

ИССЛЕДОВАНИЕ МАТЕРИАЛОВ, РАЗРАБОТКА И ПРОИЗВОДСТВО СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

MATERIAL ANALYSIS, DEVELOPMENT AND PRODUCTION OF REFERENCE MATERIALS

Статья поступила в редакцию 14.03.2016,
доработана 20.07.2016

УДК 006.9:53.089.68:667.275
DOI 10.20915/2077-1177-2016-0-3-12-20

РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА ПИЩЕВЫХ КРАСИТЕЛЕЙ

Кулёв Д. Х., Бессонов В.В., Николаев А. Г., Рудометова Н. В.

Актуальность исследования. Для повышения безопасности и качества пищевых продуктов, пищевых добавок и других микроингредиентов, а также решения вопросов импортозамещения требуется стандартный образец состава пищевых красителей, имеющий установленные метрологические характеристики, включающие в себя аттестованное значение и границу погрешности.

Цель работы: разработка стандартного образца состава синтетических пищевых красителей, наиболее часто используемых в пищевых технологиях (тартразин E 102, желтый хинолиновый E104, азорубин E122 и понсо 4R E124), на содержание основного вещества и токсичных элементов.

Методы исследования. Определение массовой доли красящего вещества в образцах проводили методом спектрофотометрии по ГОСТ 32050–2013, подготовку проб красителей для определения токсичных элементов выполняли согласно ГОСТ 26929–94, содержание свинца (Pb) и кадмия (Cd) определяли атомно-абсорбционным методом по ГОСТ 30178–96, мышьяка (As) – методом колориметрии по ГОСТ 26930–94, ртути (Hg) – методом беспламенной атомной абсорбции по МУ № 5178–90, однородность и срок годности – в соответствии с РМГ 93–2009, ГОСТ 8.531–2002 и Р 50.2.031–2003.

Результаты. По результатам исследований разработаны стандартные образцы состава четырех пищевых красителей: тартразин (E102), хинолиновый желтый (E104), азорубин (E122), понсо 4R (E124), метрологические характеристики которых приведены в статье.

Ключевые слова: стандартные образцы, пищевые красители, тартразин, желтый хинолин, азорубин, понсо, основное красящее вещество, токсичные элементы, свинец, мышьяк, кадмий, ртуть.

✓ **Ссылка при цитировании:** Разработка стандартных образцов состава пищевых красителей / Д.Х. Кулёв [и др.] // Стандартные образцы. 2016. № 3. С. 12–20. DOI 10.20915/2077-1177-2016-0-3-12-20.

Авторы:**КУЛЁВ Д.Х.**

Зам. директора по научной работе ФГБНУ ВНИИПД,
д-р техн. наук,
Российская Федерация, 191104, г. Санкт-Петербург,
Литейный пр-т, 55
Тел.: 8 (812) 273-61-49
E-mail: dkulyov@inbox.ru

БЕССОНОВ В.В.

Заведующий лабораторией химии пищевых продуктов
ФГБНУ НИИ питания, д-р биол. наук
Российская Федерация, 109240, г. Москва,
Устьинский проезд, 2/14
Тел.: 8 (495) -57-36
E-mail: bessonov@ion.ru

НИКОЛАЕВ А.Г.

Зав. лабораторией техники и технологии
переработки продуктов биосинтеза ФГБНУ ВНИИПД,
канд. хим. наук
E-mail: vniipakk55@mail.ru

РУДОМЕТОВА Н.В.

Заведующий лабораторией пищевых ароматизаторов
и красителей ФГБНУ ВНИИПД,
канд. хим. наук
E-mail: natrudjob@mail.ru

Введение

Пищевые красители выполняют важную роль в производстве пищевой продукции, придавая необходимую окраску и оттенки различным видам кондитерских изделий, напиткам, йогуртам, мороженому, фаршевым, колбасным и другим видам продукции.

Вместе с тем недобросовестные производители пищевой продукции нередко используют в корыстных целях или по «незнанию» запрещенные красители, которые наиболее дешевы и наиболее доступны. Дозировки красителей также часто нарушаются и не отвечают требуемым нормативам ТР ТС 029/2012 [1]. То есть существует высокая вероятность поступления в продажу опасной и некачественной пищевой продукции.

