО стандартных красителей

7.2.4.1 В стаканчике взвешивают образец стандартного красителя в соответствии с таблицей Б.1, с записью результата взвешивания в граммах до четвертого десятичного знака.

Массу образца стандартного красителя  $m$ , в граммах, рассчитывают с учетом массовой доли основного красящего вещества в образце по формуле

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

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

100 – коэффициент пересчета, %;

$X$  – массовая доля основного красящего вещества в образце стандартного красителя, в соответствии с приложением А, %.

7.2.4.2 В стакан с образцом стандартного красителя, подготовленного по 7.2.4.1, прибавляют 20 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения. Для интенсификации растворения допускается нагревание раствора в стакане на водяной бане до температуры не более 90 °С. Затем раствор охлаждают до 20 °С, переносят количественно в мерную колбу (с шлифованной пробкой) вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

7.2.4.3 Массовую концентрацию основного красящего вещества полученного раствора КО стандартного красителя  $C_{КО}$ , г/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

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

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

$V_{КО}$  – объем раствора КО стандартного красителя ( $V_{КО} = 100 \text{ см}^3$ ), см<sup>3</sup>;

$10^{-3}$  – коэффициент пересчета см<sup>3</sup> в дм<sup>3</sup>.

Раствор КО стандартного красителя хранят в склянке из темного стекла с завинчивающейся пробкой.

Срок хранения растворов КО стандартных красителей в условиях по 5.1 – не более 6 мес.

#### 7.2.5 Приготовление растворов замороженных десертов

7.2.5.1 Приготовление раствора замороженного десерта, содержащего стабилизаторы с температурой плавления студня не более 35 °С

В стакане вместимостью 100 см<sup>3</sup> взвешивают от 5 до 10 г замороженного десерта с записью результата взвешивания до первого десятичного знака. Затем в стакан прибавляют дистиллированную воду из расчета 4 см<sup>3</sup> на 1 г замороженного десерта, перемешивают стеклянной палочкой и нагревают на водяной бане до температуры до 35 °С.

7.2.5.2 Приготовление раствора замороженного десерта, содержащего стабилизаторы с температурой плавления студня выше 35 °С

В стакане вместимостью 100 см<sup>3</sup> взвешивают от 5 до 10 г замороженного десерта с записью результата взвешивания до первого десятичного знака. Затем в стакан прибавляют ацетон из расчета 0,8 см<sup>3</sup> на 1 г замороженного десерта и оставляют на 15 мин до полного выпадения осадка.

Раствор отделяют от осадка фильтрованием на фильтрующей воронке. Осадок промывают небольшими порциями раствором по 7.2.3 из расчета от 6 до 8 см<sup>3</sup> на 1 г замороженного десерта.

С целью ускорения процесса фильтрации допускается применение колбы Бунзена и водоструйного насоса.

#### 7.2.6 Подготовка патрона для твердофазной экстракции красителей

Медицинским шприцем набирают от 10 до 20 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, соединяют шприц с патроном для твердофазной экстракции, заполненным сорбентом в соответствии с таблицей 1. Патрон промывают со скоростью (15 ± 5) капель дистиллированной воды в минуту. Объем пропускаемой через патрон дистиллированной воды должен быть не менее 30 см<sup>3</sup>. Затем патрон отсоединяют от шприца.

В случае использования оксида алюминия патрон дополнительно промывают раствором ледяной уксусной кислоты массовой концентрации 10 г/дм<sup>3</sup>. Объем пропускаемого через патрон раствора ледяной уксусной кислоты должен быть не менее 25 см<sup>3</sup>.

Т а б л и ц а 1 – Сорбенты, используемые для твердофазной экстракции красителей из растворов замороженных десертов

