ГОСТ 28880—90
(ИСО 1208—82)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРЯНОСТИ И ПРИПРАВЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОСТОРОННИХ ПРИМЕСЕЙ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

УДК 664.5.001.4:006.354 Группа Н59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРЯНОСТИ И ПРИПРАВЫ

Определение посторонних примесей

Spices and condiments. Determination of filth

ГОСТ 28880—90 (ИСО 1208—82)

МКС 67.220.10
ОКСТУ 9109

Дата введения 01.07.91

Пряности и приправы не должны содержать мертвых насекомых, части насекомых и не должны быть заражены грызунами. Для анализа соответствия этим требованиям целых пряностей и приправ применяют исследование ручной линзой. Для молотых пряностей и приправ, а также при разногласиях в оценке качества применяют метод, установленный в настоящем стандарте.

Настоящий стандарт применим для большинства пряностей и приправ. Вследствие разнообразия таких продуктов может возникнуть необходимость модифицировать метод или выбрать более подходящий. Такие модификации и другие методы указывают в стандартах на пряности и приправы.

Требования настоящего стандарта являются рекомендуемыми.

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод количественного определения посторонних примесей (грязи) в пряностях и приправах. Так как в стандартах не установлены пределы для посторонних примесей в пряностях и приправах, метод следует применять для сбора большого количества данных и для решения международных споров.

2. ССЫЛКА

ГОСТ 28876—90 (ИСО 948—80) Пряности и приправы. Отбор проб.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Грязь (посторонняя примесь) — минеральное вещество (песок, земля) и вещество органического происхождения (части насекомых, волосы грызунов и их испражнения), выделенные из продукта.

4. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Промывают продукт хлороформом (если необходимо, — после предварительной экстракции петролейным эфиром) и исследуют фильтрат с целью обнаружения посторонней примеси и песка.

Промывая продукт водой при обработке раствором панкреатина или без нее и взбалтывании с петролейным эфиром, легкую примесь собирают на поверхности раздела жидкостей после сепарации. Переносят легкую примесь на фильтровальную бумагу и под увеличительным устройством исследуют загрязнения, например частицы насекомых, ворс грызунов.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1990
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2011

5. РЕАКТИВЫ

Применяют дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

5.1. Хлороформ и, если требуется (п. 8.3), смесь хлороформ/тетрахлорметан.

5.2. Раствор панкреатина

Используют панкреатин в соответствии с требованиями приложения, который хранят приблизительно при 10 °С. Применяют свежеприготовленный раствор.

Для этого смешивают 10 г панкреатина со 100 см^3 теплой воды (температура не должна превышать 40 °С). Проводят механическое смешивание в течение 10 мин или ставят на 30 мин, периодически перемешивая. Сливают раствор через слой рыхлой хлопковой ваты толщиной 100 мм, уложенной в воронку диаметром 100—120 мм с углом наклона 60°. Повторяют фильтрацию через этот же слой. Если фильтрация протекает медленно, фильтруют через воронку Бюхнера.

Если фильтрация снова протекает медленно, сливают раствор через воронку с углом наклона 60° со слегка уплотненной пробкой из ваты. Фильтрацию повторяют, если необходимо, пока раствор не отфильтруется быстро через бумагу (растворимый панкреатин можно прямо фильтровать через бумагу при всасывании). Полученный фильтрат разбавляют до 100 см^3.

5.3. Ортофосфат тринатрия, раствор 50 г/дм^3.

5.4. Раствор формальдегида.

5.5. Петролейный эфир, диапазон кипения 40—60 °С.

5.6. Петролейный эфир, диапазон кипения 100—120 °С.

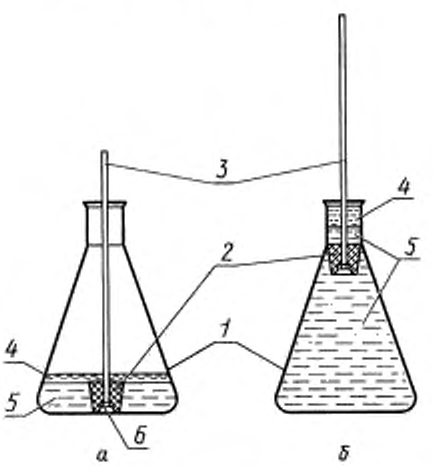
6. АППАРАТУРА

Обычная лабораторная аппаратура и указанная в пп. 6.1—6.11.