Собственного производства пищевых красителей Россия не имеет. Используются красители различных зарубежных фирм, в частности индийских, китайских, английских и др. Поступающие из-за рубежа промышленные партии красителей не всегда соответствуют

по показателям безопасности и качества заявленным характеристикам в спецификациях и сертификатах. Контролирующим безопасностью и качеством продукции органам, аккредитованным и исследовательским лабораториям, службам метрологии требуются стандартные образцы состава красителей. Они необходимы и в реализации Федерального закона № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» [2].

На данный момент в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов Российской Федерации имеются шесть типов стандартных образцов утвержденных типов (ГСО) состава веществ (табл. 1), одинаковых по наименованию основного вещества с наименованиями веществ, указанных в ТР ТС 029/2012 [1]. Указанные шесть типов ГСО имеют область применения «металлургическая промышленность» и могут быть использованы для градуировки средств измерений, аттестации методик измерений. Стандартные образцы (СО) состава пищевых красителей

Таблица 1

Перечень стандартных образцов веществ, имеющих в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов [14]

Наименование пищевых добавок в соответствии с ТР ТС 029/2012 [1]	Стандартный образец утвержденного типа
Карбонат кальция E170	ГСО 8820–2003 СО состава карбоната кальция (13–12–88)
Диоксид титана E171	ГСО 7011–93 СО состава диоксида титана (комплект СО 58–65)
Оксиды и гидроксиды железа E172	ГСО 6507–92 СО состава оксида железа (III) типа МР-1 (Р26)
Серебро E174	ГСО 7817–2000 СО состава серебра (комплект СН)
Золото E175	ГСО 8723–2005 СО состава золота (комплект Зл-25) ГСО 8724–2005 СО состава золота (комплект Зл-17)

с соответствующими аттестованными характеристиками, пригодных для контроля точности результатов измерений соответствующих показателей в продукции пищевой промышленности, в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов Российской Федерации [14] нет. Существует потребность более чем в 50 стандартных образцах состава разрешенных и неразрешенных пищевых красителей.

Подавляющее число пищевых красителей является веществами органического происхождения, среди которых есть натуральные (природные) и синтетические (получаемые химическим синтезом). В пищевых продуктах используются в основном синтетические красители (табл. 2), хотя в последние годы проявилась

тенденция перехода на натуральные. Последние существенно дороже синтетических.

Стандартных образцов органических пищевых красителей утвержденного типа до настоящего времени в России не разрабатывалось. Для метрологических целей (градуировки, калибровки, а также контроля точности результатов измерений) в основном используются СО зарубежного производства или в исключительных случаях стандартные образцы предприятий (СОП).

Постановка задачи

В связи с необходимостью повышения безопасности и качества пищевых продуктов, пищевых добавок и других микроингредиентов, а также решения вопросов

Таблица 2

Максимальное содержание пищевых красителей тартразина, желтого хинолинового, азорубина, понсо 4R в продуктах питания [1]

Наименование пищевой продукции	Максимальное содержание в продукции, мг/кг	Наименование пищевой продукции	Максимальное содержание в продукции, мг/кг
Содовые напитки и горькие вина	100	Ракообразные полуфабрикаты вареные	200
Безалкогольные напитки ароматизированные	100	Рыба под лосося, рыбный фарш «сурими»	500
Сокодерживающие напитки	100 (тартразин) 50	Икра рыбы	300
Алкогольные напитки, ароматизированные вина и напитки на их основе, плодовые вина (тихие и шипучие), сидр	200	Рыба копченая, мясные и рыбные аналоги на основе растительных белков	100
Фрукты и овощи глазированные, фрукты (окрашенные) консервированные	200	Джемы, желе, конфитюры, в т. ч. с ломтиками плодов и другие подобные продукты переработки фруктов, включая низкокалорийные	100
Сахаристые кондитерские изделия, жевательная резинка	50	Зеленый горошек и пюре из него, обработанные и консервированные	100 (тартразин)
Мороженое на молочной основе, фруктовый лед, десерты, включая молочные ароматизированные	50 150 (тартразин)	Свинные копченые и вяленые колбасы, в том числе с перцем (тип «Чоризо», «Сальчичон»)	250
Сдобные хлебобулочные и мучные кондитерские изделия	50 200 (тартразин)	Закуска сухие (снеки) на основе картофеля, зерновых или крахмала с пряностями: – экструдированные или взорванные пряные закуски; – другие пряные закусочные продукты	200 100
Сыры плавленые ароматизированные	100	Пищевые смеси диетические полнорационные, в т. ч. для контроля массы тела, супы	50
Декоративные покрытия	500	БАД к пище: – твердые – жидкие	300 100
Соусы на основе растительных масел, майонезы, соусы майонезные, кремы на растительных маслах, приправы (сухие и пастообразные), пикули и т.п.	500		
Горчица	300		
Пасты рыбные и из ракообразных	100		

