

ОПРЕДЕЛЕНИЕ **КОНСЕРВАНТОВ И КРАСИТЕЛЕЙ** В МОЛОКЕ
И МОЛОЧНОЙ ПРОДУКЦИИГОСТ 31504-2012
ПУ 33-2011
(Редакция 2013 г.)**ВВЕДЕНИЕ**

ГОСТ 31504-2012 «Молоко и молочная продукция. Определение содержания консервантов и красителей методом высокоэффективной жидкостной хроматографии» устанавливает метод определения консервантов (бензойной, сорбиновой кислот и их солей) и синтетических красителей (азорубина E122, желтого «Солнечного заката» E110, индигокармина E132, понсо 4R E124, тартразина E102). Данный стандарт входит в Перечень стандартов ТР ТС 033/2013. Практические рекомендации предназначены для выполнения ГОСТ 31504-2012 с использованием модульного жидкостного хроматографа «ЛЮМАХРОМ®» со спектрофотометрическим детектором.

МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод измерений основан на извлечении консервантов и синтетических красителей из анализируемой пробы, их качественном и количественном определении методом ВЭЖХ с применением обращенно-фазовой колонки и спектрофотометрического детектора.

Ориентировочное время подготовки пробы для определения консервантов – 15 минут, красителей – 20 минут. Продолжительность хроматографического анализа при определении содержания консервантов – 15 минут, красителей – 5–25 минут.

ДИАПАЗОН ИЗМЕРЕНИЙ

Консерванты	Диапазон измерений массовой доли, млн^{-1} (мг/кг)
Бензойная кислота	50–2000
Сорбиновая кислота	1–1000
Синтетические красители (Е-индекс)	Диапазон измерений массовой концентрации, мг/л (мг/кг)
Азорубин (E122)	10–200
Желтый «Солнечный закат» (E110)	
Индигокармин (E132)	
Понсо 4R (E124)	
Тартразин (E102)	

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ ДЛЯ АНАЛИЗА

При выполнении измерений применяют следующее оборудование и реактивы:

- жидкостный хроматограф «ЛЮМАХРОМ®» со спектрофотометрическим детектором;
- хроматографическая колонка с предколонкой, заполненные обращенно-фазным сорбентом, например, «Alltima® C18», «Диасфер® C18»;
- баня ультразвуковая;
- центрифуга лабораторная, со скоростью вращения не менее 5000 об/мин;
- рН метр;
- ацетонитрил для ВЭЖХ, ос.ч.;
- аммония ацетат, х.ч.;
- гексадецилтриметиламмония бромид (цетилтриметиламмония бромид, ЦТАБ), х.ч.;
- калия гексацианоферрат (II), 3-водный, х.ч.;
- кислота уксусная, х.ч.;
- натрия дигидрофосфат, х.ч.;
- цинка ацетат, 2-водный, х.ч.;
- спирт этиловый ректифицированный;
- натрия бензоат, ч.;
- калия сорбат, имп. или кислота сорбиновая, ч.;
- образцы синтетических пищевых красителей.

