

---

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

---



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р  
52825—  
2007

---

## ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

**Метод определения наличия  
синтетических красителей в пряностях**

Издание официальное



## Предисловие

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

### Сведения о стандарте

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

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

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 декабря 2007 г. № 452-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, 2008

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

## ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Метод определения наличия  
синтетических красителей в пряностях

Food products.  
Method for determination of artificial colours in spices presence

Дата введения — 2009—01—01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на сухие пряности и устанавливает хроматографический метод определения наличия и идентификации водо- и жирорастворимых синтетических красителей.

По данному методу предел обнаружения массовой доли водо- и жирорастворимых синтетических красителей в пряностях составляет не менее 0,005 %.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия
- ГОСТ 427—75 Линейки измерительные металлические. Технические условия
- ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензуры, колбы, пробирки. Общие технические условия
- ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия
- ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия
- ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реагентов и растворов, применяемых при анализе
- ГОСТ 5830—79 Реактивы. Спирт изоамиловый. Технические условия
- ГОСТ 5955—75 Реактивы. Бензол. Технические условия
- ГОСТ 6016—77 Реактивы. Спирт изобутиловый. Технические условия
- ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 9875—88 Диэтиламин технический. Технические условия
- ГОСТ 13647—78 Реактивы. Пиридин. Технические условия
- ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
- ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректифицированный технический. Технические условия
- ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия
- ГОСТ 20288—74 Реактивы. Углерод четыреххлористый. Технические условия
- ГОСТ 21241—89 Пинцеты медицинские. Общие технические требования и методы испытаний
- ГОСТ 22300—76 Реактивы. Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия
- ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования
- ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

# ГОСТ Р 52825—2007

ГОСТ 28876—90 Пряности и приправы. Отбор проб

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

**При меч ани 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 изменен 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 водорастворимых синтетических красителей основан на экстракции дистиллированной водой красителей из анализируемой пряности, предварительной очистке экстракта и сорбции синтетических красителей из очищенного экстракта твердыми сорбентами, десорбции аммиаком, удалении последнего выпариванием и последующей идентификации синтетических красителей хроматографированием в тонком слое сорбента (ТСХ).

Метод анализа жирорастворимых синтетических красителей основан на экстракции этиловым спиртом красителей из анализируемой пряности, предварительно очищенной от водорастворимых веществ, очистке экстракта твердыми сорбентами, удалении растворителя выпариванием и последующей идентификации синтетических красителей хроматографированием в тонком слое сорбента.

Идентификацию водо- и жирорастворимых синтетических 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 синтетических красителей (КО).

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

### 3.2 Условия проведения анализа

При подготовке и проведении анализа должны быть соблюдены следующие условия:

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

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.

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

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

3.3.1 Весы лабораторные с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания  $\pm 0,1$  мг и  $\pm 100$  мг по ГОСТ 24104.

3.3.2 Патрон для твердофазной экстракции.

3.3.3 Пластина для тонкослойной хроматографии с силикагелем на полимерной подложке размером  $10 \times 10$  см.

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

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

3.3.6 Микрошприц типа МШ-1 или Газохром-101 вместимостью 1,0 мм<sup>3</sup> (1 мкл) с ценой деления не более 0,02 мм<sup>3</sup> (0,02 мкл).

3.3.7 Пипетки с одной меткой вместимостью 5 см<sup>3</sup> 1-го класса точности по ГОСТ 29169.

3.3.8 Пипетки градуированные вместимостью 1, 5, 10 см<sup>3</sup> 1-го класса точности по ГОСТ 29227.

