



ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНСЕРВАНТОВ И КРАСИТЕЛЕЙ В МОЛОКЕ И МОЛОЧНОЙ ПРОДУКЦИИ

ГОСТ 31504-2012

ПУ 33-2011

(Редакция 2013 г.)

ВВЕДЕНИЕ

Специалистами Группы компаний «ЛЮМЭК» разработаны практические рекомендации для модульного жидкостного хроматографа «ЛЮМАХРОМ®» по реализации ГОСТ 31504-2012 «Молоко и молочная продукция. Определение содержания консервантов и красителей методом высокоэффективной жидкостной хроматографии». Данный стандарт включен в перечни стандартов технических регламентов:

- ТР ТС 021/2011 «О безопасности пищевой продукции»;
- ТР ТС 029/2012 «Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов и технологических вспомогательных средств»;
- ТР ТС 033/2013 «О безопасности молока и молочной продукции».

МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод измерений основан на извлечении консервантов и синтетических красителей из анализируемой пробы, их качественном и количественном определении методом обращенно-фазовой ВЭЖХ с детектированием при длинах волн 210 (красители) и 235 нм (консерванты).

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 (Е122) | 10–200 |
| Желтый «Солнечный закат» (Е110) | |
| Индигокармин (Е132) | |
| Понсо 4R (Е124) | |
| Тартразин (Е102) | |

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

При выполнении измерений применяют следующее оборудование и реактивы:

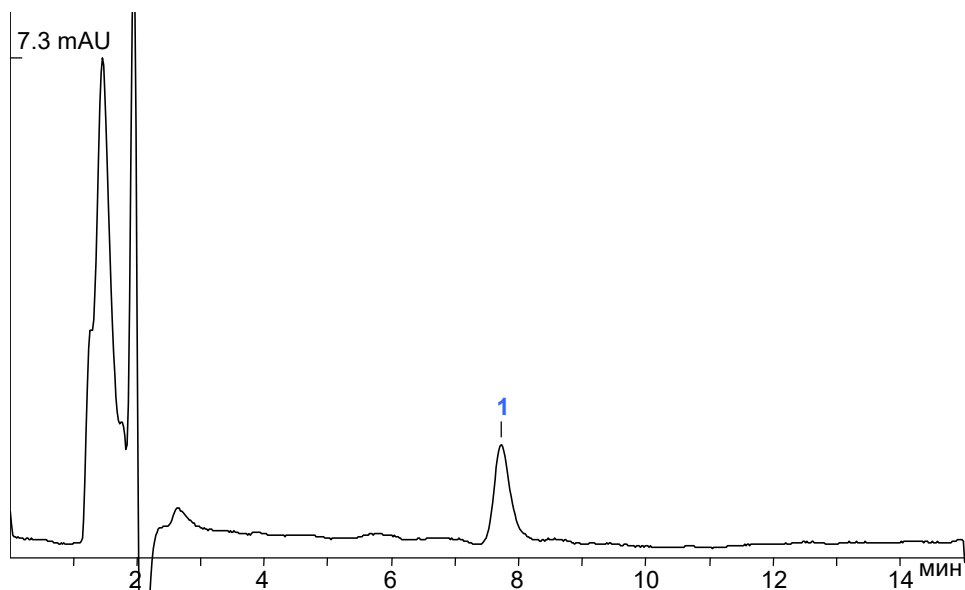
- жидкостный хроматограф «ЛЮМАХРОМ®» со спектрофотометрическим детектором;
- хроматографическая колонка с предколонкой, заполненные обращенно-фазным сорбентом;
- баня ультразвуковая;
- центрифуга лабораторная, со скоростью вращения не менее 5000 об/мин;
- рН метр;
- ацетонитрил для ВЭЖХ, ос.ч.;
- аммония 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 хроматографических данных осуществляют с помощью персонального компьютера с операционной системой не ниже Windows® 7/8/10, на котором установлена программа сбора и обработки хроматографических данных «МультиХром® для Windows».

ПРИМЕРЫ АНАЛИЗА

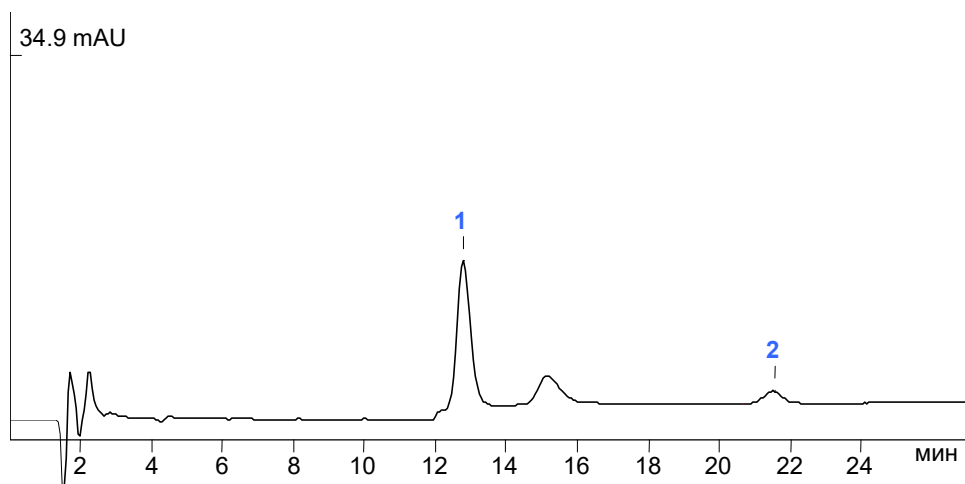
Проба: молочный
коктейль
Найдено:
1 – сорбиновая
кислота (7 мг/кг)



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 (235 нм)

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 (210 нм)

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