| Наименование синтетического красителя | Индекс | Сорбент                  |
|---------------------------------------|--------|--------------------------|
| <b>Азокрасители</b>                   |        |                          |
| 1 Тартразин                           | E102   | Оксид алюминия, Полиамид |
| 2 Желтый 2G                           | E107   |                          |
| 3 Желтый «солнечный закат» FCF        | E110   |                          |
| 4 Азорубин                            | E122   |                          |
| 5 Амарант                             | E123   |                          |
| 6 Понсо 4R                            | E124   |                          |
| 7 Красный 2G                          | E128   |                          |
| 8 Красный очаровательный AC           | E129   |                          |
| <b>Триарилметановые красители</b>     |        |                          |
| 9 Синий патентованный V               | E131   | Оксид алюминия, Полиамид |
| 10 Синий блестящий FCF                | E133   |                          |
| 11 Зеленый S                          | E142   | Полиамид                 |
| 12 Зеленый прочный FCF                | E143   | Оксид алюминия, Полиамид |
| <b>Хинолиновый краситель</b>          |        |                          |
| 13 Желтый хинолиновый                 | E104   | Оксид алюминия, Полиамид |
| <b>Ксантоновый краситель</b>          |        |                          |
| 14 Эритрозин                          | E127   | Полиамид                 |

#### 7.2.7 Извлечение синтетических красителей из анализируемых замороженных десертов

##### 7.2.7.1 Сорбция красителей из растворов замороженных десертов

Измеряют значение pH раствора, полученного по 7.2.5. В случае отклонения измеренного значения от заданного интервала (от 2,5 до 3,5 ед. pH) значение pH доводят добавлением ледяной уксусной кислоты.

Медицинским шприцем набирают от 10 до 20 см<sup>3</sup> анализируемого раствора замороженного десерта, подготовленного по 7.2.5, и соединяют шприц с патроном. Пропускают анализируемый раствор замороженного десерта через патрон по одной капле со скоростью (15 ± 5) капель в минуту. При появлении на выходе из патрона окрашенного анализируемого раствора замороженного десерта его пропускают через второй патрон. При необходимости используют один–пять патронов, подготовленных по 7.2.6, до достижения полноты сорбции красителя. После этого каждый патрон с сорбированным красителем, заполненный оксидом алюминия, промывают 25 см<sup>3</sup> раствора ледяной уксусной кислоты массовой концентрации 10 г/дм<sup>3</sup> по одной капле со скоростью (15 ± 5) капель в минуту. Патроны, заполненные сорбентом «Полиамид», промывают дистиллированной водой.

##### 7.2.7.2 Десорбция красителей из патронов

Медицинским шприцем набирают от 10 до 20 см<sup>3</sup> водного аммиака и соединяют шприц с патроном по 7.2.7.1, заполненным оксидом алюминия. Пропускают водный аммиак через патрон по одной капле со скоростью (15 ± 5) капель в минуту. При необходимости промывание патрона водным аммиаком повторяют до полного обесцвечивания сорбента (оксида алюминия) в патроне.

Десорбцию красителей из патронов, заполненных Полиамидом, проводят аналогично, используя элюент 5 по 7.2.1.5.



Элюат (раствор водного аммиака или элюента 5 с красителем, извлеченным из патрона) собирают в выпарную чашку и выпаривают досуха на водяной бане температурой от 80 °С до 90 °С.

Сразу после испарения элюата чашку с сухим остатком (красителем) охлаждают. Краситель растворяют в чашке, добавляя пипеткой от 0,3 до 0,7 см<sup>3</sup> водно-спиртового раствора по 7.2.2.

#### 7.2.8 Подготовка хроматографической камеры

В хроматографическую камеру вносят элюент 1, приготовленный по 7.2.1.1, 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.

#### 7.2.9 Подготовка пластин для ТСХ анализа

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

### 7.3 Проведение анализа

#### 7.3.1 Получение хроматографических карт КО

На пластину, подготовленную по 7.2.9, микрошприцем наносят на линию старта в несколько приемов с промежуточным подсушиванием на воздухе от 0,3 до 1,0 мм<sup>3</sup> растворов КО, приготовленных по 7.2.4. После нанесения раствора пластину подсушивают от 3 до 4 мин и затем пинцетом помещают в хроматографическую камеру, подготовленную по 7.2.8, под углом примерно 45°. Камеру плотно закрывают. Элюирование заканчивают при достижении элюентом линии границы элюента 7,0 см от линии старта. По окончании элюирования пластину вынимают пинцетом и подсушивают.

Аналогично получают хроматографические карты с использованием элюентов 2, 3 и 4.

#### 7.3.2 Обработка хроматографических карт

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

Значение  $R_f$  стандартного красителя вычисляют по формуле

$$R_f = \frac{l_k}{l_s}, \quad (3)$$

где  $l_k$  – расстояние до линии старта от центра пятна красителя, см;

$l_s$  – расстояние до линии старта от линии границы элюента, см.

