
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

© Стандартиформ, 2015

В Российской Федерации 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

II

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

Издание официальное

1

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 18300–87¹ 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 воздухаот 20 °С до 25 °С;

¹ На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878–2013.

- относительная влажность воздухаот 40 % до 90 %;
- напряжение в электросети 220^{+10%}_{-3%} В;
- частота тока в электросетиот 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, посуда, 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 м²/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 см³.

Микрошприц вместимостью 1,0 мм³ с ценой деления не более 0,02 мм³.

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/дм³; 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 см³ вносят пипетками, индивидуальными для каждого реактива, 3 см³ пиридина, 3 см³ изоамилового спирта, 3 см³ изобутилового спирта, 4 см³ этилового ректификованного технического спирта и 4 см³ водного аммиака. Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают.

7.2.1.2 Приготовление элюента 2

В колбу вместимостью 50 см³ вносят пипетками, индивидуальными для каждого реактива, 3 см³ пиридина, 3 см³ изоамилового спирта, 3 см³ изобутилового спирта, 4 см³ этилового ректификованного технического спирта и 8 см³ водного аммиака. Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают.

7.2.1.3 Приготовление элюента 3

В колбу вместимостью 50 см³ вносят пипетками, индивидуальными для каждого реактива, 6 см³ диэтиламина, 5 см³ хлороформа, 6 см³ этилового ректификованного технического спирта, 3 см³ раствора водного аммиака и 3 см³ дистиллированной воды. Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают.

7.2.1.4 Приготовление элюента 4 (для красителя Зеленый S)

В колбу вместимостью 50 см³ вносят пипетками, индивидуальными для каждого реактива, 6 см³ бутанола-1, 3 см³ этилового ректификованного технического спирта, 3 см³ пиридина и 6 см³ дистиллированной воды. Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают.

7.2.1.5 Приготовление элюента 5

В колбу вместимостью 100 см³ вносят пипеткой 1,4 см³ водного аммиака, 8,8 см³ дистиллированной воды и отмеряют цилиндром 40 см³ 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 см³ отмеряют цилиндром 50 см³ этилового спирта и 50 см³ 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 см³ отмеряют цилиндром 50 см³ ацетона и 25 см³ 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 см³ 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 см³, 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/дм³, 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 ($V_{КО} = 100 \text{ см}^3$), см³;

10^{-3} – коэффициент пересчета см³ в дм³.

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 см³ 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 см³ 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 см³ 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 см³ 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 см³ 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 см³ 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 см³. Затем патрон отсоединяют от шприца.

В случае использования оксида алюминия патрон дополнительно промывают раствором ледяной уксусной кислоты массовой концентрации 10 г/дм³. Объем пропускаемого через патрон раствора ледяной уксусной кислоты должен быть не менее 25 см³.

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

Наименование синтетического красителя	Индекс	Сорбент
Азокрасители		
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	
Триарилметановые красители		
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
Хинолиновый краситель		
13 Желтый хинолиновый	E104	Оксид алюминия, Полиамид
Ксантеновый краситель		
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 см³ 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 см³ раствора ледяной уксусной кислоты массовой концентрации 10 г/дм³ 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 см³ 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 см³ 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 мм³ 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 мм³ раствора КО (или нескольких КО отдельно), приготовленных по 7.2.4.2, и от 0,5 до 3,0 мм³ 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 0,83	0,51 0,46	0,47 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; 0,62	0,63; 0,60	0,84; 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 см³ пипеткой вносят по 50 см³ 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/дм³, 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/дм³, приготовленного по 7.2.4;

$V_{к}$ – объем раствора КО индивидуального красителя по 7.2.4, см³, $V_{к} = 50$ см³;

V – объем раствора КО смесевых красителей, см³, $V = 500$ см³.

8.2.1.2 Приготовление раствора Б

Пипеткой отбирают 25 см³ раствора А, приготовленного по 8.2.1.1, и переносят в мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 50 см³. 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/дм³, 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/дм³;
2 – коэффициент разведения.

8.2.1.3 Приготовление раствора В

Пипеткой отбирают 25 см³ раствора Б, приготовленного по 8.2.1.2, и переносят в мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 50 см³. 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/дм³, 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/дм³;
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 мм³ растворов реперов (растворы Б и В), приготовленных по 8.2.1, и от 0,5 до 3,0 мм³ 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 смесового красителя, полученного нанесением на пластину раствора Б, $m_{Б}$, мкг, вычисляют по формуле

$$m_{Б} = C_{К1} V_{Б}, \quad (8)$$

где $C_{К1}$ – массовая концентрация красящего вещества каждого индивидуального красителя в полученном растворе Б по 8.2.1.2, мкг/мм³;
 $V_{Б}$ – объем раствора Б, нанесенного на пластину ТСХ по 8.2.2, мм³.

Массу каждого синтетического красителя в пятне репера (свидетеля) КО смесового красителя, полученного нанесением на пластину раствора В, $m_{В}$, мкг, вычисляют по формуле

$$m_{В} = C_{К2} V_{В}, \quad (9)$$

где $C_{К2}$ – массовая концентрация красящего вещества каждого индивидуального красителя в полученном растворе В по 8.2.1.3, мкг/мм³;
 $V_{В}$ – объем раствора В, нанесенного на пластину ТСХ по 8.2.2, мм³.

Значения массы каждого красителя в пятне репера (свидетеля) КО смесового 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, см³;

V_2 – объем анализируемого раствора красителя, нанесенного на пластину ТСХ по 8.2.2, мм³;

10^{-3} – коэффициент пересчета мм³ в см³;

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, %;

δ – 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 δ 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 воздухаот 10 °С до 35 °С;
- атмосферное давлениеот 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.);
- относительная влажность воздухаот 40 % до 95 %;
- напряжение в сети 220^{+10%}_{-15%} 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.

Электроплитка 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 ± 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/дм³ 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/дм³ готовят по ГОСТ 4919.2 (таблица 1, пункт 2, графа при приготовлении исходного раствора) с дополнением: 2,722 г полученного препарата растворяют в дистиллированной воде в колбе вместимостью 100 см³ 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 см³ разбавлением 32,0 см³ раствора 1 и 18 см³ раствора 2 дистиллированной водой до объема 100 см³.

А.4.3 Приготовление КО стандартных красителей

В стаканчике вместимостью 50 см³ 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 см³ 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 пришлифованной пробкой) вместимостью 250 см³, доводят объем раствора в колбе тем же растворителем, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают (раствор А).

Пипеткой отбирают 10 см³ раствора А и переносят в мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 100 см³. Доводят объем раствора в колбе до метки тем же растворителем, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают (раствор Б).

Пипеткой отбирают 10 см³ раствора Б и переносят в мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 100 см³. 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 см³ отмеряют цилиндром 52 см³ этилового спирта и 48 см³ 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

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

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, см³; $V = 250$ см³;

V_1 – объем раствора Б по А.4.3, см³; $V_1 = 100$ см³;

V_3 – объем раствора В по А.4.3, см³; $V_3 = 100$ см³;

$E_{1\text{см}}^{1\%}$ – 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, %⁻¹ · см⁻¹;

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), см³; $V_2 = 10$ см³;

V_4 – объем раствора Б, взятого на приготовление раствора В (см. А.4.3), см^3 ; $V_4 = 10 \text{ см}^3$;

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

А.7 Контроль точности результатов измерений

За окончательный результат измерений принимают средневзвешенное 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 Стандартного красителя	Номер красителя*	Индекс пищевой добавки**	Содержание основного красящего вещества, %, 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^{1/8}.

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