- 3.3.9 Стаканы термостойкие вместимостью 50, 200 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.
- 3.3.10 Колбы мерные с пришлифованной пробкой вместимостью 10, 25, 50 см<sup>3</sup> 1-го класса точности по ГОСТ 1770.
- 3.3.11 Колбы конические термостойкие вместимостью 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.
- 3.3.12 Пробки стеклянные с конусом 29/32 по ГОСТ 1770.
- 3.3.13 Стаканчик СВ — 14/8 по ГОСТ 25336.
- 3.3.14 Чашка выпарная круглодонная вместимостью 100 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.
- 3.3.15 Палочка стеклянная с оплавленным концом.
- 3.3.16 Термостат или водяная баня.
- 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 Стандартные синтетические красители с массовой долей красящих веществ не менее 70 % по 3.4.4.1.
- 3.3.21 Пиридин по ГОСТ 13647, ч. д. а.
- 3.3.22 Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч., ледяная, раствор массовой концентрации 10 г/дм<sup>3</sup> готовят по ГОСТ 4517.
- 3.3.23 Спирт этиловый ректифицированный технический высшего сорта по ГОСТ 18300.
- 3.3.24 Спирт изамиловый по ГОСТ 5830, ч. д. а.
- 3.3.25 Спирт изобутиловый по ГОСТ 6016, ч. д. а.
- 3.3.26 Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч. д. а., раствор массовой концентрации 250 г/дм<sup>3</sup>.
- 3.3.27 Алюминия оксид, основной pH = 9,2, зернением от 0,10 до 0,15 мм, для хроматографии, ч.
- 3.3.28 Алюминия оксид активированный кислый pH = 4,5, зернением от 0,05 до 0,15 мм, удельной поверхностью 155 м<sup>2</sup>/г для колоночной хроматографии.
- 3.3.29 Диэтиламин технический по ГОСТ 9875.
- 3.3.30 Хлороформ по ГОСТ 20015.
- 3.3.31 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
- 3.3.32 Мешалка магнитная с максимальной скоростью вращения магнитного ротора 1400 об/мин.
- 3.3.33 Центрифуга лабораторная со скоростью вращения не менее 15000 об/мин.
- 3.3.34 Воронка лабораторная типа В-36-80 ХС по ГОСТ 25336.
- 3.3.35 Фильтры бумажные, обеззоленные, «Красная лента».
- 3.3.36 Центрифужные пробирки с пробками вместимостью 10 см<sup>3</sup>.
- 3.3.37 Цилиндр мерный вместимостью 100 см<sup>3</sup>, с ценой наименьшего деления 1 см<sup>3</sup>, 1-го класса точности по ГОСТ 1770.
- 3.3.38 Ацетон по ГОСТ 2603, ч. д. а.
- 3.3.39 Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч. д. а.
- 3.3.40 Эфир этиловый уксусной кислоты по ГОСТ 22300, ч. д. а.
- 3.3.41 Углерод четыреххлористый, по ГОСТ 20288, ч. д. а.
- 3.3.42 Бензол по ГОСТ 5955, ч. д. а.
- 3.3.43 Петролейный эфир, с температурой кипения от 40 °С до 70 °С, под документу, в соответствии с которым он изготовлен и может быть идентифицирован.

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

#### 3.4 Подготовка к анализу

##### 3.4.1 Приготовление раствора аммиака массовой концентрации 125 г/дм<sup>3</sup>

В мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 10 см<sup>3</sup> по 3.3.10 вносят пипеткой по 3.3.75 см<sup>3</sup> водного аммиака по 3.3.26. Доводят объем раствора аммиака в колбе до метки дистиллированной водой по 3.3.31, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают. Раствор аммиака хранят в плотно закрытой таре при температуре от 15 °С до 25 °С не более 1 мес.

##### 3.4.2 Приготовление соляной кислоты, раствор с массовой долей 2 % в ацетоне

В мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят от 30 до 35 см<sup>3</sup> ацетона по 3.3.38 и 1 см<sup>3</sup> соляной кислоты по 3.3.39. Доводят объем раствора в колбе до метки ацетоном, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают. Приготовленный раствор хранят в плотно закрытой таре по ГОСТ 2603 (пункт 5.3) при температуре от 15 °С до 25 °С не более 1 мес.

##### 3.4.3 Приготовление элюентов

###### 3.4.3.1 Приготовление элюента 1

## ГОСТ Р 52825—2007

В мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> по 3.3.10 вносят пипетками, индивидуальными для каждого реагента, 3 см<sup>3</sup> пиридина по 3.3.21, 3 см<sup>3</sup> изоамилового спирта по 3.3.24, 3 см<sup>3</sup> изобутилового спирта по 3.3.25, 4 см<sup>3</sup> этилового ректифицированного технического спирта по 3.3.23 и 4 см<sup>3</sup> водного аммиака. Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают.