импортозамещения пищевых добавок разработка отечественных СО состава пищевых красителей достаточно актуальна.

С этой целью ВНИИ пищевых добавок (Санкт-Петербург) совместно с НИИ питания (Москва) в инициативном порядке начали разработки СО состава пищевых синтетических красителей: тартразина Е102, хинолинового желтого Е104, азорубина Е122, понсо 4R Е124 – как наиболее часто используемых в пищевых технологиях. В табл. 2 приведены примеры и нормы использования указанных пищевых красителей в пищевых продуктах [1].

Согласно плану эксперимента для указанных красителей исследовались и рассчитывались критерии однородности, стабильности с установлением сроков годности СО в соответствии с [3, 4]. При этом основными метрологическими характеристиками служили неопределенность содержания основного вещества и содержания примесей нормируемых токсичных металлов.

Подготовка образцов красителей

Предварительный отбор образцов красителей для исследований в качестве материалов СО проводили

на образцах 12 зарубежных фирм, представленных на российском рынке. Проведен анализ спецификаций и сертификатов красителей зарубежного производства по показателям содержания красящего вещества и токсичных элементов. В качестве объектов дальнейших исследований были выбраны наиболее стабильные пищевые красители индийского производства.

Массовая доля основного вещества и содержание токсичных элементов являются основными метрологическими характеристиками пищевых красителей для создания СО их состава. Требования регламентов Европейского союза [5] и Таможенного союза [1] в отношении указанных характеристик красителей приведены в табл. 3.

Исходя из данных табл. 3 и 4, массовая доля основного вещества и содержание токсичных элементов в образцах отобранных красителей не выходят за рамки требований технических регламентов ТС и ЕС.

Помимо содержащихся в образцах красителей красящих веществ, оставшаяся массовая доля приходится на примеси, среди которых есть влага, балластные органические и неорганические компоненты.

Таблица 3

Требования регламентов к характеристикам красителей

Наименование красителя	Массовая доля красящего вещества, не менее, %	Содержание токсичных элементов, не более, мг/кг (согласно регламентам [1], [5])			
		Свинец (Pb)	Мышьяк (As)	Кадмий (Cd)	Ртуть (Hg)
Азорубин	85	2/10	3/3	1/1	1/1
Понсо 4R	80	2/10	3/3	1/1	1/1
Тартразин	85	2/10	3/3	1/1	1/1
Хинолиновый желтый	70	2/10	3/3	1/1	1/1

Разница в регламентах [5] и [1] касается только содержания свинца в красителях. В этом отношении требования регламента [1] жестче, чем регламента [5]. Данные сертификатов по указанным выше характеристикам отобранных образцов красителей представлены в табл. 4.

Таблица 4

Данные сертификатов образцов пищевых красителей

Наименование красителя	Массовая доля красящего вещества, %	Содержание токсичных элементов, мг/кг			
		Свинец (Pb)	Мышьяк (As)	Кадмий (Cd)	Ртуть (Hg)
Азорубин	91,64	1,56	0,09	0,10	0,026
Понсо 4R	81,69	1,32	0,09	0,12	0,010
Тартразин	91,51	0,18	0,20	0,05	0,02
Хинолиновый желтый	73,50	0,23	0,06	0,04	0,06

Методики измерений

В соответствии с [6] проведен отбор проб по $(1,5 \pm 0,1)$ г, расфасовка образцов каждого красителя в герметичные емкости для оценивания указанных выше метрологических характеристик.