#### 7.3.3 Обнаружение и идентификация красителей

На хроматографическую пластину, подготовленную по 7.2.9, микрошприцем наносят на линию старта в несколько приемов с промежуточным подсушиванием на воздухе от 0,3 до 1,0 мм<sup>3</sup> раствора КО (или нескольких КО отдельно), приготовленных по 7.2.4.2, и от 0,5 до 3,0 мм<sup>3</sup> анализируемого раствора по 7.2.7.2. После нанесения растворов пластину подсушивают от 3 до 4 мин и затем пинцетом помещают в хроматографическую камеру, подготовленную по 7.2.8, 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 пинцетом и подсушивают.

При отсутствии разделения пятен красителей на хроматограмме анализ повторяют, используя элюент 2, 3 или 4.

Если на полученных хроматограммах выше стартовой линии присутствует хотя бы одно окрашенное пятно, делают заключение о наличии водорастворимого синтетического красителя в анализируемом замороженном десерте.

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

Значение  $R_f'$  обнаруженного красителя вычисляют по формуле

$$R_f' = \frac{l_k'}{l_s}, \quad (4)$$

где  $l_k'$  – расстояние до линии старта от центра пятна красителя, см;

$l_s$  – расстояние до линии старта от линии границы элюента, см.

Визуально сравнивают цвет и положение пятен обнаруженных красителей с хроматографическими картами, полученными по 7.3.1.

При совпадении цвета и положения хотя бы одного из пятен обнаруженных красителей с одним из пятен КО идентифицируют обнаруженные красители, сравнивая значения  $R_f$ , рассчитанные по формуле (4), со значениями  $R_f$  КО, рассчитанными по формуле (3) и приведенными в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 – Значения  $R_f$  стандартных водорастворимых синтетических красителей

| Наименование стандартного синтетического красителя | Индекс | Значения $R_f$ |               |               |          |
|--|--------|----------------|---------------|---------------|----------|
|  |        | Элюент 1       | Элюент 2      | Элюент 3      | Элюент 4 |
| Тартразин  | E102   | 0,27           | 0,49          | 0,37          | –        |
| Желтый хинолиновый                                 | E104   | 0,74<br>0,83   | 0,51<br>0,46  | 0,47<br>0,65  | –        |
| Желтый «солнечный закат» FCF                       | E110   | 0,58           | 0,51          | 0,64          | –        |
| Азорубин   | E122   | 0,34           | 0,49          | 0,54          | –        |
| Понсо 4R   | E124   | 0,43           | 0,42          | 0,27          | –        |
| Красный 2G   | E128   | 0,49           | 0,51          | 0,48          | –        |
| Красный очаровательный AC                          | E129   | 0,50           | 0,67          | 0,66          | –        |
| Синий патентованный V                              | E131   | 0,20           | 0,43          | 0,46          | –        |
| Синий блестящий FCF                                | E133   | 0,43           | 0,46          | 0,59          | –        |
| Зеленый S  | E142   | –              | –             | –             | 0,75     |
| Зеленый прочный FCF                                | E143   | 0,43           | 0,37          | 0,39          | –        |
| Желтый 2G  | E107   | 0,52           | 0,65          | 0,31          | –        |
| Амарант  | E123   | 0,29           | 0,41          | 0,43          | –        |
| Эритрозин  | E127   | 0,70;<br>0,62  | 0,63;<br>0,60 | 0,84;<br>0,34 | –        |

## 8 Денситометрический метод определения массовой доли красителей в тонком слое сорбента

### 8.1 Сущность метода

Метод основан на хроматографировании красителей в тонком слое сорбента (ТСХ) с последующим определением их массовой доли методом количественной оптической денситометрии с компьютерной обработкой хроматограмм.

### 8.2 Подготовка к анализу

#### 8.2.1 Приготовление растворов КО смесевых красителей

Растворы КО смесевых красителей готовят с учетом обнаруженных и идентифицированных в анализируемом образце красителей по 7.3.3.