### 3.4.3.2 Приготовление элюента 2

В мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят пипетками, индивидуальными для каждого реагента, 3 см<sup>3</sup> пиридина по 3.3.21, 3 см<sup>3</sup> изоамилового спирта, 3 см<sup>3</sup> изобутилового спирта, 4 см<sup>3</sup> этилового ректифицированного технического спирта и 8 см<sup>3</sup> водного аммиака. Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают.

### 3.4.3.3 Приготовление элюента 3

В мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят пипетками, индивидуальными для каждого реагента, 6 см<sup>3</sup> дигиталамина по 3.3.29, 5 см<sup>3</sup> хлороформа по 3.3.30, 6 см<sup>3</sup> этилового ректифицированного технического спирта и 3 см<sup>3</sup> раствора аммиака массовой концентрации 125 г/дм<sup>3</sup>, приготовленного по 3.4.1. Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают.

### 3.4.3.4 Приготовление элюента 4

В мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят пипетками, индивидуальными для каждого реагента, 6 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода по 3.3.41, 2,8 см<sup>3</sup> бензола по 3.3.42, 1 см<sup>3</sup> хлороформа и 0,2 см<sup>3</sup> этилового эфира уксусной кислоты по 3.3.40. Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают.

### 3.4.3.5 Приготовление элюента 5

В мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят пипетками, индивидуальными для каждого реагента, 9 см<sup>3</sup> петролейного эфира по 3.3.43 и 1 см<sup>3</sup> этилового эфира уксусной кислоты.

### 3.4.3.6 Приготовление элюента 6

В коническую колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят пипетками, индивидуальными для каждого реагента, 5 см<sup>3</sup> петролейного эфира и 5 см<sup>3</sup> бензола.

3.4.3.7 Для идентификации водорастворимых синтетических красителей используют элюенты 1, 2 или 3. Для идентификации жирорастворимых синтетических красителей используют элюенты 4, 5 или 6.

3.4.3.8 Элюенты готовят непосредственно перед началом анализа. Не допускается повторное использование элюентов.

### 3.4.4 Приготовление растворов КО

3.4.4.1 В необходимое число стаканов, вместимостью 50 см<sup>3</sup> каждый, взвешивают на лабораторных весах по 3.3.1 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,1 мг навески стандартных синтетических красителей массой 0,025 г, в соответствии с таблицами 1 и 2.

Таблица 1 — Стандартные водорастворимые синтетические красители и их характеристика

| Наименование стандартного синтетического красителя | Индекс красителя* | Индекс пищевой добавки** | Значения $R_f^{***}$ |              |              |
|--|-------------------|--------------------------|----------------------|--------------|--------------|
|  |                   |                          | Элюент 1             | Элюент 2     | Элюент 3     |
| Тартразин  | 19140             | E102                     | 0,27                 | 0,49         | 0,37         |
| Желтый хинолиновый                                 | 47005             | E104                     | 0,74<br>0,83         | 0,51<br>0,46 | 0,47<br>0,65 |
| Желтый 2G  | 18965             | E107                     | 0,52                 | 0,65         | 0,31         |
| Желтый «солнечный закат»                           | 15985             | E110                     | 0,58                 | 0,51         | 0,64         |
| Азорубин   | 14720             | E122                     | 0,34                 | 0,49         | 0,54         |
| Понсо 4R   | 16255             | E124                     | 0,43                 | 0,42         | 0,27         |
| Красный 2G   | 18050             | E128                     | 0,49                 | 0,51         | 0,48         |
| Красный очаровательный АС                          | 16035             | E129                     | 0,50                 | 0,67         | 0,66         |
| Синий патентованный V                              | 42051             | E131                     | 0,20                 | 0,43         | 0,46         |
| Синий блестящий FCF                                | 42090             | E133                     | 0,43                 | 0,46         | 0,59         |
| Зеленый S  | 44090             | E142                     | 0,16                 | 0,54         | 0,55         |
| Зеленый прочный FSF                                | 42053             | E143                     | 0,43                 | 0,37         | 0,39         |