Оценивание однородности красителей проводили в соответствии с [3]. Определение стабильности и сроков годности проводили в соответствии с [4]. При этом партии образцов испытывали в течение года с периодичностью 1 раз в месяц. Хранение образцов осуществляли при температуре (20 ± 5) °С.

Определение массовой доли основного вещества в указанных выше пищевых красителях проводили методом спектрофотометрии с измерением интенсивности окраски их растворов при длине волны, соответствующей максимуму светопоглощения на двулучевом сканирующем спектрофотометре Shimadzu UV 1800 со спектральным диапазоном от 190 до 1800 нм и программой обработки данных. Значение абсолютной погрешности измерений $\pm 0,6$ % [7].

Определение влажности образцов красителей выполняли в соответствии с методикой измерений, основанной на процедуре, изложенной в [7]. В течение срока хранения образцов (1 год) в герметичных пеналах этот показатель не изменялся и не влиял на значения оцениваемых метрологических характеристик.

Подготовка проб красителей для определения содержания токсичных элементов проводили согласно [9]. Содержание свинца и кадмия определяли атомно-абсорбционным методом согласно [10]. Предел обнаружения, мг/кг: свинец – 0,005, кадмий – 0,001.

Содержание мышьяка определяли методом колориметрии по изменению интенсивности окраски раствора комплексного соединения мышьяка с диэтилдитиокарбонатом серебра в хлороформе согласно [11]. Предел обнаружения – 0,001 мг/кг.

Определение содержания ртути проводили согласно [12]. Предел обнаружения – 0,005 мг/кг.

Обсуждение результатов

Определение однородности стандартных образцов красителей

Однородность СО состава красителей тартразина, желтого хинолинового, азорубина и понсо 4R определяли по каждой аттестуемой характеристике. При этом руководствовались рекомендациями [3].

Для исследований СО, аттестуемой характеристикой которого является массовая доля основного вещества, были отобраны образцы. Из них затем отбирали необходимое количество образцов для проведения ($J = 2$)

Таблица 5

Характеристика погрешности от неоднородности СО состава красителей

Наименование красителя	Характеристика неоднородности, Sh, %
Тартразин	1,45
Хинолиновый желтый	1,52
Азорубин	2,88
Понсо 4R	1,79

измерений по всем аттестуемым характеристикам (102 образца). Для проведения исследований от всей партии СО, аттестуемыми характеристиками которого являются массовые доли токсичных элементов, отбирали 132 образца, из которых затем отбирали по 33 образца для определения каждого из токсичных элементов (свинец, мышьяк, кадмий, ртуть).

По результатам измерений получена оценка (характеристика) неоднородности материала СО красителей (табл. 5).

Определение аттестованных значений СО красителей

Измерения массовой доли основного вещества и массовой доли токсичных элементов в красителях проводили по методикам измерений, изложенным в указанных выше документах. Оценку составляющих погрешности от способа установления аттестованного значения СО проводили в соответствии с положениями [3]. Результаты представлены в табл. 6.

Указанные в табл. 6 метрологические характеристики пищевых красителей получены на образцах, предварительно высушенных в течение двух часов при температуре (100 ± 2) °С.

Сопоставление полученных результатов измерений с требованиями [1] позволяет заключить, что содержание токсичных элементов (свинца, мышьяка, кадмия и ртути) в образцах красителей значительно ниже допускаемых. Это свидетельствует, с одной стороны, о безопасности использования красителей по назначению, с другой – полученные средние значения с их отклонениями можно использовать в качестве аттестуемой характеристики СО состава указанных красителей.

Определение стабильности и срока годности стандартных образцов

Определение стабильности красителей проводили согласно рекомендациям [3, 4]. Измерения аттестуемых характеристик выполняли, как указано выше, в течение одного года с периодичностью один раз в месяц.