##### 8.2.1.1 Приготовление раствора А

В мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 500 см<sup>3</sup> пипеткой вносят по 50 см<sup>3</sup> растворов КО по 7.2.4 из числа обнаруженных и идентифицированных в анализируемом образце по 7.3.3. Затем доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Массовую концентрацию красящего вещества каждого индивидуального красителя в полученном растворе А  $C_{к.о}$ , г/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$C_{к} = \frac{C_{к.о} V_{к}}{V} \quad \text{или} \quad C_{к} = 0,25, \quad (5)$$

где  $C_{к.о}$  – массовая концентрация основного красящего вещества раствора КО, г/дм<sup>3</sup>, приготовленного по 7.2.4;

$V_{к}$  – объем раствора КО индивидуального красителя по 7.2.4, см<sup>3</sup>,  $V_{к} = 50$  см<sup>3</sup>;

$V$  – объем раствора КО смесевых красителей, см<sup>3</sup>,  $V = 500$  см<sup>3</sup>.

##### 8.2.1.2 Приготовление раствора Б

Пипеткой отбирают 25 см<sup>3</sup> раствора А, приготовленного по 8.2.1.1, и переносят в мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 50 см<sup>3</sup>. Доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Массовую концентрацию красящего вещества каждого индивидуального красителя в полученном растворе Б  $C_{К1}$ , г/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$C_{К1} = \frac{C_{К}}{2}, \quad (6)$$

где  $C_{К}$  – массовая концентрация красящего вещества каждого индивидуального красителя в полученном растворе А по 8.2.1.1, г/дм<sup>3</sup>;  
2 – коэффициент разведения.

#### 8.2.1.3 Приготовление раствора В

Пипеткой отбирают 25 см<sup>3</sup> раствора Б, приготовленного по 8.2.1.2, и переносят в мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 50 см<sup>3</sup>. Доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой, колбу закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

Массовую концентрацию красящего вещества каждого индивидуального красителя в полученном растворе В  $C_{К2}$ , г/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$C_{К2} = \frac{C_{К1}}{2}, \quad (7)$$

где  $C_{К1}$  – массовая концентрация красящего вещества каждого индивидуального красителя в полученном растворе Б, г/дм<sup>3</sup>;  
2 – коэффициент разведения.

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

#### 8.2.2 Обнаружение красителей

На хроматографическую пластину, подготовленную по 7.2.9, микрошприцем наносят на линию старта в несколько приемов с промежуточным подсушиванием на воздухе от 0,3 до 1,0 мм<sup>3</sup> растворов реперов (растворы Б и В), приготовленных по 8.2.1, и от 0,5 до 3,0 мм<sup>3</sup> анализируемых растворов по 7.2.7.2. После нанесения растворов пластину подсушивают от 3 до 4 мин и затем пинцетом помещают в хроматографическую камеру, подготовленную по 7.2.8, 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 пинцетом и подсушивают.

При отсутствии разделения пятен красителей на хроматограмме анализ повторяют, используя элюент 2, 3 или 4.

### 8.3 Проведение анализа

#### 8.3.1 Определение массовой доли анализируемых красителей

Определение массовой доли красителя проводят на денситометре, анализируя хроматограмму, полученную по 8.2.2, с помощью детектора и компьютера.

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

$$m_B = C_{К1} V_B, \quad (8)$$

где  $C_{К1}$  – массовая концентрация красящего вещества каждого индивидуального красителя в полученном растворе Б по 8.2.1.2, мкг/мм<sup>3</sup>;

$V_B$  – объем раствора Б, нанесенного на пластину ТСХ по 8.2.2, мм<sup>3</sup>.

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

$$m_B = C_{К2} V_B, \quad (9)$$

где  $C_{К2}$  – массовая концентрация красящего вещества каждого индивидуального красителя в полученном растворе В по 8.2.1.3, мкг/мм<sup>3</sup>;

$V_B$  – объем раствора В, нанесенного на пластину ТСХ по 8.2.2, мм<sup>3</sup>.

Значения массы каждого красителя в пятне репера (свидетеля) КО смешанного красителя вводят в программу компьютерной обработки хроматограмм, а массу анализируемого красителя обозначают  $M_{\text{вых}}$ .

Получают результат измерения – массу анализируемого красителя, нанесенного на пластину, в микрограммах.

Если массовая доля красителя в анализируемом растворе выйдет за диапазон измерения от 0,0012 % до 0,0250 %, необходимо разбавить раствор до концентрации, соответствующей указанному диапазону, и значение массовой доли красителя, рассчитанное по формуле (11), умножить на коэффициент разбавления.