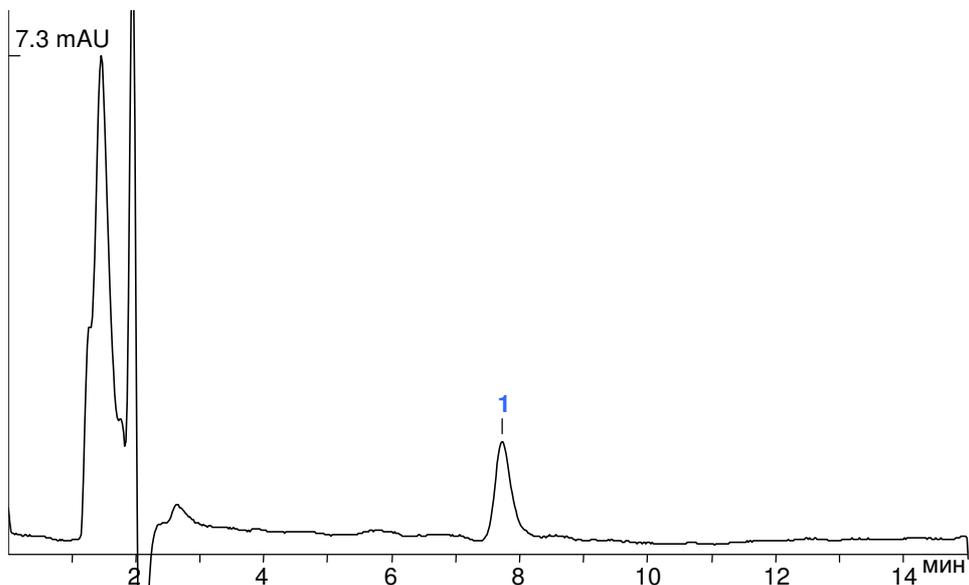
Сбор, обработку и вывод данных осуществляют с помощью персонального компьютера с операционной системой не ниже «Windows® XP/7/8», на котором установлена программа сбора и обработки хроматографических данных «МультиХром® для Windows®».



ПРИМЕРЫ АНАЛИЗА

Проба: молочный
коктейль

Найдено:
1 – сорбиновая
кислота (7 мг/кг)

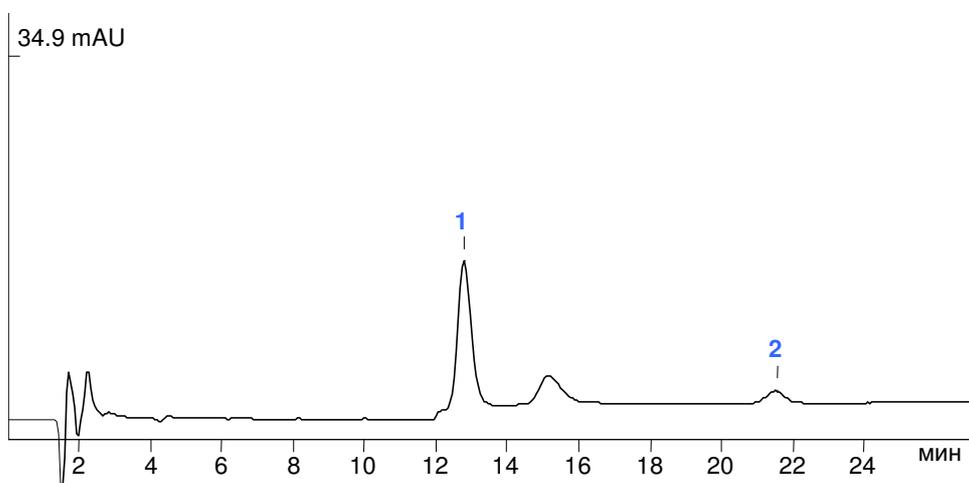


УСЛОВИЯ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Колонка: «Alltima® C18» (120x2,1 мм, 5 мкм)
Элюент: ацетонитрил – ацетатный буферный раствор , 200 мкл/мин
Объем дозируемой пробы: 10 мкл
Детектирование: фотометрическое

Проба: мороженое

Найдено:
1 – тартразин (98 мг/кг)
2 – понсо 4R (10 мг/кг)



УСЛОВИЯ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Колонка: Кромасил® C18 (150x2,1 мм, 5 мкм)
Элюент: ацетонитрил – буферный раствор с ион-парной добавкой (ЦТАБ),
200 мкл/мин
Объем дозируемой пробы: 10 мкл
Детектирование: фотометрическое

Вся информация в данной листовке является справочной. По вопросу получения более подробной информации следует обращаться к разработчику ПУ и хроматографа «ЛЮМАХРОМ» – Группе компаний «ЛЮМЭКС».

Центральный офис «ЛЮМЭКС»: Тел./факс (812) 335-03-36 E-mail: methodists@lumex.ru
Почтовый адрес: 190000, г. Санкт-Петербург, ВОХ 1234