6.1. Колба с сифоном (wildman), состоящая из конической колбы вместимостью 1000 см^3, в которую вставлена плотная пробка, установленная на металлическом стержне (прутке, снабженном промывателем) диаметром 5 мм и приблизительно на 100 мм длиннее высоты колбы (пруток с бóльшим диаметром нежелателен ввиду большого перемещения жидкости).

Пруток имеет резьбу на конце и с помощью гайки, установленной в пробке, крепится к ней для удержания пробки на месте. Нижняя гайка и промыватель противоточно погружены в резину, чтобы они не ударили колбу (см. чертеж). Можно использовать делительную воронку вместимостью 1000 см^3.

Колба с сифоном (wildman)



а — пробка опущена вниз; *б*— пробка поднята вверх; *1* — колба; *2* — резиновая пробка; *3* — металлический стержень; *4* — слой петролейного эфира; *5* — слой воды; *6* — гайка, установленная в пробке

Примечание. Верхняя гайка и промыватель не показаны.

6.2. Химические стаканы вместимостью 600 см^3.
6.3. Воронка Бюхнера диаметром 15 см с фильтровальной бумагой.
6.4. Воронка Бюхнера диаметром 7 см с фильтровальной бумагой.
6.5. Фильтровальная бумага беззольная.
6.6. Тигель тарированный.
6.7. Печь, поддерживающая температуру 80 °С.
6.8. Печь, поддерживающая температуру 103 °С.
6.9. Чашка Петри диаметром 80 мм.
6.10. Соответствующее увеличительное устройство (микроскоп, бинокулярный увеличитель и т. д., или стереоскопический микроскоп с широким полем наблюдения).
6.11. Весы.

7. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 28876.

8. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Примечание. Чтобы успешно выделить легкие примеси из пряности, необходимо выделить большую часть эфирного масла и жира и обработать пробу для анализа раствором панкреатина с целью расщепления крахмала и белка.

Удаление эфирного масла или жира — по п. 8.2.

8.1. Проба для анализа

Проба для анализа представляет собой часть лабораторной пробы.

8.1.1. Целые и ломаные пряности

Измельчают пряности на мелкие куски, взвешивают с точностью до 0,1 г 25 г пробы и переносят в химический стакан (п. 6.2).

8.1.2. Молотые пряности

Взвешивают с точностью до 0,1 г 25 г пробы и переносят ее в химический стакан (п. 6.2.).

8.2. Предварительное выделение эфирного масла и жира

Добавляют 200 см^3 петролейного эфира (п. 5.5) в химический стакан с пробой для анализа (п. 8.1). Кипятят медленно на водяной бане в течение 15 мин. Осторожно удаляют петролейный эфир декантацией, чтобы не потерять какую-нибудь часть анализируемого продукта.

8.3. Выделение тяжелой примеси и песка

Добавляют 400 см^3 хлороформа (п. 5.1) к пробе для анализа (п. 8.1) или к остатку от операции, описанной в п. 8.2. Оставляют колбу на 1 ч при редком помешивании. Переносят материал и растворитель в воронку Бюхнера (п. 6.3), оставляя тяжелый остаток песка и земли в химическом стакане. Если значительное количество пряности остается на дне стакана, добавляют последовательно по частям хлороформ, перемешанный с тетрахлорметаном, чтобы получить высокую относительную плотность, пока практически все пряности не будут удалены флотацией. Переносят тяжелый остаток из стакана на беззольную фильтровальную бумагу (п. 6.5) и промывают его водой, чтобы удалить хлорид натрия, находящийся в пряности. Исследуют остаток. Если имеется значительное количество остатка, помещают фильтровальную бумагу в тарированный тигель (п. 6.6), сжигают и взвешивают песок и землю.