### 8.3.2 Обработка и оформление результатов измерений

Массовую долю красителя в анализируемых замороженных десертах  $X_1$ , %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{M_{\text{вых}} 10^{-6} V_1}{V_2 10^{-3} m_1} \cdot 100 \quad (10)$$

или

$$X_1 = \frac{M_{\text{вых}} V_1}{m_1 V_2 10}, \quad (11)$$

где  $M_{\text{вых}}$  – масса анализируемого красителя в пятне на пластине ТСХ, мкг;

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

$V_1$  – объем анализируемого раствора красителя, полученного при растворении сухого остатка красителя по 7.2.7.4, см<sup>3</sup>;

$V_2$  – объем анализируемого раствора красителя, нанесенного на пластину ТСХ по 8.2.2, мм<sup>3</sup>;

$10^{-3}$  – коэффициент пересчета мм<sup>3</sup> в см<sup>3</sup>;

$m_1$  – масса пробы анализируемого замороженного десерта, взятого для анализа, г;

100 – коэффициент пересчета в %.

Вычисления проводят с записью результата до пятого десятичного знака.

### 8.3.3 Контроль точности результатов измерений

За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое значение  $\overline{X}_1$ , %, двух параллельных измерений массовой доли красителя, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{|X_1 - X_2|}{\overline{X}_1} \cdot 100 \leq r, \quad (12)$$

где  $X_1$  – максимальная массовая доля красителя, %;

$X_2$  – минимальная массовая доля красителя, %;

$\overline{X}_1$  – среднее значение двух параллельных измерений массовой доли красителя, %;

$r$  – значение предела повторяемости, %, приведенное в таблице 3.

Результат анализа представляют в виде

$$\overline{X}_1 \pm 0,01 \delta \overline{X}_1, \text{ при } P = 0,95 \quad (13)$$

где  $\overline{X}_1$  – среднеарифметическое значение результатов двух измерений, признанных приемлемыми, %;

$\delta$  – границы относительной погрешности измерений, %.

Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение границ абсолютной погрешности, содержащее не более двух значащих цифр.

Предел повторяемости  $r$  и воспроизводимости  $R$ , а также показатель точности  $\delta$  для измерений массовой доли красителя в замороженных десертах представлены в таблице 3.

Т а б л и ц а 3 – Показатели точности и прецизионности метода определения массовой доли синтетических красителей в замороженных десертах

| Диапазон измерений массовой доли красителя в замороженных десертах, % | 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   |

**Приложение А  
(обязательное)**

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

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

**А.1 Сущность метода**

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

**А.2 Условия анализа**

А.2.1 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<sup>+10%</sup><sub>-15%</sub> В.

Помещение, где проводят работы с реактивами, должно быть обеспечено приточно-вытяжной вентиляцией. Все операции с реактивами следует проводить в вытяжном шкафу.

**А.2.2 Требования к квалификации оператора**

К проведению анализов допускаются специалисты, изучившие методики и прошедшие обучение работе с приборами и инструктаж по технике безопасности.

**А.3 Средства измерений, вспомогательное оборудование и устройства, посуда, материалы и реактивы**

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности  $\pm 0,0005$  г.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С, ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

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.

Баня водяная.

Электрорешетка бытовая по ГОСТ 14919.

Пипетка 1–1(2)–1–10 по ГОСТ 29227.

Колба 2–100–2, 2–250–2 по ГОСТ 1770.

Стаканчик СВ-14/8 по ГОСТ 25336.

Стакан В(Н)–1–50 ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Силикагель по ГОСТ 3956.

Красители стандартные в соответствии с приложением Б.

Калий фосфорнокислый однозамещенный, х. ч., по ГОСТ 4198.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный, ч. д. а., по ГОСТ 11773.

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

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный технический высшего сорта по ГОСТ 18300.

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

**А.4 Подготовка к анализу**

**А.4.1 Подготовка стандартных красителей**

В стаканчике взвешивают от 0,2 г до 0,5 г образца стандартного красителя в соответствии с таблицей Б.1 с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака и доводят до постоянной массы высушиванием при температуре 105 °С в сушильном шкафу.

Образец подготовленного стандартного красителя хранят в эксикаторе с силикагелем не более 24 ч.

**А.4.2 Приготовление буферного раствора с рН раствора 7,0 ед. рН**

Раствор 1. Раствор фосфорнокислого двузамещенного натрия молярной концентрации  $c(\text{Na}_2\text{HPO}_4) = 0,2$  моль/дм<sup>3</sup> готовят по ГОСТ 4919.2 (таблица 1, пункт 11, б).