Таблица 6

Метрологические характеристики СО красителей

Наименование красителя	Массовая доля основного вещества, %	Границы относит. погрешности (при $P = 0,95$), δ , %	Содержание токсичных металлов, мг/кг и границы относительной погрешности, δ , %			
			Свинец (Pb)	Мышьяк (As)	Кадмий (Cd)	Ртуть (Hg)
Тартразин	91,9	$\pm 2,0$	0,010; ($\pm 0,7$)	0,007; ($\pm 1,43$)	0,088; ($\pm 0,23$)	0,012; ($\pm 0,48$)
Желтый хинолиновый	73,5	$\pm 1,0$	0,021; ($\pm 0,43$)	0,008; ($\pm 1,0$)	0,013; ($\pm 0,46$)	0,011; ($\pm 0,45$)
Азорубин	91,6	$\pm 2,0$	0,014; ($\pm 0,43$)	0,099; ($\pm 0,040$)	0,038; ($\pm 0,45$)	0,013; ($\pm 0,77$)
Понсо 4R	82,0	$\pm 2,0$	0,023; ($\pm 0,65$)	0,096; ($\pm 0,15$)	0,057; ($\pm 0,43$)	0,013; ($\pm 0,15$)

Оценивание составляющей погрешности от нестабильности, связанной с влиянием внешних условий на состав красителей при хранении (температура, влажность, светостойкость, продолжительность и другие факторы), сводилось к определению показателей массовой доли основного красящего вещества и примесей в указанные периоды времени. С этой целью был произведен отбор 36 проб каждого красителя согласно [4]. Пронумерованные образцы хранили в прозрачных пластиковых пеналах с герметично закручивающимися пробками при температуре $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ с доступом естественного освещения и в темноте.

Испытания по определению массовой доли красящих веществ проводили методом спектрофотометрии по методике [7], массовой доли примесей по методикам, указанным выше, характеристики нестабильности устанавливали согласно [4].

Стандартное отклонение, характеризующее случайную составляющую погрешности (S) методики измерений, в соответствии с [7] составляло 0,6 %, а допускаемое значение абсолютной погрешности аттестованного значения СО состава красителей ($\Delta_{\text{доп.}}$) согласно Техническому заданию [15] соответствовало 2,5 %, то есть оно удовлетворяло условию $S/\Delta_{\text{доп.}} \leq 2$ согласно [4]. Таким образом, $S/\Delta_{\text{доп.}} = 0,6/2,5 = 0,24$. При этом число измерений должно быть не менее 25. В данном случае проводили, как указано выше, по 36 измерений каждого красителя. В расчетах погрешности от нестабильности использовали линейную модель зависимости сглаженных оценок, а коэффициенты линейной зависимости определялись методом наименьших квадратов.

В результате были получены составляющие погрешности, обусловленные нестабильностью состава красителей (S_a), %:

азорубина	0,0077
понсо 4R	0,0059
тартразина	0,0117
желтого хинолинового	0,0134

Суущественного влияния, как показали эксперименты, освещенность образцов при хранении не оказывает на стабильность состава красителей. Полученные результаты свидетельствуют о высоком уровне стабильности состава красителей, и они учтены при установлении характеристик погрешности аттестованных значений стандартных образцов.

Проводить оценку составляющей погрешности нестабильности, связанной с содержанием токсичных элементов, не имело смысла, поскольку полученные фактические значения содержания токсичных элементов (табл. 3) оказались значительно ниже регламентируемых [1, 5], и существенного влияния этот фактор на стабильность СО не оказывает.

Исходя из результатов оценки нестабильности и в соответствии с [4] определены сроки годности СО состава красителей при хранении их в герметичных пеналах из полиэтилентерефталата с закручивающимися крышками или в запаянных стеклянных ампулах при температуре $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$:

азорубин	1,5 года
понсо 4R	2,0 года
тартразин	1,0 года
желтый хинолиновый	1,0 года

Выводы

В результате экспериментального изучения пищевых красителей: тартразина (E102), хинолинового желтого (E104), азорубина (E122), понсо 4R (E124) – разработаны четыре стандартных образца состава красителей. Определены их аттестованные характеристики (табл. 6).

