

ГОСТ 35007-2023

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ДОБАВКИ ПИЩЕВЫЕ

Методы идентификации и определения массовой доли основного красящего вещества пищевого красителя каротины E160a

Food additives. Methods for identification and determination of total coloring matters percentage for food colour carotenes E160a

МКС 67.220.20

Дата введения 2024-07-01

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 "Межгосударственная система стандартизации. Основные положения" и ГОСТ 1.2 "Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены"

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом пищевых добавок - филиалом Федерального государственного бюджетного научного учреждения "Федеральный научный центр пищевых систем имени В.М.Горбатова" РАН (ВНИИПД - филиал ФГБНУ "ФНЦ пищевых систем им.В.М.Горбатова" РАН)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 25 сентября 2023 г. № 165-П)

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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 марта 2024 г. № 293-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 35007-2023 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2024 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге "Межгосударственные стандарты"

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку каротины (carotenes) E160a (далее - краситель), представляющую собой пищевые красители: бета-каротин (beta-carotene) E160a (i); растительные каротины (plant carotenes) E160a (ii); бета-каротин из *Blakeslea trispora* (beta-carotene from *Blakeslea trispora*) E160a (iii); водорослевые каротины или каротины из водорослей (algal carotenes) E160a (iv) и устанавливает:

- идентификационные тесты на основное красящее вещество красителя;
- спектрофотометрический метод определения (идентификации) основного красящего вещества красителя;
- спектрофотометрический метод определения массовой доли основного красящего вещества красителя.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.0.004 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.2.007.0 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.103 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

ГОСТ 1770 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2603 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 4197 Реактивы. Натрий азотисто-кислый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 5789 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 6709* Вода дистиллированная. Технические условия

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144-2018.

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14198 Циклогексан технический. Технические условия

ГОСТ 20015 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Примечание - При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Отбор проб

3.1 Пробы для анализа красителя отбирают из каждой упаковочной единицы партии красителя, попавшей в выборку по 3.2.

Партией считают количество красителя, произведенное одним изготовителем по одному нормативному документу за один технологический цикл, в одинаковой упаковке, сопровождаемое товаросопроводительной документацией, обеспечивающей прослеживаемость продукции.

3.2 Выборку упаковочных единиц из партии осуществляют методом случайного отбора в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

Количество упаковочных единиц в партии, шт.					Объем выборки, шт.
От	2	до	15	включ.	2
"	16	"	25	"	3
"	26	"	90	"	5
"	91	"	150	"	8
"	151	"	500	"	13
"	501	"	1200	"	20

3.3 Из разных мест каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку в соответствии с таблицей 1, отбирают мгновенные (точечные) пробы с помощью пробоотборника (щупа), погружая его не менее, чем на $\frac{3}{4}$ глубины.

Масса мгновенной (точечной) пробы - не более 10 г.

Количество и масса мгновенных (точечных) проб от каждой упаковочной единицы должны быть одинаковыми.

3.4 Составляют суммарную (объединенную) пробу, для этого мгновенные (точечные) пробы, отобранные по 3.2, помещают в сухую чистую емкость из стекла или полимерных материалов и тщательно перемешивают.

Рекомендуемая масса суммарной (объединенной) пробы - не менее 50 г.

3.5 Подготовленную суммарную (объединенную) пробу разделяют на две равные части, которые помещают в чистые, сухие, плотно закрывающиеся стеклянные или полимерные емкости.

Емкость с первой частью суммарной (объединенной) пробы направляют в лабораторию для проведения анализов.

Емкости со второй частью пробы опечатывают, пломбируют и хранят для повторного контроля в случае возникновения разногласий в оценке качества и безопасности красителя. Срок хранения пробы в темном месте при температуре от 5°C до 8°C и относительной влажности не более 60% - до окончания срока годности красителя.