8.4. Обработка остатка в воронке Бюхнера

Высушивают материал, оставшийся в воронке Бюхнера (п. 8.3), в течение 1 ч в печи (п. 6.7) при 80 °С.

8.4.1. Процесс без ферментативной обработки

Переносят остаток в колбу с сифоном (п. 6.1). Добавляют 150 см^3 воды, нагревают до кипения и медленно кипятят в течение 15 мин при перемешивании. Промывают внутреннюю часть колбы водой и охлаждают до температуры ниже 20 °С, разбавляя до 600 см^3 водой.

8.4.2. Процесс с ферментативной обработкой

Переносят сухой остаток в химический стакан (п. 6.2). Добавляют 300 см^3 воды и перемешивают до получения гомогенной массы. Добавляют 5 см^3 раствора панкреатина (п. 5.2) и перемешивают. Устанавливают pH 8 раствором ортофосфата тринатрия (п. 5.3). Вторично устанавливают pH через 15 мин и еще раз — через 45 мин. Добавляют 5 капель раствора формальдегида (п. 5.4) и остав-

ляют на ночь при 37—40 °С. Охлаждают и переносят в колбу с сифоном (п. 6.1), доливают водой до 600 см^3.

8.5. Выделение легкой примеси

8.5.1. Добавляют в колбу с мешалкой в нижнем положении 25 см^3 петролейного эфира (п. 5.6). Опрокидывают колбу с сифоном на 45° к вертикали и перемешивают в течение 1 мин при скорости 4 хода в секунду вращающим движением. Избегают разбрызгивания жидкости в колбе.

Ставят на 5 мин, потом наполняют колбу водой и ставят на 30 мин, перемешивая через каждые 5 мин.

8.5.2. Поворачивают колбу, чтобы удалить осадок, и поднимают пробку к шейке колбы; убеждаются, что слой петролейного эфира и 1 см жидкости внизу поверхности раздела находятся над пробкой. Не опуская пробку, переносят собранную над пробкой жидкость в воронку Бюхнера (п. 6.4) и фильтруют.

8.5.3. Добавляют 15 см^3 петролейного эфира (п. 5.6) на содержимое колбы с сифоном и тщательно перемешивают. Через 15 мин повторяют все описанное в п. 8.5.2. Если вторая экстракция дает значительное количество посторонней примеси, декантируют большую часть жидкости из колбы, добавляют другие 15 см^3 петролейного эфира и проводят третью экстракцию.

8.6. Микроскопическое исследование легкой примеси

Фильтровальную бумагу из воронки Бюхнера помещают на чашку Петри (п. 6.9). Чашку Петри ставят в печь, поддерживающую температуру 103 °С, на 30 мин. Высушенная фильтровальная бумага должна плотно прилипать к чашке Петри.

Исследуют всю поверхность фильтровальной бумаги, применяя увеличительное устройство (п. 6.10), в отраженном свете, используя препаровальную иглу.

Проводят исследование слева направо, сверху вниз в пределах первого интервала; снизу вверх — в пределах второго интервала; сверху вниз — в пределах третьего интервала и т. д.

9. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

9.1. Тяжелая примесь (п. 8.4).

Отмечают наличие минерального вещества. Если количество песка и земли такое, что требует кальцинирования и взвешивания этих загрязнений, то массовая доля минеральных примесей продукта в процентах будет равна

$$m_1 \frac{100}{m_0},$$

где m_0 — масса пробы для анализа, г;

m_1 — масса полученного остатка (п. 8.3), г.

9.2. Легкая примесь (п. 8.6).

Отмечают наличие примеси животного происхождения (п. 8.6).

Если требуется, записывают в отдельности число частей насекомых, ворса грызунов и других предметов животного происхождения в опытной части, т. е. количество примеси на каждые 25 г пробы.