Окончание таблицы 1

| Наименование стандартного синтетического красителя | Индекс красителя* | Индекс пищевой добавки** | Значения $R_f^{***}$ |               |               |
|--|-------------------|--------------------------|----------------------|---------------|---------------|
|  |                   |                          | Элюент 1             | Элюент 2      | Элюент 3      |
| Черный блестящий РН                                | 28440             | E151                     | 0,25                 | 0,62          | 0,40          |
| Хризоин S (Тропеолин 0)                            | 14270             | E103                     | 0,61                 | 0,54          | 0,58          |
| Амарант  | 16185             | E123                     | 0,29                 | 0,41          | 0,43          |
| Оранжевый II (Тропеолин 000-1)                     | 15510             | —                        | 0,75                 | 0,76          | 0,79          |
| Эритрозин  | 45430             | E127                     | 0,70;<br>0,62        | 0,63;<br>0,60 | 0,84;<br>0,34 |

\* Индекс красителя в соответствии с Международной классификацией.

\*\* Индекс красителя в соответствии с Европейской цифровой системой кодификации пищевых добавок.

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

Таблица 2 — Стандартные жирорастворимые синтетические красители и их характеристика

| Наименование стандартного синтетического красителя | Индекс красителя | Индекс пищевой добавки | Значения $R_f$ |          |          |
|--|------------------|------------------------|----------------|----------|----------|
|  |                  |                        | Элюент 4       | Элюент 5 | Элюент 6 |
| Судан I  | 12055            | —                      | 0,58           | 0,59     | 0,41     |
| Судан II   | 12140            | —                      | 0,56           | 0,61     | 0,37     |
| Судан III  | 26100            | —                      | 0,51           | 0,46     | 0,29     |
| Судан IV   | 26105            | —                      | 0,53           | 0,51     | 0,34     |
| Судан G  | 11920            | —                      | 0,65           | 0,72     | 0,40     |
| Цитрусовый красный                                 | 12156            | E121                   | 0,31           | 0,23     | 0,12     |

3.4.4.2 В каждый стакан с навеской стандартного водорастворимого синтетического красителя, подготовленного по 3.4.4.1, прибавляют 5 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и перемешивают стеклянной палочкой по 3.3.15 до полного растворения. Для интенсификации растворения допускается нагревание раствора в стакане на водяной бане по 3.3.16 до температуры не более 90 °С. Затем раствор охлаждают до 20 °С, переносят количественно 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.

Полученный раствор КО хранят в склянке из темного стекла с завинчивающейся пробкой при комнатной температуре не более 6 мес.

3.4.4.3 В каждый стакан с навеской стандартного жирорастворимого синтетического красителя, подготовленного по 3.4.4.1, прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора, приготовленного по 3.4.2, и перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения. Затем раствор переносят количественно в мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 25 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора в колбе до метки раствором по 3.4.2, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Приготовленный раствор КО хранят в склянке из темного стекла с притертой пробкой при комнатной температуре не более 1 мес.

Растворы, приготовленные по 3.4.4.2 и 3.4.4.3, используют для получения хроматографических карт.

#### 3.4.5 Отбор проб

Отбор проб пряностей — по ГОСТ 28876.

3.4.6 Извлечение водорастворимых синтетических красителей из анализируемой пряности методом твердофазной экстракции

3.4.6.1 Приготовление водного экстракта пряности

В стакане вместимостью 200 см<sup>3</sup> по 3.3.9 взвешивают на лабораторных весах с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания  $\pm$  100 мг от 5 до 10 г анализируемой пряности. Затем в стакан мерным цилиндром по 3.3.37 прибавляют дистиллированную воду из расчета не менее 12 см<sup>3</sup> на 1 г пряности и перемешивают стеклянной палочкой. Затем содержимое стакана перемешивают на магнитной мешалке по 3.3.32 в течение 30 мин. В целях предотвращения образования устойчивых эмульсий следует избегать интенсивного перемешивания.