3.6 Емкости с пробами снабжают этикетками, на которых должны быть указаны:

- полное наименование красителя и его E-номер;
- наименование и местонахождение изготовителя;
- номер партии;
- масса нетто партии;
- количество упаковочных единиц в партии;
- дата изготовления;
- дата отбора проб;
- срок хранения пробы;
- фамилии лиц, проводивших отбор данной пробы.

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 требованиям 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 При работе с пищевым красителем контроль воздуха рабочей зоны следует осуществлять в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

5 Условия проведения анализа

При подготовке и проведении измерений должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха от 20°C до 25°C;
- относительная влажность воздуха от 40% до 95%;
- напряжение в электросети $220^{+10\%}_{-15\%}$ В;
- частота тока в электросети от 49 до 51 Гц.

Все операции с реактивами следует проводить в вытяжном шкафу.

6 Требования к квалификации оператора

К выполнению и обработке результатов анализа допускают специалиста, имеющего высшее или среднее специальное химическое образование и опыт работы в химической лаборатории, владеющего техникой выполнения анализов с применением методов спектрофотометрии, освоившего настоящую методику,

прошедшего обучение работе с приборами и инструктаж по технике безопасности.

7 Средства измерений, вспомогательное оборудование и устройства, посуда, реактивы

7.1 Весы утвержденного типа, поверенные в установленном порядке, с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,02$ мг.

7.2 Спектрофотометр с диапазоном измерения в интервале длин волн от 350 до 700 нм, допустимой абсолютной погрешностью коэффициента пропускания не более $\pm 1\%$, укомплектованный компьютером, принтером и соответствующим аттестованным программным обеспечением.

7.3 Кюветы кварцевые толщиной поглощающего слоя 1 см.

7.4 Пипетки по ГОСТ 29227.

7.5 Колбы 2-100-1, 2-50-1 по ГОСТ 1770.

7.6 Стаканы В-1-50 ТС, В-1-100 ТС по ГОСТ 25336.

7.7 Цилиндры 1-25-1, 1-50-1, 1-100-1 с ценой наименьшего деления 1 см³ по ГОСТ 1770.

7.8 Пробки из пластмассы или стеклянные с конусами 12/21, 14/23 по ГОСТ 1770.

7.9 Палочка стеклянная.

7.10 Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

7.11 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.12 Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, ч.д.а.

7.13 Ацетон по ГОСТ 2603, ч.д.а.

7.14 Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.д.а.

7.15 Тoluол по ГОСТ 5789, ч.д.а.

7.16 Хлорид сурьмы (III) с содержанием основного вещества не менее 99%.

7.17 Хлороформ очищенный по ГОСТ 20015.

7.18 Циклогексан по ГОСТ 14198.

Допускается использование других средств измерений, вспомогательного оборудования и устройств, посуды, не уступающих вышеприведенным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов по качеству не ниже вышеприведенных.

8 Тест с натрием азотистокислым и серной кислотой

8.1 Подготовка к анализу

8.1.1. Приготовление раствора нитрита натрия массовой долей 5%

В стакане вместимостью 100 см³ взвешивают 5,0 г натрия азотистокислого (см. 7.12). Отмеряют цилиндром 95 см³ дистиллированной воды (см. 7.11), переносят ее в стакан и перемешивают содержимое стаканчика стеклянной палочкой до полного растворения.

Срок хранения раствора в закрытой емкости в условиях по разделу 5 - не более 6 мес.

8.2 Проведение анализа

В стакане вместимостью 50 см³ взвешивают от 0,0800 до 0,1000 г анализируемого красителя бета-каротина E160a (i), или бета-каротина из *Blakeslea trispora* (iii). Отмеряют цилиндром 10 см³ ацетона (см. 7.13), переносят его в стаканчик и перемешивают содержимое стакана стеклянной палочкой до полного растворения красителя.