10. ПРОТОКОЛ АНАЛИЗА

В протоколе анализа должны быть указаны использованный метод и полученные результаты. В протоколе указывают также условия анализа, влияющие на результаты. Протокол анализа должен содержать все данные, необходимые для полной идентификации пробы.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное

ПАНКРЕАТИН. ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Общие требования

Панкреатин является веществом, содержащим ферменты, в основном панкреатическую амилазу, трипсин и панкреатическую липазу, полученным из поджелудочной железы годовалого бычка или барашка, Sus scrofa Linne var. domesticus Gray (Fam. Suidae), Bos taurus Linne (Fam. Bovidae).

Панкреатин должен превращать в растворимые углеводы количество картофельного крахмала, не менее чем в 25 раз превышающее свою массу, а в протеины — количество казеина, не менее чем в 25 раз превышающее свою массу.

Панкреатин высокой перевариваемой способности можно смешивать с лактозой или сахарозой, содержащей не более 3,25 % крахмала или с панкреатином низкой перевариваемости.

1. Описание

Панкреатин представляет собой аморфный порошок кремового цвета, имеющий слабый характерный, но не противный запах. Панкреатин превращает белок в протеины и производные вещества, а крахмал — в декстрины и углеводы. Его большая активность проявляется в нейтральной и слабощелочной среде; более чем следы минеральных кислот или большие количества щелочи делают его инертным. Излишек щелочи ингибирует его действие.

2. Определение жира

Вносят 2 г панкреатина в колбу вместимостью 50 $см^3$, добавляют 20 $см^3$ диэтилового эфира, закрывают пробкой и оставляют так на несколько часов, перемешивая частым вращением. Декантируют всплывающий диэтиловый эфир посредством направляющего стержня в простую фильтровальную бумагу диаметром приблизительно 7 см, заранее увлажненную диэтиловым эфиром, и собирают фильтрат в тарированный стакан. На остаток в колбе добавляют вторые 10 $см^3$ диэтилового эфира, переносят часть диэтилового эфира и оставшуюся часть панкреатина на фильтр. Дают стечь, осуществляют естественное выпаривание диэтилового эфира и сушат остаток при 105 °С в течение 2 ч; остаток жира не должен превышать 60 мг (3 %).

Жир можно также определить применением экстракционного аппарата непрерывного действия Soxhlet.

3. Анализ расщепления крахмала

Определяют массовую долю влаги, в процентах, контрольного картофельного крахмала высушиванием приблизительно 500 мг точно взвешенного картофельного крахмала при 120 °С в течение 4 ч. Кипятят достаточное количество воды в течение 10 мин и охлаждают до комнатной температуры. Используют эту воду для последующего разбавления. Тщательно смешивают количество крахмала, эквивалентное 3,75 г сухого, с 10 $см^3$ воды. Добавляют смесь при постоянном перемешивании к 75 $см^3$ воды, предварительно нагретой до 55 °С и находящейся в тарированном химическом стакане вместимостью 250 $см^3$.

Промывают оставшийся крахмал в стакане 10 $см^3$ воды. Нагревают смесь до кипения и медленно кипятят при постоянном перемешивании в течение 5 мин. Добавляют воду и доводят массу смеси до 100 г, охлаждают полученную пасту до 40 °С и помещают стакан на водяную баню при 40 °С. Суспензируют 150 мг анализируемого панкреатина в 5 $см^3$ воды в стакане вместимостью 250 $см^3$ и добавляют эту суспензию в крахмальную пасту, хорошо перемешивая ее переливанием смеси из стакана в стакан в течение 30 с, отмечая время, когда суспензия панкреатина впервые была добавлена в пасту. Выдерживают смесь при температуре 40 °С в течение точно 5 мин. Перемешивают, сразу добавляют 0,1 $см^3$ этой смеси в раствор, предварительно приготовленный добавлением 0,2 $см^3$ йодного раствора c (1/2 KI) = 0,1 моль/$дм^3$ в 60 $см^3$ воды при температуре 23—25 °С и перемешивают. Не должно образоваться ни голубой, ни фиолетовой окраски.