Полученную смесь переносят в центрифужные пробирки по 3.3.36, закрывают пробками, центрифугируют со скоростью не менее 4500 об/мин в течение 15 мин на центрифуге по 3.3.33. После окончания центрифугирования декантируют экстракт в коническую колбу по 3.3.11 вместимостью 250 см<sup>3</sup>. В центрифужные пробирки прибавляют дистиллированную воду из расчета 5 см<sup>3</sup> на 1 г пряности, перемешивают стеклянной палочкой, закрывают пробками и центрифугируют со скоростью не менее 4500 об/мин в течение 15 мин. После окончания центрифугирования декантируют промывной раствор в коническую колбу с экстрактом. Для полного удаления взвешенных частиц водный экстракт пряности необходимо профильтровать через бумажный фильтр по 3.3.35, помещенный в стеклянную воронку по 3.3.34. Срок хранения водного экстракта пряности в колбе с притертой пробкой при температуре от 4 °С до 6 °С не более суток. Оставшийся осадок пряности сохраняют для извлечения жирорастворимых синтетических красителей.

#### 3.4.6.2 Подготовка патрона для предварительной очистки водного экстракта пряности от примесей

Медицинским шприцем по 3.3.5 набирают от 10 до 20 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, соединяют шприц с патроном для твердофазной экстракции по 3.3.2, заполненным оксидом алюминия по 3.3.27. Патрон промывают со скоростью от 20 до 30 капель дистиллированной воды в минуту. Объем пропускаемый через патрон дистиллированной воды должен быть не менее 25 см<sup>3</sup>. Затем патрон отсоединяют от шприца.

#### 3.4.6.3 Предварительная очистка водного экстракта пряности от примесей

Мерным цилиндром отмеряют 40 см<sup>3</sup> водного экстракта, полученного по 3.4.6.1, и наливают в стаканчик вместимостью 50 см<sup>3</sup>. Медицинским шприцем набирают 10 см<sup>3</sup> водного экстракта пряности и соединяют шприц с патроном, подготовленным по 3.4.6.2. Необходимо использовать для каждого 10 см<sup>3</sup> водного экстракта пряности один патрон. Пропускают водный экстракт пряности через патрон по одной капле со скоростью от 20 до 30 капель в минуту. После этого промывают каждый патрон 3 см<sup>3</sup> дистиллированной воды по одной капле со скоростью от 20 до 30 капель в минуту. Собирают очищенный водный экстракт пряности и промывной раствор, прошедшие через патроны, в колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

#### 3.4.6.4 Подготовка патрона для твердофазной экстракции синтетических красителей

Медицинским шприцем набирают от 10 до 20 см<sup>3</sup> раствора ледяной уксусной кислоты массовой концентрации 10 г/дм<sup>3</sup> по 3.3.22, соединяют шприц с патроном для твердофазной экстракции, заполненным оксидом алюминия по 3.3.28. Патрон промывают со скоростью от 10 до 20 капель раствором ледяной уксусной кислоты массовой концентрации 10 г/дм<sup>3</sup> в минуту. Объем пропускаемого через патрон раствора ледяной уксусной кислоты массовой концентрации 10 г/дм<sup>3</sup> должен быть не менее 25 см<sup>3</sup>. Затем патрон отсоединяют от шприца.

#### 3.4.6.5 Сорбция синтетических красителей из очищенного водного экстракта пряности

В очищенный водный экстракт пряности, полученный по 3.4.6.3, вносят пипеткой по 3.3.8 0,5 см<sup>3</sup> ледяной уксусной кислоты по 3.3.22 и перемешивают стеклянной палочкой. В случае помутнения водного экстракта пряности его необходимо центрифугировать со скоростью не менее 7500 об/мин в течение 15 мин. Медицинским шприцем набирают по 10 см<sup>3</sup> водного экстракта пряности и соединяют шприц с патроном, подготовленным по 3.4.6.4. Пропускают водный экстракт пряности через патрон по одной капле со скоростью от 10 до 20 капель в минуту. По достижении уровня окрашенного слоя основания патрона водный экстракт пряности пропускают через второй патрон. При необходимости используют от одного до пяти патронов, подготовленных по 3.4.6.4. После этого промывают каждый патрон с сорбированным синтетическим красителем 25 см<sup>3</sup> раствора ледяной уксусной кислоты массовой концентрации 10 г/дм<sup>3</sup> и затем 3 см<sup>3</sup> дистиллированной воды по одной капле со скоростью от 10 до 20 капель в минуту.