Затем к приготовленному раствору красителя пипетками последовательно добавляют по каплям 3 см³ раствора натрия азотистокислого, приготовленного по 8.1, и 3 см³ серной кислоты (см. 7.14). Содержимое стакана тщательно перемешивают.

Раствор красителя должен обесцветиться.

При невыполнении условия теста делают заключение о том, что анализируемый краситель не является каротином.

9 Тест с хлоридом сурьмы

9.1 Подготовка к анализу

9.1.1 Приготовление раствора хлорида сурьмы массовой долей 20%

В стакане вместимостью 100 см³ взвешивают 20,0 г хлорида сурьмы (см. 7.16). Отмеряют цилиндром 92,3 см³ толуола (см. 7.15), переносят его в стакан и перемешивают содержимое стаканчика стеклянной палочкой до полного растворения.

Срок хранения раствора в закрытой емкости в условиях по разделу 5 - не более 6 мес.

9.1.2 Приготовление раствора анализируемого красителя

В стакане вместимостью 250 см³ взвешивают 0,040 г анализируемого красителя растительных каротинов (ii) или водорослевых каротинов (iv). Отмеряют цилиндром 100 см³ толуола (см. 7.15), переносят его в стакан и перемешивают содержимое стакана стеклянной палочкой до полного растворения красителя.

Раствор хранят при температуре (20±5)°C - не более семи дней.

9.2 Проведение анализа

На фильтровальную бумагу (см. 7.10) пипеткой наносят каплю раствора анализируемого красителя, приготовленного по 9.1.2, и затем на образовавшееся пятно пипеткой наносят каплю раствора хлорида сурьмы, приготовленного по 9.1.1. Через 2-3 мин цвет пятна красителя должен измениться с оранжевого на синий.

При невыполнении условия теста делают заключение о том, что анализируемый краситель не является каротином.

При выполнении условий по 8.2 или 9.2 делают заключение о наличии каротина в анализируемом образце. После этого проводят испытания анализируемого красителя по методу, приведенному в разделе 10.

10 Спектрофотометрический метод качественного определения (идентификации) основного красящего вещества красителя

10.1 Сущность метода

Метод основан на определении положения максимума светопоглощения и соответствующих им значений оптических плотностей, полученных при измерении спектра раствора красителя, спектрофотометрическим методом.

10.2 Подготовка к анализу

В стакане, вместимостью 50 см³ взвешивают от 0,0800 до 0,1000 г анализируемого красителя. Отмеряют цилиндром 20 см³ хлороформа (см. 7.17), переносят его в стакан и перемешивают содержимое стакана стеклянной палочкой до полного растворения красителя. Затем из полученного раствора готовят растворы в зависимости от содержания красящего вещества в анализируемом образце и требуемого фактора разведения в соответствии с таблицей 2, для чего в мерные колбы (с шлифованными пробками) вносят пипетками (см. 7.4) растворы красителя, доводят объемы растворов в колбах циклогексаном (см. 7.18) до метки, закрывают колбы пробками и тщательно перемешивают.

10.3 Проведение анализа

Приготовленный раствор анализируемого красителя по 10.2 дозируют пипеткой в кювету спектрофотометра и регистрируют спектр поглощения относительно оптической плотности хлороформа в диапазоне длин волн от 350 до 700 нм в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрофотометра.

Измерение оптической плотности следует проводить в свежеприготовленном растворе, так как интенсивность цвета раствора зависит от времени его хранения.

Оптическая плотность анализируемого раствора должна находиться в диапазоне от 0,2 до 0,7 ед. опт. пл.

При выполнении условий, указанных в таблице 2, идентифицируют анализируемый краситель как каротины E160a: бета-каротин E160a (i) или растительные каротины (ii), или бета-каротин из *Blakeslea trispora* (iii), или водорослевые каротины (iv).