1. Тартразин – светло-оранжевый порошок; хинолиновый желтый – лимонно-желтый порошок; азорубин – порошок от красного до темно-бордового цвета; понсо 4R – порошок красного цвета. СО расфасованы по $(1,5 \pm 0,1)$ г в пеналы из полиэтилентерефталата с герметично завинчивающейся крышкой или в запаянные стеклянные ампулы вместимостью 2 см³. Сроки годности СО составляют: тартразин – 1 год; желтый хинолиновый – 1 год; азорубин – 1,5 года; понсо 4R – 2 года.

2. Стандартные образцы пищевых красителей предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли основных веществ в красителях, аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли красителей в пищевой продукции с применением метода добавок, для градуировки и калибровки средств измерений.

3. Прослеживаемость измерений реализуется посредством применения поверенных средств измерений (аналитические весы) в соответствии с поверочной схемой ГОСТ 8.021–2005 [16] и посредством учета характеристики погрешности поверенного средства измерений (весы аналитические) при расчете систематической погрешности.

4. Для приготовления растворов красителей с заданным pH с целью выполнения спектрофотометрических определений использовали утвержденного типа СО состава раствора соляной кислоты ГСО 9654–2010 [17] с установленной прослеживаемостью измерений к имеющимся в реестре Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах ГЭТ 176–2013 [18].

5. Для окончательного определения типа СО рассмотренных пищевых красителей и их государственной регистрации необходимо выполнить процедуры сличения полученных метрологических характеристик с таковыми зарубежных СО состава красителей, что служит предметом последующей статьи.

ЛИТЕРАТУРА

1. ТР ТС 029/2012 Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов, технологических вспомогательных средств // Евразийская экономическая комиссия [сайт]. URL: www.tsouz.ru/seek/rseek/rseek/seek8/documents/p_58.pdf.
2. Об обеспечении единства измерений: Федер. закон Рос. Федерации от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 11 июня 2008 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 18 июня 2008 г. // Рос. газета. 2008. 2 июля.
3. РМГ 93–2009 ГСИ. Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов. М.: Стандартинформ, 2011. 30 с.
4. Р 50.2.031–2003 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Методика оценивания характеристики стабильности. М.: Изд-во стандартов, 2004. 12 с.
5. Regulations «Commission Regulation (EU) № 231/2012 от 09 March 2012» // Food Safety Authority of Ireland: [сайт]. URL: www.fsai.ie/uploadedFiles/Reg231_2012.pdf.
6. ГОСТ 3885–73 Реактивы и особо чистые вещества. Правила приемки, отбор проб, фасовка, упаковка, маркировка, транспортирование и хранение. М.: Стандартинформ, 2005. 18 с.
7. ГОСТ Р 55579–2013 Добавки пищевые. Азокрасители. Технические условия. М.: Стандартинформ, 2014. 22 с.
8. ГОСТ 32050–2013 Продукты пищевые. Методы идентификации и определения массовой доли синтетических красителей в карамели. М.: Стандартинформ, 2014. 24 с.
9. ГОСТ 26929–94 Сырье и пищевые продукты. Подготовка проб. Минерализация для определения токсичных элементов. М.: Стандартинформ, 2010. 12 с.
10. ГОСТ 30178–96 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения токсичных элементов. М.: Стандартинформ, 2010. 10 с.
11. ГОСТ 26930–86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения мышьяка. М.: Стандартинформ, 2010. 8 с.
12. МУ 5178–90 Методические указания по обнаружению и определению содержания общей ртути в пищевых продуктах методом беспламенной атомной абсорбции: утв. нач. гл. сан.-проф. упр. Минздрава СССР 27 июня 1990 г. № 5178–90.
13. ГОСТ 8.531–2002 ГСИ. Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности. М.: Изд-во стандартов, 2003. 15 с.
14. Федеральный информационный фонд. Сведения об утвержденных типах стандартных образцов // Росстандарт [сайт]. URL: www.fundmetrology.ru/09_st_obr/2list.aspx.

15. Технические задания на разработку стандартных образцов пищевых красителей: тартразина, хинолинового желтого, азорубина понсо 4R / ВНИИПАКК РАСХН. Санкт-Петербург, 2013–2014. С. 24. Инв. № 3, 4, 5, 6.
16. ГОСТ 8.021–2005 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений массы. М.: Стандартиформ, 2007. 12 с.
17. ГСО 9654–2010 СО состава раствора соляной кислоты // Росстандарт: [сайт]. URL: www.fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=%D0%93%D0%A1%D0%9E%209654-2010.
18. ГЭТ 176–2013 Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии // Росстандарт [сайт]. URL: www.fif.vniiftri.ru/DB/isapi/isapi.dll.