#### 3.4.6.6 Десорбция синтетических красителей из патронов водным амиаком

Медицинским шприцем набирают 10 см<sup>3</sup> водного амиака по 3.3.26 и соединяют шприц с патроном по 3.4.6.5. Пропускают водный амиак через патрон по одной капле со скоростью от 10 до 20 капель в минуту. Элюят (раствор водного амиака, пропущенный через патрон) собирают в выпарную чашку по 3.3.14 и выпаривают досуха на водяной бане с температурой от 80 °С до 90 °С. Сразу после испарения раствора амиака чашку с сухим остатком охлаждают. Сухой остаток растворяют в чашке, добавляя пипеткой от 0,5 до 1,0 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

### 3.4.7 Извлечение жирорастворимых синтетических красителей из анализируемой пряности

#### 3.4.7.1 Приготовление спиртового экстракта пряности

Осадок анализируемой пряности, полученный по 3.4.6.1, количественно переносят из центрифужных пробирок в стакан вместимостью 200 см<sup>3</sup>, порциями приливая этиловый спирт из расчета 10 см<sup>3</sup> на 1 г пряности. Затем содержимое стакана перемешивают на магнитной мешалке в течение 120 мин. В целях предотвращения образования устойчивых эмульсий следует избегать интенсивного перемешивания. Полученную смесь переносят в центрифужные пробирки, закрывают пробками, центрифицируют со скоростью не менее 6500 об/мин в течение 15 мин. После окончания центрифугирования декантируют раствор в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. В центрифужные пробирки наливают этиловый спирт из расчета 5 см<sup>3</sup> на 1 г пряности, перемешивают стеклянной палочкой, закрывают пробками и центрифицируют со скоростью не менее 6500 об/мин в течение 15 мин. После окончания центрифугирования декантируют промывной раствор в колбу со спиртовым экстрактом пряности.

#### 3.4.7.2 Очистка спиртового экстракта пряности

В стакане вместимостью 200 см<sup>3</sup> взвешивают на лабораторных весах с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 100 мг 4 г оксида алюминия по 3.3.27. Цилиндром отмеряют 40 см<sup>3</sup> спиртового экстракта пряности, полученного по 3.4.7.1, наливают в стаканчик с оксидом алюминия и перемешивают стеклянной палочкой. Содержимое стакана перемешивают на магнитной мешалке в течение 30 мин. В целях предотвращения образования устойчивых эмульсий следует избегать интенсивного перемешивания.

Полученную смесь наливают в центрифужные пробирки, закрывают пробками, центрифицируют со скоростью не менее 4500 об/мин в течение 15 мин. После окончания центрифугирования декантируют спиртовой экстракт пряности в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. В центрифужные пробирки наливают этиловый спирт из расчета 2,5 см<sup>3</sup> на 1 г оксида алюминия, перемешивают стеклянной палочкой, закрывают пробками и центрифицируют со скоростью не менее 4500 об/мин в течение 15 мин. После окончания центрифугирования декантируют раствор в коническую колбу с очищенным спиртовым экстрактом пряности. Для полного удаления взвешенных частиц спиртовой экстракт пряности необходимо профильтровать через бумажный фильтр, помещенный в стеклянную воронку. Срок хранения спиртового экстракта пряности в колбе с притертой крышкой при температуре от 4 °С до 6 °С не более 48 ч.

3.4.7.3 Спиртовой экстракт, полученный по 3.4.7.2, наливают в выпарную чашку и выпаривают досуха на водяной бане с температурой от 80 °С до 90 °С. Сразу после испарения раствора этилового спирта чашку с сухим остатком охлаждают. Сухой остаток растворяют в чашке, добавляя пипеткой от 0,5 до 1,0 см<sup>3</sup> раствора, приготовленного по 3.4.2. Количественно переносят раствор в стаканчик по 3.3.13 и закрывают крышкой.

#### 3.4.8 Подготовка хроматографической камеры

В хроматографическую камеру по 3.3.4 вносят элюент 1, приготовленный по 3.4.3.1, в количестве, необходимом для погружения хроматографической пластины наглубину 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 по 3.3.3 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 Проведение анализа

##### 3.5.1 Получение и обработка хроматографических карт КО

На пластину, подготовленную по 3.4.9, микрошприцем по 3.3.6 наносят на линию старта в несколько приемов с промежуточным подсушиванием на воздухе 0,5 мм<sup>3</sup> каждого раствора КО, полученного по 3.4.4.2. После нанесения раствора 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 1 линии границы элюента. По окончании элюирования пластину вынимают пинцетом по 3.3.19 и подсушивают.