4. Анализ расщепления казеина

Помещают 100 г казеина (в мелком порошке) в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, добавляют 30 $см^3$ воды и хорошо взбалтывают, что превращает казеин в суспензию. Добавляют 1,0 $см^3$ раствора гидроокиси натрия c (NaOH)=0,1 моль/$дм^3$ и нагревают смесь при 40 °С до тех пор, пока казеин полностью не растворится, но не более 30 мин. Охлаждают, разбавляют водой до 50 $см^3$ и перемешивают. Растворяют по 100 мг анализируемого и контрольного панкреатина в 500 $см^3$ воды. Смешивают 1 $см^3$ ледяной уксусной кислоты с 9 $см^3$ воды и 10 $см^3$ этилового спирта. Помещают 5 $см^3$ раствора казеина в каждую из двух опытных трубок. В одну трубку

для анализа добавляют 2 $см^3$ хорошо перемешанного раствора панкреатина, во вторую — 2 $см^3$ контрольного раствора панкреатина, тоже хорошо перемешанного. Добавляют 3 $см^3$ воды в каждую трубку, медленно перемешивают, сразу погружают трубки в водяную баню при 40 °С и держат при такой температуре в течение 1 ч. Вынимают трубки из бани и добавляют 3 капли смеси уксусной кислоты в каждую трубку.

Количество мути в трубке, содержащей раствор анализируемого панкреатина, не должно быть больше, чем в трубке, содержащей контрольный раствор панкреатина.

5. Упаковка и хранение

Хранят панкреатин в плотно закрываемых сосудах, желательно при 10 °С, но не выше 30 °С.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Государственным комитетом СССР по управлению качеством продукции и стандартам, Всесоюзным научно-производственным объединением пищеконцентратной промышленности и специальной пищевой технологии

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 29.12.90 № 3715

3. Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 1208—82 «Пряности и приправы. Определение посторонних примесей» и полностью ему соответствует

4. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Обозначение международного стандарта	Номер раздела
ГОСТ 28876—90	ИСО 948—80	2; 7

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Февраль 2011 г.

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 29045—91	Пряности. Перец душистый. Технические условия	3
ГОСТ 29046—91	Пряности. Имбирь. Технические условия	9
ГОСТ 29047—91	Пряности. Гвоздика. Технические условия	15
ГОСТ 29048—91	Пряности. Мускатный орех. Технические условия	21
ГОСТ 29049—91	Пряности. Корица. Технические условия	27
ГОСТ 29050—91	Пряности. Перец черный и белый. Технические условия	33
ГОСТ 29051—91	Пряности. Мускатный цвет. Технические условия	39
ГОСТ 29052—91	Пряности. Кардамон. Технические условия	45
ГОСТ Р ИСО 7540—2008	Паприка молотая порошкообразная. Технические условия	51
ГОСТ 29054—91	Пряности. Бадьян. Технические условия	65
ГОСТ 29055—91	Пряности. Кориандр. Технические условия	71
ГОСТ 29056—91	Пряности. Тмин. Технические условия	77
ГОСТ 28750—90	Пряности. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение	83
ГОСТ 16599—71	Ванилин. Технические условия	89
ГОСТ 21567—76	Трава майорана	95
ГОСТ 21722—84	Шафран. Технические условия	99
ГОСТ 28875—90	Пряности. Приемка и методы анализа	103
ГОСТ 28876—90 (ИСО 948—80)	Пряности и приправы. Отбор проб	117
ГОСТ 28877—90 (ИСО 927—80)	Пряности и приправы. Определение примесей	121
ГОСТ 28878—90 (ИСО 928—80)	Пряности и приправы. Определение общего содержания золы	125
ГОСТ 28879—90 (ИСО 939—80)	Пряности и приправы. Определение влаги методом отгонки	129
ГОСТ 28880—90 (ИСО 1208—82)	Пряности и приправы. Определение посторонних примесей	135

ПРЯНОСТИ

Технические условия. Методы анализа

БЗ 8—2010

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 27.01.2011. Подписано в печать 02.03.2011. Формат 60×84 $^1/_8$.
Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 16,74. Уч.-изд. л. 12,30. Тираж 300 экз.
Изд. № 3979/2. Зак. 159.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в Калужской типографии стандартов, 248021 Калуга, ул. Московская, 256.

gost.e-ecolog.ru