Таблица 2

Показатель	Краситель			
	E160a (i)	E160a (ii)	E160a (iii)	E160a (iv)
Фактор разведения	400	1-25	400	100
Положение первого максимума светопоглощения в циклогексане, нм	453-456	440-457	453-456	448-457
Положение второго максимума светопоглощения в циклогексане, нм	-	470-486	-	474-486
Значение отношения оптической плотности при длине волны 455 нм к оптической плотности при длине волны 483 нм	1,14-1,19	-	1,14-1,19	-
Значение отношения оптической плотности при длине волны 455 нм к оптической плотности при длине волны 340 нм, не менее	15	-	0,75	-

11 Спектрофотометрический метод определения массовой доли основного красящего вещества красителя

11.1 Сущность метода

Метод основан на определении массовой доли основного красящего вещества красителя по измерению интенсивности окраски его раствора спектрофотометрическим методом при длине волны, соответствующей характеристическому максимуму светопоглощения.

11.2 Подготовка к анализу - по 10.2

11.3 Проведение анализа

Кювету спектрофотометра (см. 7.3) заполняют приготовленным раствором анализируемого красителя по 10.2 и измеряют оптическую плотность при длине волны, соответствующей первому максимуму светопоглощения, указанному в таблице 2, относительно оптической плотности циклогексана (см. 7.18) в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрофотометра.

Измерение оптической плотности следует проводить в свежеприготовленном растворе, так как интенсивность цвета зависит от времени его хранения.

Оптическая плотность анализируемого раствора должна находиться в диапазоне от 0,2 до 0,7 ед. опт. пл.

11.4 Обработка результатов анализа

Массовую долю основного красящего вещества в анализируемом красителе X , %, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{AMF}{E_{1\text{см}}^{1\%} dm}, \quad (1)$$

где A - оптическая плотность раствора анализируемого красителя по 10.3, измеренная по 11.3, ед.опт. пл.;

M - масса раствора анализируемого красителя, рассчитанная по формуле

$$M = V \cdot \rho, \quad (2)$$

здесь V - объем раствора анализируемого красителя по 10.2; $V = 100$ см³;

ρ - плотность раствора анализируемого красителя, численно равная плотности хлороформа; $\rho = 1,49$ г/см³;

F - фактор разведения;

$E_{1\text{см}}^{1\%}$ - удельный коэффициент светопоглощения, численно равный оптической плотности раствора красителя, с массовой долей красящего вещества 1% при толщине поглощающего слоя 1 см; $E_{1\text{см}}^{1\%} = 2500$ ед. опт. пл. · %⁻¹ · см⁻¹;

d - толщина поглощающего слоя; $d = 1$ см;

m - масса пробы анализируемого красителя, взятой для анализа по 10.2, г.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений \bar{X} , %, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия приемлемости по 11.5.1.

11.5 Метрологические характеристики метода

11.5.1 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при доверительной вероятности $P=95\%$, не превышает предела повторяемости r , представленного в таблице 3.

11.5.2 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности $P=95\%$, не превышает предела воспроизводимости R , представленного в таблице 3.

11.5.3 Границы абсолютной погрешности определения массовой доли основного красящего вещества в анализируемом красителе Δ при $P=95\%$, представлены в таблице 3.

Таблица 3

Диапазон измерений массовой доли основного красящего вещества, %	Предел повторяемости r , %, абс., при $P=95\%$, $n=2$	Предел воспроизводимости R , %, абс., при $P=95\%$, $m = 2$	Границы абсолютной погрешности Δ , %, при $P= 95\%$
40,0-100,0	0,40	0,80	±0,4

11.6 Оформление результатов

Результат определения массовой доли основного красящего вещества в пищевом красителе каротины Е160а представляют в виде $(\bar{X} \pm \Delta)$ % при $P = 95\%$.

Ключевые слова: пищевая добавка, пищевой краситель каротины E160a

Электронный текст документа
подготовлен АО "Кодекс" и сверен по:
официальное издание
М.: ФГБУ "РСТ", 2024