Аналогично получают хроматографические карты с использованием элюентов 2 и 3.

Аналогично получают хроматографические карты для КО, полученных по 3.4.4.3, с использованием элюентов 4, 5 и 6.

Линейкой по 3.3.20 измеряют расстояние от центра каждого пятна стандартного синтетического красителя и линии миграции элюента до линии старта.

Значение  $R_f$ , стандартного синтетического красителя вычисляют по формуле

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

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

$l_a$  — расстояние от линии миграции элюента до линии старта, см.

### 3.5.2 Обнаружение водорастворимых синтетических красителей

На хроматографическую пластину, подготовленную по 3.4.9, шириной 10 см микрошприцем наносят на линию старта в несколько приемов с промежуточным подсушиванием на воздухе от 0,3 до 1,0  $\text{мм}^3$  раствора КО (или нескольких КО отдельно), приготовленных по 3.4.4.2, и от 0,5 до 3,0  $\text{мм}^3$  раствора, полученного по 3.4.6.6. 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.

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

Если на полученных хроматограммах присутствует хотя бы одно окрашенное пятно выше линии старта, делают заключение о наличии водорастворимого синтетического красителя в анализируемой пряности.

Значение  $R'_f$ , обнаруженного водорастворимого синтетического красителя рассчитывают по 3.5.4.

### 3.5.3 Обнаружение жирорастворимых синтетических красителей

На хроматографическую пластину, подготовленную по 3.4.9, шириной 10 см микрошприцем наносят на линию старта в несколько приемов с промежуточным подсушиванием на воздухе от 0,3 до 1,0  $\text{мм}^3$  раствора КО (или нескольких КО отдельно), приготовленных по 3.4.4.3, и от 1,0 до 3,0  $\text{мм}^3$  раствора, полученного по 3.4.7.3. Процесс хроматографирования жирорастворимых синтетических красителей проводят по 3.5.1 с использованием элюента 4 вместо элюента 1.

При отсутствии разделения пятен синтетических красителей на хроматограмме анализ повторяют, используя элюент 5 или 6.

Если на полученных хроматограммах присутствует хотя бы одно окрашенное пятно выше линии старта, делают заключение о наличии жирорастворимого синтетического красителя в анализируемой пряности.

Значение  $R'_f$ , обнаруженного жирорастворимого синтетического красителя рассчитывают по 3.5.4.

### 3.5.4 Обработка хроматографических карт с обнаруженными синтетическими красителями

Линейкой по 3.3.20 измеряют расстояние от центра каждого пятна обнаруженного синтетического красителя и линии миграции элюента до линии старта.

Значение  $R'_f$ , обнаруженного синтетического красителя вычисляют по формуле

$$R'_f = \frac{l_a}{l_b}, \quad (2)$$

где  $l_a$  — расстояние от центра пятна обнаруженного синтетического красителя до линии старта, см;

$l_b$  — расстояние от линии миграции элюента до линии старта, см.

### 3.5.5 Идентификация водо- и жирорастворимых синтетических красителей

Визуально сравнивают цвет и положение пятен обнаруженных водо- и жирорастворимых синтетических красителей на пластинах по 3.5.2 и 3.5.3 с хроматографическими картами, полученными по 3.5.1.

При совпадении цвета и положения хотя бы одного из пятен обнаруженных красителей с одним из пятен КО идентифицируют обнаруженные водо- и жирорастворимые синтетические красители, сравнивая значения  $R'_f$ , рассчитанных по 3.5.4, со значениями  $R_f$  КО, приведенных в таблицах 1 и 2.

УДК 663/664:667.28:006.354

ОКС 67.180.10

Н09

Ключевые слова: пищевые продукты, пряности, водо- и жирорастворимые синтетические красители, обнаружение и идентификация синтетических красителей, метод тонкослойной хроматографии

---

Редактор *Л.В. Коротникова*  
Технический редактор *В.Н. Прусакова*  
Корректор *Т.И. Кононенко*  
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 06.06.2008. Подписано в печать 07.07.2008. Формат 60 × 84  $\frac{1}{16}$ . Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.  
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,10. Тираж 553 экз. Зак. 871.

---

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.