The article is received: 14.03.2016

The article is corrected: 20.07.2016

УДК 006.9:53.089.68:667.275

DOI 10.20915/2077-1177-2016-0-3-12-20

DEVELOPMENT OF REFERENCE MATERIALS FOR COMPOSITION OF FOOD DYES

D.H. Kulev, V.V. Bessonov, A.G. Nikolaev, N.V. Rudometova

Scientific Research Institute for Food Additives (VNIIPD)

St. Petersburg, Russian Federation, the Federal State-Funded Research Establishment

E-mail: vniipakk55@mail.ru

Actuality of the research. *Development of standard samples (SS) of food colour content continues to be relevant to enhance safety and quality of food products, additives and other micro-ingredients as well as to deal with import substitution.*

Work objective. *The objective of this work is to develop SS for the basic substance and toxic elements in the most frequently used in food technologies synthetic food colours: Tartrazine E102, Yellow Quinoline E104, Azorubine E122 and Ponceau 4R E124.*

Research techniques. *Mass fraction of colour in the samples was determined by spectrophotometry as per 32050-2013 GOST Standard; colour samples for toxic elements were evaluated according to 26929-94 GOST Standard; content of lead and cadmium was determined by atomic absorption analysis defined in the GOST 30178-96, arsenic – by calorimetry as per GOST 26930-94, mercury – by flameless atomic sorption spectrometry according to MU № 5178-90, homogeneity and shelf life – in conformity with RMG 93-2009, GOST 8.531-2002 and P 50.2.031-2003.*

Results. *SS for the content of four food colours were developed based on the research findings. Their following metrological specification is given in the Table 6: mass fraction of the basic substance, %, fractional error limits ($P = 0,95$), δ , %; content of toxic elements, mg/kg with fractional error limits, δ , %.*

Key words: reference materials, food dyes, tartrazine, quinolone yellow, azorubine, ponceau, basic dyestuff, toxic elements, lead, arsenic, cadmium, mercury.

✓ **When quoting reference:** Kulev D.H., Bessonov V.V., Nikolaev A.G., Rudometova N.V. Razrabotka standartnykh obraztsov sostava pishchevykh krasitelej [Разработка стандартных образцов состава пищевых красителей]. *Standartnyye obrazcy – Reference materials*, 2016, No. 3, pp. 12–20 (In Russian). DOI 10.20915/2077-1177-2016-0-3-12-20.