Раствор 2. Раствор фосфорнокислого однозамещенного калия молярной концентрации  $c(\text{KH}_2\text{PO}_4) = 0,2$  моль/дм<sup>3</sup> готовят по ГОСТ 4919.2 (таблица 1, пункт 2, графа приготовление исходного раствора) с дополнением: 2,722 г полученного препарата растворяют в дистиллированной воде в колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят объем раствора до метки.

Буферный раствор со значением рН раствора 7,0 ед. рН готовят по ГОСТ 4919.2 в колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup> разбавлением 32,0 см<sup>3</sup> раствора 1 и 18 см<sup>3</sup> раствора 2 дистиллированной водой до объема 100 см<sup>3</sup>.

**А.4.3 Приготовление КО стандартных красителей**

В стаканчике вместимостью 50 см<sup>3</sup> взвешивают 0,25 г подготовленного по А.4.1 образца стандартного красителя с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака. Затем в стаканчик добавляют 20 см<sup>3</sup> дистиллированной воды или буферного раствора по А.4.2, в соответствии с таблицей А.1, и перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения. Для интенсификации растворения допускается нагревание раствора в стаканчике на водяной бане до температуры не более 90 °С. Затем раствор охлаждают до (20 ± 1) °С, переносят количественно в мерную колбу (с притертой пробкой) вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора в колбе тем же растворителем, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают (раствор А).

Пипеткой отбирают 10 см<sup>3</sup> раствора А и переносят в мерную колбу (с притертой пробкой) вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Доводят объем раствора в колбе до метки тем же растворителем, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают (раствор Б).

Пипеткой отбирают 10 см<sup>3</sup> раствора Б и переносят в мерную колбу (с притертой пробкой) вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Доводят объем раствора в колбе до метки тем же растворителем, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают (раствор В).

Т а б л и ц а А.1 – Спектрофотометрические характеристики синтетических красителей

| Наименование красителя    | Индекс пищевой добавки | Растворитель                                | Длина волны, соответствующая максимуму поглощения, нм | Удельный коэффициент светопоглощения, $E_{1\text{см}}^{1\%}$ |
|---------------------------|------------------------|---|---|--|
| Тартразин                 | E102                   | Дистиллированная вода                       | 426   | 530  |
| Желтый хинолиновый        | E104                   | Буферный раствор со значением pH 7,0 ед. pH | 415   | 865  |
| Желтый 2 G                | E107                   | Дистиллированная вода                       | 400   | 800  |
| Желтый «солнечный закат»  | E110                   | Буферный раствор со значением pH 7,0 ед. pH | 485   | 555  |
| Азорубин                  | E122                   | Дистиллированная вода                       | 516   | 510  |
| Амарант                   | E123                   | Дистиллированная вода                       | 520   | 440  |
| Понсо 4R                  | E124                   | Дистиллированная вода                       | 505   | 430  |
| Эритрозин                 | E127                   | Дистиллированная вода                       | 526   | 1100   |
| Красный 2G                | E128                   | Дистиллированная вода                       | 532   | 620  |
| Красный очаровательный AC | E129                   | Буферный раствор со значением pH 7,0 ед. pH | 504   | 540  |
| Синий патентованный V     | E131                   | Дистиллированная вода                       | 638   | 2000   |
| Синий блестящий FCF       | E133                   | Дистиллированная вода                       | 630   | 1630   |
| Зеленый S                 | E142                   | Дистиллированная вода                       | 632   | 1720   |
| Зеленый прочный FCF       | E143                   | 50 %-ный раствор этилового спирта           | 625   | 1560   |

**А.4.4 Приготовление 50 %-ного раствора этилового спирта**

В колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> отмеряют цилиндром 52 см<sup>3</sup> этилового спирта и 48 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Раствор используют свежеприготовленный.

**А.5 Проведение анализа**

Дозируют приготовленный по А.4.3 раствор В в кювету спектрофотометра и измеряют оптическую плотность при длине волны, соответствующей максимуму светопоглощения относительно оптической плотности растворителя (таблица А.1).