REFERENCES

1. TR TS 029/2012 Trebovaniia bezopasnosti pishchevykh dobavok, aromatizatorov, tekhnologicheskikh vspomogatel'nykh sredstv [Safety requirements of food additives, flavorings and processing aids] (2012). Available at: www.tsouz.ru/seek/rseek/rseek/seek8/documents/p_58.pdf.
2. Federalnyy zakon ot 26 iyunia 2008 g. № 102-FZ "Ob obespechenii edinstva izmerenij" [Federal law "On ensuring the uniformity of measurements" No FZ-102 of 26/06/2008]. Moscow. (In Russian).
3. RMG 93–2009 GSI. Otsenivanie metrologicheskikh kharakteristik standartnykh obraztsov [State system for ensuring the uniformity of measurements. Estimation of metrological characteristics of reference materials]. Moscow, Standartinform Publ., 2011, 30 p. (In Russian).
4. R 50.2.031–2003 GSI. Standartnye obraztsy sostava i svoystv veshchestv i materialov. Metodika otsenivaniia kharakteristiki stabil'nosti [State system for ensuring the uniformity of measurements. Reference materials of composition and properties of substance and materials. Procedure to evaluate the stability]. Moscow, Izdatel'stvo standartov, 2004, 12 p. (In Russian).
5. Regulations. Commission Regulation (EU) № 231/2012 ot 09 March 2012. (2012). Available at: www.fsai.ie/uploadedFiles/Reg231_2012.pdf.
6. GOST 3885–73 ISC. Reaktivy i osobo chistye veshchestva. Pravila priëmk, otbor prob, fasovka, upakovka, markirovka, transportirovanie i khranenie [Reagents and superpure substances. Regulations of acceptance, sampling, packing, marking, transportation and storage]. Moscow, Standartinform Publ., 2005, 18 p. (In Russian).
7. GOST R 55579–2013 Dobavki pishchevye. Azokrasiteli. Tekhnicheskie usloviia [Food additives. Azo colours. Specifications]. Moscow, Standartinform Publ., 2021, 22 p. (In Russian).
8. GOST 32050–2013 ISC. Produkty pishchevye. Metody identifikatsii i opredeleniia massovoi doli sinteticheskikh krasitelej v karameli [Food products. Methods for identification and determination of artificial colours mass fraction in caramel]. Moscow, Standartinform Publ., 2014, 24 p. (In Russian).
9. GOST 26929–94 ISC. Syr'ë i pishchevye produkty. Podgotovka prob. Mineralizatsiia dlia opredeleniia toksichnykh èlementov [Food products. Methods for identification and determination of artificial colours mass fraction in caramel]. Moscow, Standartinform Publ., 2010, 12 p. (In Russian).
10. GOST 30178–96 ISC. Syr'ë i produkty pishchevye. Atomno-absorbtsionnyy metod opredeleniia toksichnykh èlementov [Raw material and food-stuffs. Atomic absorption method for determination of toxic elements]. Moscow, Standartinform Publ., 2010, 10 p. (In Russian).
11. GOST 26930–86 Syr'ë i produkty pishchevye. Metod opredeleniia mysh'iaka [Raw material and food-stuffs. Method for determination of arsenic]. Moscow, Standartinform Publ., 2010, 8 p. (In Russian).
12. Methodological guidelines MU 5178–90 Metodicheskie ukazaniia po obnaruzheniiu i opredeleniiu sodержaniia obshchej rtuti v pishchevykh produktakh metodom besplamennoi atomnoi absorptsii [Methodological guideline for identification and determination of general mercury content in food products by the method of flameless atomic adsorption]. Moscow, 1990.
13. GOST 8.531–2002 GSI. Standartnye obraztsy sostava monolitnykh i dispersnykh materialov. Sposoby otsenivaniia odnorodnosti [State system for ensuring the uniformity of measurements Reference materials of composition of solid and disperse materials Ways of homogeneity assessment]. Moscow, Izdatel'stvo standartov, 2003, 15 p. (In Russian).
14. Federalnyy informatsionnyy fond. Svedeniia ob utverzhdenii standartnykh obraztsov [The Federal Informational Fund. Information about approved types of reference materials]. Available at: www.fundmetrology.ru/09_st_obr/2list.aspx. (In Russian).
15. Tekhnicheskie zadaniia na razrabotku standartnykh obraztsov pishchevykh krasitelej: tartrazina, khinolinovogo zhëltogo, azorubina ponso 4R. [Technical specification for development of reference materials of dyes: tartrazine, quinolone yellow, azorubine, ponceau 4R azorubine]. VNIIPAKK RASKhN, S. Peterburg, 2013–2014, p. 24.
16. GOST 8.021–2005 GSI. Gosudarstvennaia poverochnaia skhema dlia sredstv izmerenij massy [State system for ensuring the uniformity of measurements. State verification schedule for mass measuring instruments]. Moscow, Standartinform Publ., 2007, 12 p. (In Russian).
17. GSO 9654–2010 Standartnyy obrazets sostava rastvora solianoi kisloty [Reference material of composition of spirit of salt]. Available at: www.fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=%D0%93%D0%A1%D0%9E%209654-2010 (In Russian).
18. GET 176–2013 Gosudarstvennyy pervichnyy ètalon edinits massovoi (moliarnoi) doli i massovoi (moliarnoi) kontsentratsii komponenta v zhidkikh i tverdykh veshchestvakh i materialakh na osnove kulonometrii [State primary standard of units of mass (molar) content and mass (molar) concentration of a component in liquid and solid substances and materials based on coulometry]. Available at: www.fif.vniiftri.ru/DB/isapi/isapi.dll. (In Russian).