**А.6 Обработка и оформление результатов измерений**

Массовую долю основного красящего вещества в стандартном красителе  $X$ , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{A V V_1 V_3}{E_{1\text{см}}^{1\%} d m V_2 V_4}, \quad (\text{A.1})$$

где  $A$  – оптическая плотность раствора анализируемого стандартного красителя по А.5, измеренная при условиях, указанных в таблице А.1;

$V$  – объем раствора А по А.4.3, см<sup>3</sup>;  $V = 250$  см<sup>3</sup>;

$V_1$  – объем раствора Б по А.4.3, см<sup>3</sup>;  $V_1 = 100$  см<sup>3</sup>;

$V_3$  – объем раствора В по А.4.3, см<sup>3</sup>;  $V_3 = 100$  см<sup>3</sup>;

$E_{1\text{см}}^{1\%}$  – удельный коэффициент светопоглощения в соответствии с таблицей А.1, численно равный оптической плотности раствора красителя, с массовой долей красящего вещества 1 % при толщине поглощающего слоя 1 см, %<sup>-1</sup> · см<sup>-1</sup>;

$d$  – толщина поглощающего слоя, см;  $d = 1$  см;

$m$  – масса пробы анализируемого красителя, взятого для анализа, г (см. А.3);

$V_2$  – объем раствора А, взятого на приготовление раствора Б (см. А.4.3), см<sup>3</sup>;  $V_2 = 10$  см<sup>3</sup>;

$V_4$  – объем раствора Б, взятого на приготовление раствора В (см. А.4.3), см<sup>3</sup>;  $V_5 = 10$  см<sup>3</sup>;

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

#### **А.7 Контроль точности результатов измерений**

За окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных измерений  $X_{ср}$ , %, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух последовательных измерений, полученными в условиях повторяемости при  $P = 95$  %, не превышает предела повторяемости  $r = 0,60$  %.

Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных измерений, полученными в условиях воспроизводимости при  $P = 95$  %, не превышает предела воспроизводимости  $R = 1,20$  %.

Границы абсолютной погрешности метода определения массовой доли основного красящего вещества в стандартных красителях  $\pm 0,6$  % при  $P = 95$  %.

Приложение Б  
(обязательное)

## Стандартные синтетические красители и их характеристика

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

Таблица Б.1

| Наименование<br>Стандартного красителя  | Номер<br>красителя* | Индекс<br>пищевой<br>добавки** | Содержание основного<br>красящего вещества,<br>%, не менее |
|---|---------------------|--------------------------------|--|
| Азокрасители  |                     |                                |  |
| Тартразин   | CI 19140            | E102                           | 85   |
| Желтый 2 G  | CI 18965            | E107                           | 70   |
| Желтый «Солнечный закат»  | CI 15985            | E110                           | 85   |
| Азорубин  | CI 14720            | E122                           | 85   |
| Амарант   | CI 16185            | E123                           | 85   |
| Понсо 4R  | CI 16255            | E124                           | 80   |
| Красный 2G  | CI 18050            | E128                           | 80   |
| Красный очаровательный AC   | CI 16035            | E129                           | 85   |
| Триарилметановые красители  |                     |                                |  |
| Синий патентованный V   | CI 42051            | E131                           | 85   |
| Синий блестящий FCF   | CI 42090            | E133                           | 85   |
| Зеленый S   | CI 44090            | E142                           | 80   |
| Зеленый прочный FCF   | CI 42053            | E143                           | 85   |
| Ксантоновый краситель   |                     |                                |  |
| Эритрозин   | CI 45430            | E127                           | 87   |
| Хинолиновый краситель   |                     |                                |  |
| Желтый хинолиновый  | CI 47005            | E104                           | 70   |
| * Номер красителя в соответствии с международным каталогом красителей Colour Index. |                     |                                |  |
| ** Индекс красителя в соответствии с европейской кодификацией пищевых добавок.      |                     |                                |  |

УДК 663.05:006.354

МКС 67.220.20  
67.050

Ключевые слова: замороженные десерты, фруктовые, овощные и фруктово-овощные взбитые замороженные десерты, сладкие пищевые льды, синтетические водорастворимые красители, идентификация, хроматографический метод тонкослойной хроматографии, денситометрический метод

Подписано в печать 16.03.2015. Формат 60x84<sup>1</sup>/<sub>8</sub>.

Усл. печ. л. 1,86. Тираж 31 экз. Зак. 521

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»  
123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru