ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53970— 2010

Добавки пищевые

ЛЕЦИТИНЫ Е322

Общие технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

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 Техническим комитетом по стандартизации ТК 154 «Пищевые добавки и ароматизаторы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 ноября 2010 г. № 538-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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

© Стандартинформ, 2011

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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Классификация . . . 3
4 Термины и определения . . . 3
5 Общие технические требования . . . 4
5.1 Характеристики . . . 4
5.2 Требования к сырью . . . 5
5.3 Упаковка . . . 6
5.4 Маркировка . . . 6
6 Требования безопасности . . . 6
7 Правила приемки . . . 7
8 Методы контроля . . . 8
8.1 Отбор проб . . . 8
8.2 Определение органолептических показателей . . . 8
8.3 Тест на фосфор . . . 8
8.4 Тест на холин . . . 9
8.5 Тест на жирные кислоты . . . 11
8.6 Тест на гидролизованный лецитин (для жидких лецитинов) . . . 11
8.7 Определение массовой доли веществ, нерастворимых в толуоле . . . 12
8.8 Определение массовой доли веществ, нерастворимых в ацетоне . . . 13
8.9 Определение массовой доли влаги и летучих веществ . . . 14
8.10 Определение кислотного числа . . . 15
8.11 Определение перекисного числа . . . 17
8.12 Определение цветного числа . . . 19
8.13 Определение вязкости . . . 20
8.14 Определение массовой доли мышьяка . . . 20
8.15 Определение массовой доли свинца . . . 21
8.16 Определение массовой доли ртути . . . 21
8.17 Определение массовой доли кадмия . . . 21
8.18 Определение массовой доли афлатоксина B_1 . . . 21
8.19 Определение массовой доли гексахлорциклогексана (α, β, γ-изомеры) . . . 21
8.20 Определение массовой доли (содержания) ДДТ и его метаболитов . . . 21
8.21 Определение радионуклидов . . . 21
9 Транспортирование и хранение . . . 21
Приложение А (рекомендуемое) Определение перекисного числа . . . 22
Приложение Б (рекомендуемое) Определение цветного числа с использованием йодной шкалы, встроенной в тинтометр Ловибонда . . . 23
Приложение В (рекомендуемое) Определение цветного числа лецитина по шкале Гарднера . . . 24
Библиография . . . 27

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Добавки пищевые

ЛЕЦИТИНЫ Е322

Общие технические условия

Food additives. Lecithines E322. General specifications

Дата введения — 2012—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на лецитины Е322 (далее по тексту — лецитины), представляющие собой комплексную смесь ацетоннерастворимых фосфолипидов и сопутствующих им веществ: триацилглицеринов, углеводов, жирных кислот и др. и предназначенные для использования в пищевой промышленности в качестве поверхностно-активных веществ.

Требования, обеспечивающие безопасность лецитинов, изложены в 5.1.6, требования к качеству — в 5.1.3—5.1.5, требования к маркировке — в 5.4.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 51301—99 Продукты пищевые и продовольственное сырье. Инверсионно-вольтамперометрические методы определения содержания токсичных элементов (кадмия, свинца, меди и цинка)

ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ Р 51659—2000 Вагоны-цистерны магистральных железных дорог колеи 1520 мм. Общие технические условия

ГОСТ Р 51766—2001 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка

ГОСТ Р 51962—2002 Продукты пищевые и продовольственное сырье. Инверсионно-вольтамперометрический метод определения массовой концентрации мышьяка

ГОСТ Р 52173—2003 Сырье и продукты пищевые. Метод идентификации генетически модифицированных источников (ГМИ) растительного происхождения

ГОСТ Р 52174—2003 Биологическая безопасность. Сырье и продукты пищевые. Метод идентификации генетически модифицированных источников (ГМИ) растительного происхождения с применением биологического микрочипа

ГОСТ Р 52620—2006 Тара транспортная полимерная. Общие технические условия

ГОСТ Р 52901—2007 Картон гофрированный для упаковки продукции. Технические условия

ГОСТ 8.579—2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к количеству фасованных товаров в упаковках любого вида при их производстве, расфасовке, продаже и импорте

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

Издание официальное

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 4110—75 Реактивы. Висмут (III) азотнокислый 5-водный. Технические условия
ГОСТ 4147—74 Реактивы. Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия
ГОСТ 4159—79 Реактивы. Йод. Технические условия
ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия
ГОСТ 4172—76 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный. Технические условия
ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе
ГОСТ 4525—77 Реактивы. Кобальт хлористый 6-водный. Технические условия
ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов
ГОСТ 5037—97 Фляги металлические для молока и молочных продуктов. Технические условия
ГОСТ 5789—78 Реактивы. Толуол. Технические условия
ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 9142—90 Ящики из гофрированного картона. Общие технические условия
ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 9218—86 Цистерны для пищевых жидкостей, устанавливаемые на автотранспортные средства. Общие технические условия
ГОСТ 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия
ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия
ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
ГОСТ 13511—2006 Ящики из гофрированного картона для пищевых продуктов, спичек, табачных изделий и моющих средств. Технические условия
ГОСТ 13950—91 Бочки стальные сварные и закатные с гофрами на корпусе. Технические условия
ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов
ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
ГОСТ 15846—2002 Продукция, отправляемая в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение
ГОСТ 18251—87 Лента клеевая на бумажной основе. Технические условия
ГОСТ 19360—74 Мешки-вкладыши пленочные. Общие технические условия
ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия
ГОСТ 21650—76 Средства скрепления тарно-штучных грузов в транспортных пакетах. Общие требования
ГОСТ 22477—77 Средства крепления транспортных пакетов в крытых вагонах. Общие технические требования
ГОСТ 23683—89 Парафины нефтяные твердые. Технические условия
ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 24597—81 Пакеты тарно-штучных грузов. Основные параметры и размеры
ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования
ГОСТ 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования
ГОСТ 25794.3—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов
ГОСТ 26663—85 Пакеты транспортные. Формирование с применением средств пакетирования. Общие технические требования
ГОСТ 26678—85 Холодильники и морозильники бытовые электрические компрессионные параметрического ряда. Общие технические условия
ГОСТ 26927—86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения ртути
ГОСТ 26930—86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения мышьяка

ГОСТ 26932—86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения свинца

ГОСТ 26933—86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения кадмия

ГОСТ 27068—86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

ГОСТ 27752—88 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29169—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 30178—96 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения токсичных элементов

ГОСТ 30538—97 Продукты пищевые. Методика определения токсичных элементов атомно-эмиссионным методом

ГОСТ 30711—2001 Продукты пищевые. Методы выявления и определения содержания афлатоксинов B_1 и M_1

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 ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. 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 Классификация

Лецитины Е322 подразделяют на:

- лецитин Е322(i) — смесь веществ, нерастворимых в ацетоне (в основном фракций фосфатидилхолинов, фосфатидилэтаноламинов, фосфатидилинозитов, фосфатидных кислот) с сопутствующими веществами (гликолипидами, углеводами, триацилглицеринами, свободными жирными кислотами и др.), полученная из животных или растительных источников. Лецитин Е322(i) может содержать фосфолипидные фракции и комбинированные с ними вещества в различных пропорциях и комбинациях и выпускается в виде: лецитина жидкого стандартного, лецитина обезжиренного, лецитина фракционированного;

- частично гидролизованный лецитин Е322(ii) — лецитин, полученный с помощью ферментативного гидролиза фосфолипидов, с увеличенным содержанием лизофосфолипидов, и выпускаемый в виде лецитина гидролизованного и лецитина обезжиренного гидролизованного.

4 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

4.1 **лецитин жидкий стандартный:** Пищевая добавка, представляющая собой гомогенную текучую жидкость от светло-желтого до темно-коричневого цвета, содержащая не менее 60 % веществ, нерастворимых в ацетоне, и около 40 % триацилглицеринов свободных жирных кислот и других сопутствующих веществ.

4.2 **вещества, нерастворимые в ацетоне:** Смесь фракций полярных липидов, содержащая преимущественно фосфолипиды и гликолипиды.

4.3 **лецитин жидкий гидролизованный:** Пищевая добавка, представляющая собой гомогенную текучую жидкость от светло-желтого до темно-коричневого цвета, полученная в результате ферментативного гидролиза фосфолипидов, содержащая не менее 56 % веществ, нерастворимых в ацетоне, с повышенным содержанием лизофосфолипидов, и около 44 % триацилглицеринов, свободных жирных кислот и других сопутствующих веществ.

4.4 **лецитин фракционированный:** Пищевая добавка, представляющая собой вязкую жидкость или воскообразную массу, или порошок, или гранулы от светло-желтого до темно-коричневого цвета, содержащая заданный набор фракций веществ, нерастворимых в ацетоне.

4.5 **лецитин обезжиренный:** Пищевая добавка, представляющая собой порошок или гранулы от светло-желтого до темно-коричневого цвета, содержащая не менее 95 % веществ, нерастворимых в ацетоне, и остатки триацилглицеринов, свободных жирных кислот и других сопутствующих веществ.

4.6 **лецитин обезжиренный гидролизованный:** Пищевая добавка, представляющая собой порошок или гранулы от светло-желтого до темно-коричневого цвета, полученная в результате ферментативного гидролиза фосфолипидов, содержащая не менее 95 % веществ, нерастворимых в ацетоне, с повышенным содержанием лизофосфолипидов.

5 Общие технические требования

5.1 Характеристики

5.1.1 Лецитины вырабатывают в соответствии с требованиями настоящего стандарта, по технологическим инструкциям с соблюдением требований, установленных нормативными правовыми актами Российской Федерации*.

5.1.2 Лецитины растворимы в органических растворителях (гексан, толуол, петролейный эфир и др.), частично растворимы в спиртах, гидратируются с образованием водных дисперсий.

5.1.3 По органолептическим показателям лецитины должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Органолептические показатели

Наименование показателя	Лецитины Е322(i)			Частично гидролизованные лецитины Е322(ii)	
	Жидкий стандартный	Обезжиренный	Фракционированный	Жидкий гидролизованный	Обезжиренный гидролизованный
Консистенция	Однородная вязкая жидкость	Порошок, гранулы	Однородная вязкая жидкость, паста, порошок, гранулы	Однородная вязкая жидкость	Порошок, гранулы
Цвет	От светло-желтого до темно-коричневого				
Запах	Характерный для сырья, из которого получен. Не допускается затхлый, кислый или какой-либо другой посторонний запах, в том числе запах растворителей (ацетона и др.)				
Вкус	Характерный для сырья, из которого получен. Не допускается прогорклый, кислый или какой-либо другой посторонний привкус				

5.1.4 По идентификационным тестам лецитины должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

Таблица 2 — Идентификационные тесты

Наименование теста	Лецитины Е322(i)			Частично гидролизованные лецитины Е322(ii)	
	Стандартный жидкий	Обезжиренный	Фракционированный	Гидролизованный жидкий	Гидролизованный обезжиренный
Тест на фосфор	Выдерживает испытание				
Тест на холин	Выдерживает испытание				
Тест на жирные кислоты	Выдерживает испытание				
Тест на гидролизованный лецитин (только для жидких лецитинов)	Выдерживает испытание				

* До введения соответствующих нормативных правовых актов Российской Федерации — нормативными документами федеральных органов исполнительной власти [1].

5.1.5 По физико-химическим показателям лецитины должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 3.

Таблица 3 — Физико-химические показатели

Наименование показателей	Значения показателей				
	Лецитины Е322(i)			Частично гидролизованные лецитины Е322(ii)	
	Стандартный жидкий	Обезжиренный	Фракционированный	Гидролизованный жидкий	Гидролизованный обезжиренный
Массовая доля веществ, нерастворимых в толуоле, %, не более	0,30				
Массовая доля веществ, нерастворимых в ацетоне, %, не менее	60,0	95,0	60,0	56,0	95,0
Массовая доля влаги и летучих веществ, %, не более	1,0				
Кислотное число, мг КОН/г, не более	36,0	36,0	36,0	45,0	36,0
Перекисное число, ммоль/кг активного кислорода, не более	10,0				
Цветное число 10 %-ного раствора в толуоле, мг йода, не более	80,0	80,0	Не нормируется	80,0	80,0
Вязкость при 25 °С, Па · с, не более для жидкой формы	12	Не нормируется	Не нормируется	12	Не нормируется
Примечание — Показатели «цветное число 10 %-ного раствора в толуоле, мг йода» и «вязкость при 25 °С, Па · с» являются рекомендуемыми. Допускаются отклонения от рекомендуемых показателей цветного числа и вязкости по согласованию с потребителями.					

5.1.6 По показателям безопасности лецитины должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 4.

Таблица 4 — Показатели безопасности

Наименование показателя	Значения показателей
Массовая доля (содержание) мышьяка, млн$^{-1}$ (мг/кг), не более	0,1
Массовая доля (содержание) свинца, млн$^{-1}$ (мг/кг), не более	0,1
Массовая доля (содержание) ртути, млн$^{-1}$ (мг/кг), не более	0,05
Массовая доля (содержание) кадмия, млн$^{-1}$ (мг/кг), не более	0,05
Массовая доля (содержание) афлатоксина B_1, млн$^{-1}$ (мг/кг), не более	0,005
Массовая доля (содержание) гексахлор-циклогексана (α, β, γ-изомеры), млн$^{-1}$ (мг/кг), не более	0,2
Массовая доля (содержание) ДДТ и его метаболитов, млн$^{-1}$ (мг/кг), не более	0,2
Цезий-137, Бк/кг, не более	60
Стронций-90, Бк/кг, не более	80

5.2 Требования к сырью

5.2.1 Лецитин извлекают из нерафинированных масел масличных культур (семян подсолнечника, сои, зародышей семян кукурузы и др.), а также из животных источников (яйцо и др.).

5.2.2 Сырье должно отвечать требованиям безопасности, установленным в нормативных правовых актах Российской Федерации*.

* До введения соответствующих нормативных правовых актов Российской Федерации — нормативными документами федеральных органов исполнительной власти [2].

5.3 Упаковка

5.3.1 Жидкие пищевые лецитины наливают в транспортную тару из полимерных материалов по ГОСТ Р 52620, фляги по ГОСТ 5037 различной вместимости, стальные бочки для пищевых продуктов по ГОСТ 13950, вагоны-цистерны по ГОСТ Р 51659 и автоцистерны для пищевых жидкостей по ГОСТ 9218, оборудованные подогревающим устройством.

5.3.2 Порошковые пищевые лецитины упаковывают в мешки-вкладыши по ГОСТ 19360 из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354, затем в ящики по ГОСТ 13511, ГОСТ 9142 из гофрированного картона по ГОСТ Р 52901. Ящики заклеивают клеевой лентой на бумажной основе по ГОСТ 18251.

5.3.3 Допускается применение других видов упаковки, изготовленных из материалов, использование которых в контакте с пищевыми лецитинами обеспечивает сохранение их качества и безопасности.

5.3.4 Отрицательное отклонение массы нетто от номинальной массы каждой упаковочной единицы должно соответствовать требованиям ГОСТ 8.579.

5.3.5 Транспортную тару в групповой упаковке перевозят в соответствии с требованиями ГОСТ 21650, ГОСТ 22477, ГОСТ 24597 и ГОСТ 26663.

5.3.6 Пищевые лецитины, отправляемые в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, упаковывают по ГОСТ 15846.

5.4 Маркировка

5.4.1 На каждую единицу транспортной тары с лецитинами наносят маркировку любым способом, обеспечивающим ее четкое обозначение, с указанием:

- наименования и местонахождения изготовителя;
- товарного знака изготовителя (при наличии);
- наименования пищевой добавки, ее Е номера* и вида лецитина;
- номера партии и даты изготовления;
- массы нетто (для единицы упаковки);
- номера и массы брутто (для цистерны);
- условий хранения, срока годности;
- обозначения настоящего стандарта.

5.4.2 Маркировку на цистерны наносят с помощью трафаретов с надписями в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на железнодорожном и автотранспорте.

5.4.3 Транспортная маркировка должна соответствовать требованиям ГОСТ 14192 с нанесением необходимых манипуляционных знаков.

5.4.4 При транспортировании тары в групповой упаковке по 5.3.5 наносят маркировку любым способом, обеспечивающим ее четкое обозначение, с указанием:

- наименования и местонахождения изготовителя;
- товарного знака изготовителя (при наличии);
- наименования пищевой добавки, ее Е номера и вида лецитина;
- количества упаковочных единиц;
- массы нетто (для единицы упаковки);
- номера партии и даты изготовления;
- условий хранения, срока годности по 9.4 и 9.5;
- обозначения настоящего стандарта.

6 Требования безопасности

6.1 Лецитин является нетоксичным, пожаро- и взрывобезопасным продуктом.

6.2 По степени воздействия на организм человека лецитины в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относятся к четвертому классу опасности.

---

* Номер пищевой добавки в соответствии с Европейской системой кодификации.

7 Правила приемки

7.1 Пищевые лецитины принимают партиями.

Партией считают количество лецитина одного вида, полученное за один технологический цикл, одной даты изготовления, в одинаковой упаковке, одновременно предъявленное на испытание и приемку, оформленное одним документом, удостоверяющим качество и безопасность.

7.2 Документ, удостоверяющий качество и безопасность пищевого лецитина, должен содержать следующую информацию:

- номер и дату выдачи удостоверения;
- наименование и местонахождение изготовителя, его товарный знак (при наличии);
- наименование пищевой добавки, ее Е номер и вид лецитина;
- номер партии;
- размер партии;
- дату изготовления;
- органолептические и физико-химические показатели качества по настоящему стандарту и фактические;
- показатели безопасности, фактические и по настоящему стандарту;
- обозначение настоящего стандарта;
- срок годности и условия хранения;
- дату проведения испытаний;
- подпись ответственного лица.

7.3 Для проверки соответствия пищевого лецитина требованиям настоящего стандарта проводят приемо-сдаточные испытания по качеству упаковки, правильности нанесения маркировки, массе нетто, органолептическим и физико-химическим показателям и показателям безопасности.

7.4 Контроль качества упаковки и правильности маркировки проводят внешним осмотром всех упаковочных единиц, попавших в выборку. Для осмотра отбирают 10 % всех упаковочных единиц, но не менее трех. Если партия состоит из трех упаковочных единиц, проверят каждую упаковочную единицу.

7.5 Контроль массы нетто лецитина в каждой упаковочной единице, попавшей в выборку, проводят по разности массы брутто и массы упаковочной единицы, освобожденной от содержимого.

Предел допускаемых отрицательных отклонений от номинальной массы нетто лецитинов в каждой упаковочной единице — по 5.3.4.

7.6 Приемка партии лецитинов по массе нетто, качеству упаковки и правильности маркировки упаковочных единиц

7.6.1 Партию принимают, если количество упаковочных единиц, не отвечающих требованиям по маркировке и упаковке, менее или равно 10 % по отношению к общему количеству упаковочных единиц в партии.

7.6.2 Если количество упаковочных единиц, не отвечающих требованиям по маркировке и упаковке, более 10 % по отношению к общему количеству упаковочных единиц в партии хотя бы по одному из показателей, контроль проводят на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Партию принимают, если выполняется условие 7.6.1.

Партию бракуют, если количество упаковочных единиц в удвоенном объеме выборки, не отвечающих требованиям по качеству упаковки и правильности маркировки, массе нетто лецитинов, превышает 10 % по отношению к общему количеству упаковочных единиц в партии.

7.7 Приемка партии лецитинов по органолептическим и физико-химическим показателям

7.7.1 Для контроля органолептических и физико-химических показателей от каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку по 7.4, проводят отбор мгновенных проб и составляют суммарную пробу по 8.1.1.

7.7.2 При получении неудовлетворительных результатов по органолептическим и физико-химическим показателям хотя бы по одному из показателей, проводят повторный контроль по этому показателю на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Результаты повторного контроля являются окончательными и распространяются на всю партию.

При получении неудовлетворительных результатов при повторном контроле партию бракуют.

7.7.3 Органолептические и физико-химические показатели лецитинов в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты контроля распространяют только на продукцию в этой упаковке.

7.8 Порядок и периодичность контроля показателей безопасности (содержание токсичных элементов, пестицидов, радионуклидов, микотоксинов) устанавливает изготовитель в программе производственного контроля.

8 Методы контроля

8.1 Отбор проб

8.1.1 Мгновенные пробы лецитинов отбирают из разных мест каждой упаковочной единицы.

Масса мгновенной пробы и число мгновенных проб от каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку, должны быть одинаковыми.

Мгновенные пробы из бочек и фляг отбирают с помощью трубчатого пробоотборника или металлическим щупом, изготовленными из материала, не реагирующего с лецитином, погружая пробоотборник в продукт не менее чем на 3/4 глубины.

Мгновенные пробы из цистерн проводят пробоотборником для отбора проб из железнодорожных цистерн или зональным пробоотборником, изготовленными из материала, не реагирующего с лецитином. Зональным пробоотборником отбирают одну мгновенную пробу из верхнего слоя лецитина, три мгновенных пробы — из среднего слоя и одну — со дна цистерны.

Для получения суммарной пробы мгновенные пробы помещают в сухую чистую стеклянную емкость и тщательно перемешивают.

Масса суммарной пробы должна быть не менее 600 г.

8.1.2 Подготовленную суммарную пробу делят на две части и каждую часть помещают в чистую сухую, плотно закрывающуюся стеклянную емкость.

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

Емкость со второй частью пробы опечатывают, пломбируют и хранят в темном месте при температуре не выше 20 °С в течение одного месяца для повторного контроля в случае возникновения разногласий в оценке качества и безопасности.

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

- наименование пищевой добавки, ее Е номер и вид лецитина;
- наименование и местонахождение изготовителя;
- номер партии;
- размер партии;
- дата изготовления;
- фамилии лиц, проводивших отбор данной пробы;
- обозначение настоящего стандарта.

8.2 Определение органолептических показателей

8.2.1 Условия проведения анализа

Помещение для проведения анализа должно быть обеспечено приточно-вытяжной вентиляцией.

8.2.2 Проведение анализа

8.2.2.1 Запах лецитинов определяют наполнением на 3/4 объема чистого, без постороннего запаха стеклянного стаканчика, который закрывают крышкой и выдерживают в течение 1 ч при температуре воздуха (20 ± 5) °С. Для усиления запаха стаканчик нагревают на водяной бане при температуре 45 °С в течение 30 мин.

Запах определяют органолептически на уровне края стаканчика сразу же после открывания крышки.

8.2.2.2 Для определения вкуса отбирают пробу чайной ложкой, пробуют кончиком языка на вкус, не проглатывая.

8.3 Тест на фосфор

Метод основан на качественном определении фосфора в лецитинах.

8.3.1 Средства измерений, посуда, вспомогательное оборудование, реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,01 г.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Печь муфельная электрическая.

Баня водяная.

Тигель высокий 3 по ГОСТ 9147.

Пипетки 2—2—1—5(10) по ГОСТ 29227.
Стакан В(Н)-1—(50)250 ТС (ТСХ) по ГОСТ 25336.
Цилиндр 1(3)—50(100)—1 по ГОСТ 1770.
Цилиндр 1(3)—5—1 по ГОСТ 1770.
Палочка стеклянная.
Стекловата.
Натрий углекислый по ГОСТ 83, ч.
Кислота молибденовая, ч., массовой долей 85 %.
Кислота азотная по ГОСТ 4461, ч.
Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.
Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный по ГОСТ 4172, ч.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками, не хуже приведенных выше, и реактивов по качеству, не ниже указанных.

8.3.2 Условия проведения анализа

Помещение для проведения анализа должно быть обеспечено приточно-вытяжной вентиляцией. Все испытания следует проводить в вытяжном шкафу при работающей вентиляции, кратности обмена не менее девяти.

8.3.3 Подготовка к анализу

8.3.3.1 Приготовление раствора молибденовокислого аммония

6,5 г тонко измельченной в порошок молибденовой кислоты массовой долей 85 % взвешивают с записью результата до второго знака после запятой, помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и растворяют в смеси 14 $см^3$ дистиллированной воды и 14,5 $см^3$ водного раствора аммиака массовой долей 25 %. Раствор охлаждают до комнатной температуры, медленно добавляют при перемешивании к хорошо охлажденной смеси (0 °С — 5 °С) 40 $см^3$ дистиллированной воды и 32 $см^3$ азотной кислоты плотностью 1,4 $г/см^3$, оставляют на 48 ч и затем фильтруют через стекловату.

Раствор хранят в темном месте не более 3 мес. Если во время хранения раствора образуется осадок, то используют только раствор над осадком, отделяя раствор декантацией. Данный раствор не пригоден для использования, если при добавлении 2 $см^3$ двузамещенного фосфорнокислого натрия 12-водного с массовой концентрацией 16 % не образуется сразу или при слабом нагревании желтый осадок. Раствор для проверки готовят следующим образом: 16 г двузамещенного фосфорнокислого натрия 12-водного помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до метки.

8.3.3.2 Подготовка пробы

Перед проведением анализа пробу лецитина, отобранную по 8.1, тщательно перемешивают шпателем. При необходимости (из-за слишком густой консистенции лецитина) пробу нагревают на водяной бане до температуры не выше 60 °С, исключая локальные перегревы, и энергично перемешивают до однородного состояния.

8.3.4 Проведение анализа

1,0 г анализируемой пробы смешивают в тигле с 2,0 г безводного углекислого натрия, обугливают на электроплитке и помещают, предварительно проверив установку шага, в муфельную печь при температуре 250 °С, постепенно повышая температуру до 450 °С в течение 30 мин (по 50 °С).

Затем тигель охлаждают до комнатной температуры и осторожно по каплям прибавляют 2 $см^3$ азотной кислоты, плотностью 1,4 $г/см^3$. Нагревают на электроплитке, избегая сильного вскипания, и после прекращения выделения окислов азота помещают в муфельную печь при температуре 250 °С, постепенно повышая температуру до 450 °С в течение 30 мин (по 50 °С). После прокаливания в полученном соединении не должно быть темных включений. При необходимости повторяют обработку азотной кислотой. После охлаждения до комнатной температуры содержимое тигля растворяют в 5 $см^3$ дистиллированной воды и 5 $см^3$ азотной кислоты, переносят в стаканчик вместимостью 50 $см^3$, прибавляют 5 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония по 8.3.3.1 и нагревают до кипения. Образование осадка желтого цвета свидетельствует о наличии в пробе фосфора.

8.4 Тест на холин

Метод основан на качественном определении холина в лецитинах с помощью хроматографии на бумаге.

8.4.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

Весы лабораторные с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,01 г.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Форсунка или другое приспособление для напыления.

Камера хроматографическая стеклянная с верхней пластиной и герметизирующей лентой.

Держатель для хроматограммы.

Микрошприц МШ-10 вместимостью 10 мм^3.

Бумага для бумажной хроматографии.

Стакан В-1—50(100) ТХС по ГОСТ 25336.

Фильтр бумажный «синяя лента».

Цилиндр 1(3)—50(100)—1 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1(3)—5—1 по ГОСТ 1770.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Колба 1—10—2 по ГОСТ 1770.

Колба 1—250—2 по ГОСТ 1770.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.

Холина хлорид.

n-бутанол, ч. д. а.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61, ч.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч.

Висмут (III) азотнокислый 5-водный по ГОСТ 4110, ч.

Селективный проявитель четвертичных аммониевых соединений (фосфатидилхолин, лизофосфатидилхолин) — реагент Драгендорфа.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками, не хуже приведенных выше, и реактивов, по качеству, не ниже указанных

8.4.2 Подготовка к анализу

8.4.2.1 Подготовка пробы — по 8.3.3.2.

8.4.2.2 Приготовление раствора соляной кислоты в соотношении (1:1)

Раствор соляной кислоты в соотношении (1:1) готовят разбавлением по объему соляной кислоты плотностью 1,15 г/см^3 (одна часть) дистиллированной водой (одна часть) в колбе вместимостью 10 см^3, при соблюдении ГОСТ 4517 (1.1, 1.5—1.7).

8.4.2.3 Приготовление тестируемого раствора

0,5 г анализируемой пробы помещают в стакан вместимостью 50 см^3, добавляют 5 см^3 соляной кислоты, разбавленной в соотношении (1:1), нагревают на кипящей водяной бане в течение 2 ч и отфильтровывают (тестируемый раствор), при соблюдении ГОСТ 4517 (1.1, 1.5—1.7).

8.4.2.4 Приготовление реагента для напыления

Раствор А. К основному 5-водному азотнокислому висмуту массой 0,85 г, помещенному в колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 ледяной уксусной кислоты и растворяют в 40 см^3 дистиллированной воды.

Раствор Б. 8 г йодистого калия растворяют в 20 см^3 дистиллированной воды.

Раствор В. Смешивают равные части растворов А и Б в стакане вместимостью 100 см^3.

Раствор хранят в темной бутыли не более 6 мес.

Раствор для напыления — реагент Драгендорфа. 10 см^3 раствора В смешивают с 20 см^3 ледяной уксусной кислоты и разбавляют дистиллированной водой до 100 см^3. Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа.

8.4.2.5 Приготовление контрольного раствора холин-хлорида в соотношении (1:200)

Раствор холин-хлорида готовят в соотношении (1:200) разбавлением по объему холин-хлорида (одна часть) дистиллированной водой (двести частей) в колбе вместимостью 250 см^3. Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа.

8.4.2.6 Приготовление элюента *n*-бутанол — дистиллированная вода — уксусная кислота в соотношении (4:2:1)

Элюент готовят в соотношении (4:2:1) смешиванием *n*-бутанола (четыре части) с дистиллированной водой (две части) и уксусной кислотой (одна часть). Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа.

8.4.3 Проведение анализа

На стартовую линию, обозначенную на бумаге, наносят микрошприцем по 10 мм^3 тестируемого раствора по 8.4.2.3 и контрольного раствора по 8.4.2.5 в виде точек. В хроматографическую камеру наливают элюент по 8.4.2.6, закрывают и оставляют на 18—20 ч для установления равновесного давления паров. После этого хроматограмму в камере подвешивают с помощью держателя таким образом, чтобы ее нижний конец был погружен в растворитель на глубину от 1 до 2 см.

Фиксируют подъем фронта растворителя на высоту 25 см, затем высушивают на воздухе. Хроматограмму проявляют, опрыскивая реагентом Драгендорфа. Идентификацию проводят, сравнивая величины R_f, полученные для тестируемого и контрольного растворов, где R_f — отношение расстояния миграции пятна тестируемого (или контрольного) раствора до линии старта к расстоянию миграции границы элюента до линии старта. Величины R_f красно-оранжевых пятен, полученных из тестируемого раствора, должны быть идентичны показателям контрольного раствора, что свидетельствует о наличии холина в анализируемой пробе.

8.5 Тест на жирные кислоты

Метод основан на качественном определении жирных кислот в лецитинах.

8.5.1 Средства измерений, посуда, вспомогательные устройства, реактивы

Весы лабораторные с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,01 г.

Баня ледяная.

Холодильник ХПТ-1—100—14/23 ХС ГОСТ 25336.

Колба коническая Кн-2—250—40 ТСХ по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—50—1 по ГОСТ 1770.

Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и/или часы-будильник по ГОСТ 27752.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения от 0 °С до 50 °С, ценой деления 0,5 °С по ГОСТ 28498.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательных устройств с техническими характеристиками не хуже приведенных выше и реактивов по качеству не ниже указанных.

8.5.2 Подготовка к анализу

8.5.2.1 Раствор гидроокиси калия молярной концентрации c (KOH) = 0,5 моль/дм^3 в этиловом спирте готовят по ГОСТ 25794.3.

8.5.2.2 Подготовка пробы — по 8.3.3.2.

8.5.3 Проведение анализа

1,0 г анализируемой пробы помещают в колбу вместимостью 250 см^3 с обратным холодильником, добавляют 25 см^3 раствора гидроокиси калия в этиловом спирте, подготовленного по 8.5.2.1, и нагревают на кипящей водяной бане в течение 1 ч. Затем охлаждают до температуры 0 °С. Образование осадка калийной соли жирных кислот (мыла) свидетельствует о наличии в пробе жирных кислот.

8.6 Тест на гидролизованный лецитин (для жидких лецитинов)

Метод основан на способности гидролизованного лецитина образовывать гомогенную эмульсию при перемешивании с дистиллированной водой.

8.6.1 Средства измерений, посуда, вспомогательные устройства

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения от 0 °С до 50 °С, ценой деления 0,5 °С по ГОСТ 28498.

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,1 г.

Стакан В(Н)-1—1000 ТС (ТСХ) по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—100—1 ГОСТ 1770.

Палочка стеклянная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательных устройств с техническими характеристиками не хуже приведенных выше и реактивов по качеству не ниже указанных.

8.6.2 Подготовка пробы — по 8.3.3.2.

8.6.3 Проведение анализа

В стакан вместимостью 1000 см^3 наливают 500 см^3 дистиллированной воды, имеющей температуру от 30 °С до 35 °С, затем медленно, при постоянном перемешивании добавляют 50 см^3 пробы. Смесь энергично перемешивают стеклянной палочкой 2—3 мин. Гидролизованный лецитин диспергируется и формирует гомогенную эмульсию. Негидролизованный лецитин не диспергируется и осаждается.

8.7 Определение массовой доли веществ, нерастворимых в толуоле

Метод основан на растворении анализируемых лецитинов в толуоле, фильтровании раствора и взвешивании высушенного осадка.

8.7.1 Средства измерений, посуда, вспомогательное оборудование, устройства, реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,00001 г.

Фильтр ФКП-40-ПОР 40 ХС по ГОСТ 25336 или фильтр обезжиренный обеззоленный.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного режима нагрева от 20 °С до 200 °С.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С, ценой деления 0,5 °С по ГОСТ 28498.

Баня водяная.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Колба Кн-1–250–34 ТСХ по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)–100–1 по ГОСТ 1770.

Стекло предметное.

Толуол по ГОСТ 5789, ч. д. а.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, вспомогательных оборудования и устройств с техническими характеристиками не хуже приведенных выше и реактивов по качеству не ниже указанных.

8.7.2 Подготовка пробы — по 8.3.3.2.

8.7.3 Проведение анализа

Высушивают фильтр в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с записью результата до четвертого знака после запятой. Высушивание фильтра проводят до постоянной массы.

Взвешивают пробу массой 10 г с записью результата до четвертого знака после запятой, помещают в колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 100 см^3 толуола и взбалтывают смесь до полного растворения лецитина. Отфильтровывают раствор через фильтр. Ополаскивают колбу 25 см^3 толуола и отфильтровывают ополаскивающую жидкость через фильтр. Повторяют ополаскивание тем же количеством растворителя. Полноту обезжиривания контролируют пробой на предметном стекле, которая должна испаряться без следов жира. При необходимости продолжают промывание осадка на фильтре до полного обезжиривания. Высушивают фильтр с осадком в сушильном шкафу в течение 30 мин при температуре (105 ± 2) °С, охлаждают в эксикаторе от 30 до 40 мин и взвешивают с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака. Высушивание проводят до постоянной массы. Массу считают постоянной, если разница между последующими взвешиваниями не будут превышать 0,002 г. При увеличении массы берут данные предыдущего взвешивания.

8.7.4 Обработка результатов

Массовую долю веществ, нерастворимых в толуоле, X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2)}{m} 100, \quad (1)$$

где m_1 — масса фильтра с осадком, г;

m_2 — масса фильтра, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m — масса анализируемой пробы по 8.7.5, г.

Вычисления проводят с записью результата до третьего знака после запятой.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений $X_{1ср.}$, %, округленное до второго знака после запятой, если выполняются усло-

вия приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при $P = 95$ %, не превышает предела повторяемости $r = 0,03$ %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 95$ %, не превышает предела воспроизводимости $R = 0,04$ %.

Границы абсолютной погрешности определений веществ, нерастворимых в толуоле ±0,03 % при $P = 95$ %.

8.8 Определение массовой доли веществ, нерастворимых в ацетоне

Метод основан на диспергировании анализируемых лецитинов в ацетоне при температуре 0 °С, отфильтровывании раствора, отделении осадка и его высушивании при температуре (105 ± 2) °С с последующим взвешиванием осадка. Содержание веществ, нерастворимых в ацетоне, является показателем содержания полярных липидов в лецитине.

8.8.1 Средства измерения, посуда, вспомогательное оборудование и устройства, реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,00001.

Шкаф сушильный лабораторный или вакуумный с терморегулятором, обеспечивающий поддержание температуры от 20 °С до 200 °С.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения от –10 °С до +50 °С, ценой деления 0,5 °С по ГОСТ 28498.

Эксикатор 2—190(250) по ГОСТ 25336 со свежим силикагелем или другим эффективным влагопоглотителем.

Цилиндр 1(3)—25—1 по ГОСТ 1770.

Стакан В-1—150 ТС по ГОСТ 25336.

Колба Кн-2—250(500)—29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Воронка В-56—80 по ГОСТ 25336.

Стаканчик для взвешивания СВ-24/10 по ГОСТ 25336.

Стекло часовое.

Палочка стеклянная.

Фильтр обеззоленный, обезжиренный.

Холодильник бытовой по ГОСТ 26678.

Ацетон по ГОСТ 2603, ч. д. а.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательных устройств и оборудования с техническими характеристиками не хуже приведенных выше и реактивов по качеству не ниже указанных.

8.8.2 Подготовка пробы — по 8.3.3.2.

8.8.3 Проведение анализа

Фильтр в стаканчике для взвешивания высушивают в сушильном шкафу в течение 1 ч при температуре (105 ± 2) °С, охлаждают в эксикаторе 30—40 мин и взвешивают с записью результата до четвертого знака после запятой. Последующие взвешивания проводят через каждые 30 мин после сушки до достижения постоянной массы. Массу считают постоянной, если разница между последующими взвешиваниями не будет превышать 0,002 г. При последующем увеличении разницы между взвешиваниями берут данные предыдущего взвешивания.

Пробу лецитина тщательно перемешивают. 5 г анализируемой пробы помещают в стакан вместимостью 150 $см^3$, взвешивают с точностью до 0,001 г, добавляют 20 $см^3$ ацетона, охлажденного до 0 °С, и взбалтывают с помощью стеклянной палочки в течение 2 мин, после чего стакан оставляют в ледяной бане от 5 до 10 мин. Затем фильтруют раствор в колбу через фильтр, предварительно доведенный до постоянной массы. Охлажденный ацетон добавляют в стакан к исходной части анализируемой пробы порциями по 20 $см^3$, перемешивают и фильтруют в колбу. Операцию повторяют до полного превращения загущенной пробы в тонкий порошок и полного перенесения его на фильтр. Стакан и стеклянную палочку тщательно обмывают охлажденным ацетоном и фильтруют в колбу. Осадок на фильтре промывают до полного обезжиривания (капля фильтрата на часовом стекле испаряется без остатка и следов жира). После этого фильтр с осадком в стаканчике для взвешивания помещают в сушильный шкаф и сушат при температуре (105 ± 2) °С в течение 1 ч, после чего охлаждают в эксикаторе 30—40 мин и взвешивают, записывая результаты до четвертого знака после запятой. Последующие взвешивания проводят через каждые 30 мин сушки до постоянной массы. Массу считают постоянной, если разница

между последующими взвешиваниями не будет превышать 0,002 г. При увеличении массы берут данные предыдущего взвешивания.

8.8.4 Обработка результатов

Массовую долю веществ, нерастворимых в ацетоне, X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_2 - m_1}{m} 100 - X_1, \quad (2)$$

где m_1 — масса стаканчика для взвешивания с фильтром, г;

m_2 — масса стаканчика для взвешивания с фильтром и осадком после высушивания, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m — масса анализируемой пробы по 8.8.3, г;

X_1 — массовая доля веществ, нерастворимых в толуоле, определяемая по 8.7.4, %.

Вычисления проводят с записью результата до второго знака после запятой.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений $X_{2_{ср}}$, %, округленное до первого знака после запятой, если выполняются условия приемлемости

$$\frac{|X_{2_1} - X_{2_2}|}{X_{2_{ср}}} 100 \le r, \quad (3)$$

где X_{2_1}, X_{2_2} — результаты определения двух параллельных определений массовой доли веществ, нерастворимых в ацетоне, %;

$X_{2_{ср}}$ — среднее значение двух параллельных определений массовой доли веществ, нерастворимых в ацетоне, %;

r — значение предела повторяемости, приведенное в таблице 5.

Результат анализа представляют в виде

$$X_{2ср} \pm 0{,}01\delta X_{2_{ср}}, \text{ при } P = 0{,}95, \quad (4)$$

где $X_{2_{ср}}$ — среднее арифметическое значение результатов двух пар определений, признанных приемлемыми, %;

δ — границы относительной погрешности определений, %.

Предел повторяемости r и воспроизводимости R, а также показатель точности δ для определения массовой доли веществ, нерастворимых в ацетоне, (см. таблицу 3), приведены в таблице 5.

Таблица 5

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 $P = 0{,}95$
2,0	3,0	2,0

8.9 Определение массовой доли влаги и летучих веществ

Метод основан на способности лецитинов, помещенных в сушильный шкаф, освобождаться от влаги и летучих веществ при температуре 105 °С. Массовую долю потерь определяют по разности в массе навески лецитина до и после высушивания.

8.9.1 Средства измерений, посуда, вспомогательные устройства и оборудование, реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,00001 г.

Шкаф сушильный лабораторный или вакуумный, обеспечивающий поддержание температуры от 20 °С до 200 °С.

Стаканчик для взвешивания СН-45/13 по ГОСТ 25336 или алюминиевые бюксы, диаметром 50 мм и высотой 40 мм (50 мм).

Цилиндр 1(3)–50(100)–1 по ГОСТ 1770.

Колба 1–5(10, 25,50,100,200,250,300,500)–2 по ГОСТ 1770.

Палочка стеклянная.

Эксикатор 2–190(250) по ГОСТ 25336.

Песок речной.

Сито с диаметром отверстий 5 мм; 1,0—1,5 мм.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.

Лакмус или метиловый оранжевый (индикаторы).

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательных устройств и оборудования с техническими характеристиками не хуже приведенных выше, и реактивов по качеству не ниже указанных.

8.9.2 Подготовка к анализу

8.9.2.1 Подготовка пробы — по 8.3.3.2.

8.9.2.2 Приготовление раствора соляной кислоты в соотношении (1:1)

Раствор соляной кислоты в соотношении (1:1) готовят растворением по объему соляной кислоты (одна часть) дистиллированной водой (одна часть) в мерной колбе, при соблюдении ГОСТ 4517 (1.1, 1.5—1.7).

Вместимость посуды (колбы) подбирают в зависимости от объема приготавливаемой соляной кислоты для промывки необходимого количества песка, взятого для подготовки.

8.9.2.3 Подготовка песка

Песок просеивают через сито диаметром 5 мм и промывают водопроводной водой. К промытому песку приливают раствор соляной кислоты по 8.9.2.2, перемешивают и оставляют на 12 ч. Затем раствор кислоты сливают и тщательно промывают песок до исчезновения кислой реакции (проба на лакмус или метиловый оранжевый). Последнее промывание проводят дистиллированной водой. Песок сушат и просеивают через сито 1,0—1,5 мм, прокаливают в муфельной печи при температуре белого каления до полного удаления органических веществ. Подготовленный песок хранят в закрытой банке — не более 6 мес.

8.9.3 Проведение анализа

В чистые бюксы с крышками и стеклянными палочками взвешивают 2—3 г предварительно подготовленного песка по 8.9.2.3, записывают результаты до четвертого знака после запятой и вместе со стеклянной палочкой сушат в сушильном шкафу при температуре от 100 °С до 105 °С до постоянной массы, проводя первое и последующие взвешивания через каждые 30 мин и охлаждая в эксикаторе в течение от 30 до 40 мин, с записью результата каждого взвешивания до четвертого знака после запятой.

В подготовленные бюксы с песком взвешивают от 2 до 3 г пробы лецитина с записью результата до четвертого знака после запятой. Лецитин перемешивают с песком с помощью стеклянной палочки и сушат в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С до постоянной массы, периодически помешивая палочкой. Первое взвешивание производят через 2 ч сушки. Бюкс быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают. Последующие взвешивания проводят через каждый час высушивания.

Массу считают постоянной, если разница между двумя взвешиваниями не превышает 0,005 г. В случае увеличения массы, берут данные предыдущего взвешивания.

8.9.4 Обработка результатов

Массовую долю влаги и летучих веществ X_3, %,вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(m_1 - m_2)}{m} 100, \quad (5)$$

где m_1 — масса бюкса с пробой до высушивания, г;

m_2 — масса бюкса с пробой после высушивания, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m — масса анализируемой пробы по 8.9.3, г.

Вычисления проводят с записью результата до третьего десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{3ср}$, %, округленное до второго знака после запятой, если выполняются условия приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,05 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,07 %.

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли влаги и летучих веществ ±0,05 % при P = 95 %.

8.10 Определение кислотного числа

Метод основан на растворении лецитинов в смеси хлороформа и этилового спирта и титровании кислых компонентов раствором гидроокиси калия.

8.10.1 Средства измерений, посуда, вспомогательное оборудование, реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,0001 г.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С, ценой деления 0,5 °С по ГОСТ 28498.

Секундомер.

Колба Кн-1–250–40 ТСХ по ГОСТ 25336.

Бюретка I–2–25–0,05 по ГОСТ 29251.

Цилиндр мерный 1–50–1 по ГОСТ 1770.

Баня водяная.

Хлороформ по ГОСТ 20015, очищенный.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч., или стандарт-титр (фиксанал).

Фенолфталеин (индикатор).

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не хуже приведенных выше и реактивов по качеству не ниже указанных

8.10.2 Подготовка к анализу

8.10.2.1 Спиртовой раствор массовой долей фенолфталеина 1,0 % готовят по ГОСТ 4919.1.

8.10.2.2 Стандартный раствор гидроокиси калия молярной концентрации c (КОН) = 0,1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.3 (подраздел 2.4) или из стандарт-титра (фиксанала). Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа.

8.10.2.3 Приготовление смеси хлороформа и этилового спирта

Смешивают 66 см^3 хлороформа и 34 см^3 этилового спирта. К полученной смеси добавляют несколько капель фенолфталеина и нейтрализуют до слабо-розовой окраски раствором гидроокиси калия молярной концентрации c (КОН) = 0,1 моль/дм^3. Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа.

8.10.2.4 Подготовка пробы — по 8.3.3.2.

8.10.3 Проведение анализа

Взвешивают хорошо перемешанную пробу массой от 0,5 до 2,0 г с записью результата взвешивания до третьего знака после запятой, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3. Затем быстро добавляют 50 см^3 свежеприготовленной смеси хлороформа и этилового спирта, перемешивают, добавляют от 1 до 3 капель фенолфталеина по 8.10.2.1 и титруют раствором гидроокиси калия, подготовленного по 8.10.2.2, до получения слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 60 с.

8.10.4 Обработка результатов

Кислотное число лецитинов X_4, мг КОН/г, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{VC \cdot 56{,}1}{m}, \qquad (6)$$

где V — объем гидроокиси калия молярной концентрации c (КОН) = 0,1 моль/дм^3 раствора, израсходованный на титрование пробы, см^3;

C — молярная концентрация стандартного титрованного раствора гидроокиси калия, вычисленная с учетом поправки к номинальной молярной концентрации, моль/дм^3;

56,1 — масса гидроокиси калия, соответствующая 1 см^3 гидроокиси калия молярной концентрации c (КОН) = 0,1 моль/дм^3 раствора, мг КОН;

m — масса анализируемой пробы по 8.10.3, г.

Вычисления проводят с записью результата до второго знака после запятой.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений $X_{4_{ср}}$, %, округленное до первого знака после запятой, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{\left|X_{4_1} - X_{4_2}\right|}{X_{4_{ср}}} 100 \le r, \qquad (7)$$

где X_{4_1}, X_{4_2} — результаты определений двух параллельных определений кислотного числа, мг КОН/г;

$X_{4_{ср}}$ — среднее значение двух параллельных определений кислотного числа, мг КОН/г;

r — значение предела повторяемости, приведенное в таблице 6.

Результат анализа представляют в виде

$$X_{4_{ср}} \pm 0{,}01\delta X_{4_{ср}}, \text{ при } P = 0{,}95, \quad (8)$$

где $X_{4_{ср}}$ — среднее арифметическое значение результатов двух пар определений, признанных приемлемыми, мг КОН/г;

δ — границы относительной погрешности определения, %.

Предел повторяемости r и воспроизводимости R, а также показатель точности δ для диапазона определений кислотного числа (см. таблицу 3) приведены в таблице 6.

Таблица 6

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 $P = 0{,}95$
3,0	5,0	3,0

8.11 Определение перекисного числа

Метод основан на реакции взаимодействия продуктов окисления лецитина с йодистым калием в смеси ледяной уксусной кислоты и хлороформа с последующим количественным определением выделившегося йода раствором тиосульфата натрия титриметрическим методом.

8.11.1 Средства измерений, посуда и реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,0001 г.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения от 0 °С до 50 °С, ценой деления 0,5 °С по ГОСТ 28498.

Бюретка I-1(2,3)-1(2)-5(10)-0,02(0,05) по ГОСТ 29251.

Цилиндр мерный 1–50–1 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-1–250–34 ТСХ по ГОСТ 25336.

Колба 1–100–2 по ГОСТ 1770.

Стаканчик для взвешивания СВ-24/10 по ГОСТ 25336.

Баня водяная.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч. ледяная.

Хлороформ по ГОСТ 20015, очищенный.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч.

Крахмал по ГОСТ 10163, ч.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, ч. или стандарт-титр (фиксанал).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками не хуже приведенных выше, и реактивов по качеству не ниже указанных.

8.11.2 Подготовка к анализу

8.11.2.1 Приготовление смеси ледяной уксусной кислоты и хлороформа в соотношении (3:2)

Смесь готовят добавлением к ледяной уксусной кислоте (три части) хлороформа (две части) в мерной колбе. Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа.

8.11.2.2 Раствор тиосульфата натрия молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.2 (подраздел 2.11) или из стандарт-титра (фиксанала).

Срок хранения раствора тиосульфата натрия c ($Na_2S_2O_3$) = 0,1 моль/дм^3 без дополнительного контроля концентрации — не более 1 мес.

По истечении срока хранения необходимо определить поправку к номинальной концентрации раствора тиосульфата натрия. Раствор применяют, если величина поправки составляет более 0,9.

Раствор не применяют, если при его хранении появляются хлопья или осадок.

8.11.2.3 Раствор крахмала массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4517. Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа.

8.11.2.4 Дистиллированную воду, не содержащую углекислоту, готовят по ГОСТ 4517. Срок хранения — 6 мес.

8.11.2.5 Приготовление насыщенного раствора йодистого калия

14 г йодистого калия растворяют в 8 г дистиллированной воды по 8.11.2.4 при температуре от 50 °С до 70 °С, и раствор оставляют при комнатной температуре не менее чем на 3 ч. Важно, чтобы раствор был насыщенным.

Раствор хранят в темноте. Пригодность раствора можно протестировать следующим образом: добавить две капли раствора крахмала по 8.11.2.3 к 0,5 $см^3$ раствора йодистого калия, растворенного в 30 $см^3$ смеси уксусной кислоты и хлороформа по 8.11.2.1. Раствор йодистого калия не применяют, если для исчезновения синего окрашивания потребуется добавить более одной капли раствора тиосульфата натрия по 8.11.2.2.

8.11.2.6 Раствор тиосульфата натрия молярной концентрации $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0{,}01$ моль/$дм^3$ (0,01 н) готовят в мерной колбе разбавлением раствора по 8.11.2.2 в 10 раз. Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа.

8.11.2.7 Подготовка пробы — по 8.3.3.2.

Пробу, не взбивая, перемешивают до однородного состояния. Все работы выполняют при рассеянном дневном или искусственном освещении. Необходимо избегать прямых солнечных лучей.

8.11.3 Проведение анализа

8.11.3.1 Взвешивают пробу массой 5 г с записью результата до третьего знака после запятой, помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, добавляют 30 $см^3$ смеси ледяной уксусной кислоты и хлороформа по 8.11.2.1, закрывают притертой пробкой и взбалтывают ее до полного растворения. Добавляют 0,5 $см^3$ раствора йодистого калия по 8.11.2.5, закрывают притертой пробкой, встряхивают 1 мин и оставляют стоять в темном месте в течение 20 мин, затем добавляют 30 $см^3$ дистиллированной воды и перемешивают. Добавляют 0,5 $см^3$ раствора крахмала и титруют раствором тиосульфата натрия приготовленного по 8.11.2.6, энергично взбалтывая до исчезновения синей и появления молочно-белой окраски, устойчивой в течение 60 с, продолжая энергично взбалтывать содержимое, чтобы весь йод перешел из органической фазы (хлороформ) в водную.

8.11.3.2 Холостой опыт проводят аналогично без пробы лецитина, на него должно быть израсходовано не более 0,1 $см^3$ раствора тиосульфата натрия молярной концентрации, соответственно по 8.11.2.6. При невыполнении данного условия проверяют соответствие реактивов требованиям стандартов.

В случае невозможности определить переход цвета индикатора при проведении анализа используют метод, приведенный в приложении А.

8.11.4 Обработка результатов

Перекисное число лецитинов X_5, ммоль/кг активного кислорода, вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{(V_1 - V_0)C}{m} 1000, \qquad (9)$$

где V_1 — объем раствора тиосульфата натрия молярной концентрации $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0{,}01$ моль/$дм^3$, израсходованный на титрование пробы, $см^3$;

V_0 — объем раствора тиосульфата натрия молярной концентрации $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0{,}01$ моль/$дм^3$, израсходованный на титрование в холостом опыте, $см^3$;

C — молярная концентрация раствора тиосульфата натрия, вычисленная с учетом поправки к номинальной молярной концентрации, определенной по ГОСТ 25794.2 (пункт 2.11.3), моль/$дм^3$;

1000 — коэффициент пересчета результата в ммоль/кг;

m — масса анализируемой пробы по 8.11.3.1, г.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений $X_{5ср}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при $P = 95$ %, не превышает предела повторяемости $r = 0{,}2$ ммоль/кг активного кислорода.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 95$ %, не превышает предела воспроизводимости $R = 0{,}3$ ммоль/кг активного кислорода.

Границы абсолютной погрешности определений перекисного числа ±0,2 ммоль/кг активного кислорода при $P = 95$ %.

8.12 Определение цветного числа

8.12.1 Определение цветного числа с использованием стандартных растворов йодометрической шкалы (арбитражный метод)

Метод основан на сравнении цвета лецитина в толуоле с интенсивностью цвета стандартных растворов йодометрической шкалы.

8.12.1.1 Средства измерений, посуда и реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,001 г.

Стаканчики для взвешивания СВ-19/9(24/10;34/12), СН-34/12(45/13) по ГОСТ 25336.

Бюретки I–1(2,3)–2–50–0,1 по ГОСТ 29251.

Пипетки 1–2(2а)–2–10 по ГОСТ 29227.

Колба Кн-2–100–34 ТХС по ГОСТ 25336.

Колба 2–100(250)–2 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1(3)–50(100)–1 по ГОСТ 1770.

Стакан В(Н)-1–150 ТС (ТСХ) по ГОСТ 25336.

Воронки стеклянные В-36–80 ХС или В-56–80 ХС по ГОСТ 25336.

Пробирки из бесцветного стекла с внутренним диаметром 10 мм.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Йод по ГОСТ 4159, ч.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч.

Натрия тиосульфат по ГОСТ 27068, ч. д. а.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, ч.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по 8.11.2.2, ч. д. а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Толуол по ГОСТ 5789, ч. д. а.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками не хуже приведенных выше, и реактивов по качеству не ниже указанных.

8.12.1.2 Отбор проб — по 8.1.

8.12.1.3 Условия проведения испытания — по 8.3.2.

Определения проводят при рассеянном дневном свете и комнатной температуре не более 20 °С.

8.12.1.4 Подготовка к испытанию

а) Раствор тиосульфата натрия молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,01 моль/дм^3 готовят разбавлением раствора по 8.11.2.2 в 10 раз. Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа.

б) Крахмал растворимый массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4517.

в) Раствор соляной кислоты массовой долей 10 % плотностью 1,05 г/см^3 готовят по ГОСТ 4517.

г) Приготовление шкалы стандартных растворов йода.

В стаканчике с притертой крышкой взвешивают йод массой от 0,25 до 0,27 г, а также йодистый калий массой от 0,50 до 0,54 г и растворяют в 10 см^3 дистиллированной воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и взбалтывают.

Точную концентрацию (титр) приготовленного раствора йода устанавливают следующим образом: к 10 см^3 раствора йода прибавляют от 20 до 30 см^3 дистиллированной воды, от 2 до 3 см^3 соляной кислоты и титруют раствором тиосульфата натрия по перечислению а) 8.12.1.4, прибавляя в конце титрования 0,5 см^3 раствора крахмала в качестве индикатора по перечислению б) 8.12.1.4. Титруют до полного обесцвечивания.

После установления точной концентрации (титра) отмеривают бюреткой такое количество раствора йода, чтобы после разбавления его в мерной колбе до 100 см^3 концентрация раствора составила точно 100 мг йода в 100 см^3 раствора.

Объем раствора йода X_6, см^3, необходимый для приготовления 100 см^3 раствора с концентрацией 100 мг йода в 100 см^3, рассчитывают по формуле

$$X_6 = \frac{V_1 \cdot 100}{V_2 \cdot 1{,}269}, \qquad (10)$$

где V_1 — объем раствора йода, взятый на титрование, см^3;

100 — коэффициент пересчета результата в см^3;

V_2 — объем раствора тиосульфата натрия молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = = 0,01 моль/дм^3 раствора, израсходованный на титрование, см^3;

1,269 — количество йода, соответствующее 1 см^3 раствора тиосульфата натрия молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,01 моль/дм^3, мг/см^3.

В пробирки, предварительно прокипяченные в растворе соляной кислоты по перечислению в) 8.12.1.4, тщательно промытые и высушенные, отмеряют градуированными пипетками или бюретками стандартный раствор йода и дистиллированную воду в объемах, приведенных в таблице 7.

Таблица 7

Цветное число, мг йода	Объем, $см^3$		Цветное число, мг йода	Объем, $см^3$	
	Стандартный раствор йода	Дистиллированная вода		Стандартный раствор йода	Дистиллированная вода
100	10,0	0,0	20	2,0	8,0
90	9,0	1,0	18	1,8	8,2
80	8,0	2,0	16	1,6	8,4
70	7,0	3,0	14	1,4	8,6
60	6,0	4,0	12	1,2	8,8
50	5,0	5,0	10	1,0	9,0
40	4,0	6,0	8	0,8	9,2
35	3,5	6,5	6	0,6	9,4
30	3,0	7,0	4	0,4	9,6
25	2,5	7,5	2	0,2	9,8

Пробирки закрывают, запаивают и отмечают на них концентрацию йодного раствора, выраженную в мг йода в 100 $см^3$ раствора.

Йодную шкалу хранят в темном месте и проверяют через каждые 6 мес.

Возможно использование готовых шкал.

д) Подготовка пробы — по 8.3.3.2.

8.12.1.5 Проведение анализа

В стакане вместимостью 150 $см^3$ взвешивают лецитин массой 10 г с записью результата до второго знака после запятой и растворяют в 50 $см^3$ толуола. При получении мутного раствора, обусловленного большим содержанием влаги, раствор обезвоживают, добавляя к нему сернокислый натрий, предварительно прокаленный по ГОСТ 4166 (подраздел 3.3), до полного исчезновения мути. Затем раствор фильтруют через двойной фильтр, количественно перенося в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Фильтр с сернокислым натрием промывают толуолом, сливая промывную жидкость в ту же колбу, и доводят объем раствора до 100 $см^3$. Часть полученного раствора наливают в сухую чистую пробирку и сравнивают со стандартными растворами йодной шкалы по перечислению г) 8.12.1.4 на белом фоне. Подбирают наиболее подходящую по интенсивности окраски пробирку с раствором йода в соответствии с 8.12.1.6.

8.12.1.6 Обработка результатов

Значение цветного числа раствора лецитина в толуоле принимают равным значению цветного числа стандартного раствора, имеющего одинаковую или наиболее близкую окраску с раствором лецитина.

8.12.2 Определение цветного числа лецитина может быть выполнено с использованием йодной шкалы, встроенной в тинтометр Ловибонда, и шкалы Гарднера в соответствии с требованиями, изложенными в приложениях Б и В.

8.13 Определение вязкости

Вязкость жидких или пастообразных лецитинов определяют на ротационных вискозиметрах, таких как Brookfield, Реотест-2 или других вискозиметрах с аналогичными характеристиками, удовлетворяющими диапазону измерений.

Измерения проводят при температуре 25 °С.

Процедуру измерений и их расчетную оценку проводят в соответствии с инструкцией, прилагаемой к конкретному прибору, утвержденного типа и прошедшего проверку.

При измерении вязкости на вискозиметре Реотест-2 используют цилиндр S_2.

8.14 Определение массовой доли мышьяка

8.14.1 Отбор проб — по 8.1.

8.14.2 Условия проведения анализа — по 8.3.2.

8.14.3 Подготовка пробы — по 8.3.3.2, [3].

8.14.4 Определение массовой доли мышьяка — по ГОСТ Р 51766, ГОСТ Р 51962, ГОСТ 26930, ГОСТ 30538.

8.15 Определение массовой доли свинца

8.15.1 Отбор проб — по 8.1.
8.15.2 Условия проведения анализа — по 8.3.2.
8.15.3 Подготовка пробы — по 8.3.3.2, [3].
8.15.4 Определение массовой доли свинца — по ГОСТ Р 51301, ГОСТ 26932, ГОСТ 30538, ГОСТ 30178.

8.16 Определение массовой доли ртути

8.16.1 Отбор проб — по 8.1.
8.16.2 Условия проведения анализа — по 8.3.2.
8.16.3 Подготовка пробы — по 8.3.3.2, [3].
8.16.4 Определение массовой доли ртути — по ГОСТ 26927, [4].

8.17 Определение массовой доли кадмия

8.17.1 Отбор проб — по 8.1.
8.17.2 Условия проведения анализа — по 8.3.2.
8.17.3 Подготовка пробы — по 8.3.3.2, [3].
8.17.4 Определение массовой доли кадмия — по ГОСТ Р 51301, ГОСТ 26933, ГОСТ 30538, ГОСТ 30178.

8.18 Определение массовой доли афлатоксина B_1

8.18.1 Отбор проб — по 8.1.
8.18.2 Условия проведения анализа — по 8.3.2.
8.18.3 Подготовка пробы — по 8.3.3.2.
8.18.4 Определение массовой доли афлатоксина B_1 — по ГОСТ 30711.

8.19 Определение массовой доли гексахлорциклогексана (α, β, γ-изомеры)

8.19.1 Отбор проб — по 8.1.
8.19.2 Условия проведения анализа — по 8.3.2.
8.19.3 Подготовка пробы — по 8.3.3.2.
8.19.4 Определение массовой доли гексахлорциклогексана (α, β, γ-изомеры) — по [5].

8.20 Определение массовой доли (содержания) ДДТ и его метаболитов

8.20.1 Отбор проб — по 8.1.
8.20.2 Условия проведения анализа — по 8.3.2.
8.20.3 Подготовка пробы — по 8.3.3.2.
8.20.4 Определение массовой доли ДДТ и его метаболитов — по [6].

8.21 Определение радионуклидов

8.21.1 Отбор проб — по 8.1.
8.21.2 Условия проведения анализа — по 8.3.2.
8.21.3 Подготовка пробы — по 8.3.3. 2.
8.21.4 Определение массовой доли радионуклидов — по ГОСТ Р 52173, ГОСТ Р 52174, [7].

9 Транспортирование и хранение

9.1 Лецитины транспортируют в вагонах-цистернах, автоцистернах или других крытых транспортных средствах, предназначенных для перевозки пищевых продуктов, в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на каждом виде транспорта.

При транспортировании открытым автотранспортом бочки, ящики и другая транспортная тара с лецитином должны быть защищены от атмосферных осадков.

9.2 Цистерны должны соответствовать требованиям, предъявляемым к перевозке пищевых продуктов, быть чистыми, без постороннего запаха, плотно закрываться крышками и иметь нижние сливные устройства, а также устройства для обогрева. После налива горловина и нижние сливные устройства должны быть опломбированы.

9.3 Подогрев отгружаемых в зимнее время лецитинов производят до температуры не более 40 °С.

9.4 Лецитины хранят в хорошо очищенных закрытых металлических резервуарах, защищенных от солнечного света, в чистых складских помещениях при температуре от 0 °С до 35 °С.

9.5 Срок годности лецитинов устанавливает изготовитель. Лецитины должны отвечать всем вышеперечисленным требованиям качества и безопасности на протяжении всего срока годности.

Приложение А
(рекомендуемое)

Определение перекисного числа

А.1 Метод основан на предварительном растворении пробы лецитина в хлороформе, фильтрации раствора с последующей отгонкой хлороформа и реакции взаимодействия продуктов окисления лецитина с йодистым калием в растворе ледяной уксусной кислоты с последующим количественным определением выделившегося йода раствором тиосульфата натрия титриметрическим методом. Метод рекомендован для определения перекисного числа в лецитинах, для которых цветное число 10 %-ного раствора в толуоле составляет более 80 мг йода.

А.2 Средства измерений, посуда и реактивы — по 8.11.1.

А.3 Отбор проб — по 8.1.

А.4 Условия проведения анализа — по 8.3.2.

А.5 Подготовка к анализу

А.5.1 Раствор крахмала массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4517. Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа.

А.5.2 Дистиллированную воду, не содержащую углекислоту, готовят по ГОСТ 4517. Срок хранения — 6 мес.

А.5.3 Раствор йодистого калия массовой долей 50 % готовят растворением 50 г йодистого калия в 50 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа.

А.5.4 Раствор тиосульфата натрия молярной концентрации $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0{,}01$ моль/$дм^3$ (0,01 н) готовят по 8.11.2.6. Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа.

А.5.5 Подготовка пробы — по 8.3.3.2.

А.6 Проведение анализа

Пробу массой 12,5 г растворяют в 50 $см^3$ хлороформа при постоянном встряхивании в течение 30 мин, отфильтровывают раствор в колбу, при этом фильтровальную воронку накрывают стеклом.

В отдельную колбу вместимостью 250 $см^3$ и высушенный, доведенный до постоянной массы и взвешенный стаканчик вместимостью 50 $см^3$ помещают по 5 $см^3$ (далее — аликвота) полученного фильтрата.

Стаканчик с аликвотой помещают в водяную баню для упаривания хлороформа (или оставляют на двое суток под тягой), высушивают в сушильном шкафу до постоянной массы и взвешивают до третьего знака после запятой. Массу считают постоянной, если разница между двумя последовательными взвешиваниями не превышает 0,005 г. Определяют массу лецитина m в данном объеме аликвоты по разности между массой стаканчика с аликвотой до упаривания и массой стаканчика с аликвотой после упаривания.

В колбу с 5 $см^3$ фильтрата добавляют 15 $см^3$ уксусной кислоты, 1 $см^3$ раствора йодистого калия по А.5.3, встряхивают в течение 1 мин и ставят в темное место под тягу на 5 мин. Затем добавляют 75 $см^3$ дистиллированной воды, от 0,5 до 1,0 $см^3$ раствора крахмала по А.5.1 и оттитровывают полученную смесь раствором тиосульфата натрия по А.5.4 до исчезновения синей окраски при энергичном взбалтывании.

А.7 Обработка результатов

Перекисное число лецитинов X_5, ммоль/кг активного кислорода, вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{(V_1 - V_0)C}{m} 1000, \qquad (А.1)$$

где V_1 — объем раствора тиосульфата натрия молярной концентрацией $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0{,}01$ моль/$дм^3$, израсходованный на титрование пробы, $см^3$;

V_0 — объем раствора тиосульфата натрия молярной концентрации $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0{,}01$ моль/$дм^3$, израсходованный на титрование в холостом опыте, $см^3$;

C — действительная концентрация использованного раствора тиосульфата натрия, вычисленная с учетом поправки к номинальной молярной концентрации, определенной по ГОСТ 25794.2 (пункт 2.11.3), моль/$дм^3$;

1000 — коэффициент пересчета результата в ммоль/кг;

m — масса лецитина в соответствии с приложением А (А.6), г.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

За окончательный результат определений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{5_{ср}}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при $P = 95$ %, не превышает предела повторяемости $r = 0{,}2$ ммоль/кг активного кислорода.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 95$ %, не превышает предела воспроизводимости $R = 0{,}3$ ммоль/кг активного кислорода.

Границы абсолютной погрешности определений перекисного числа ±0,2 ммоль/кг активного кислорода при $P = 95$ %.

Приложение Б
(рекомендуемое)

Определение цветного числа с использованием йодной шкалы, встроенной в тинтометр Ловибонда

Б.1 Сущность метода

Метод основан на сравнении цвета лецитина с йодной шкалой, встроенной в тинтометр Ловибонда.

Б.2 Средства измерения, посуда, вспомогательное оборудование и реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,001 г.

Тинтометр Ловибонда со встроенной йодной шкалой.

Кювета с толщиной слоя 10 мм.

Стакан В(Н)-1–150(250) по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)–100–1 по ГОСТ 1770.

Колба 2–100–2 по ГОСТ 1770.

Толуол по ГОСТ 5789, ч. д. а.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и реактивов по качеству не ниже указанных.

Б.3 Отбор проб — по 8.1.

Б.4 Условия проведения анализа — по 8.3.2.

Б.5 Подготовка пробы — по 8.3.3.2.

Б.6 Проведение анализа

В стакане взвешивают 10,0 г лецитина с записью результата до второго знака после запятой и растворяют в 70 $см^3$ толуола. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Ополаскивают стакан толуолом и сливают в ту же колбу. Объем раствора в колбе доводят до метки 100 $см^3$ толуолом.

Для измерения показателя цветности раствор переносят в кювету прибора и проводят сравнение с йодной шкалой. Если раствор содержит замутняющие вещества, его предварительно центрифугируют.

Б.7 Обработка результатов

Окраску выражают в единицах цветного числа по йоду.

Б.8 Оформление результатов измерений

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать одной единицы. Кюветы перед каждым определением тщательно промывают.

Приложение В
(рекомендуемое)

Определение цветного числа лецитина по шкале Гарднера

В.1 Сущность метода заключается в установлении соответствия интенсивности окрашивания 10 %-ного раствора лецитина в толуоле цветной шкале Гарднера.

В.2 Средства измерения, посуда, вспомогательное оборудование и реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,0001 г.

Тинтометр Ловибонда со встроенной шкалой Гарднера или другой аналогичный прибор.

Кювета с толщиной слоя 10 мм.

Пипетка 1–2–10 по ГОСТ 29169.

Пипетки 1–1(2)–1(2)–1(5; 10; 25) по ГОСТ 29227.

Бюретки I–1(2)–1(2)–10–0,05; I–1(2)–1(2)–25–0,1; I–1(2)–1(2)–50–0,1; I–1(2)–1(2)–100–0,2 по ГОСТ 29251.

Колбы Кн-1–500–29/32 ТСХ, Кн-1–1000–45/40 ТСХ по ГОСТ 25336.

Стаканы химические В-1–100(400; 1000) ТСХ по ГОСТ 25336.

Колбы 2–10(25; 50; 100)–2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1(3)–50(250; 1000)–1(2) по ГОСТ 1770.

Пробирки неградуированные вместимостью 10 $см^3$ из прозрачного бесцветного стекла с герметично закрывающимися пробками.

Штатив для пробирок, окрашенный в белый цвет, с тремя отверстиями, расположенными на одинаковом расстоянии.

Фильтры обеззоленные (синяя лента).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Парафин по ГОСТ 23683.

Калия хлорплатинат или платинохлористоводородная кислота 6-водная, ч.

Железо (III) хлорид 6-водный по ГОСТ 4147, ч. д. а.

Кобальт хлористый 6-водный по ГОСТ 4525, ч.

Кислота соляная плотностью 1,19 $г/см^3$ по ГОСТ 3118, х. ч.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166, ч. д. а., прокаленный при температуре от 450 °С до 500 °С в течение 1 ч.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и реактивов, по качеству не ниже указанных.

В.3 Приготовление растворов и шкалы Гарднера

В.3.1 Приготовление основных растворов

Раствор А: водный раствор соляной кислоты молярной концентрации 0,1 $моль/дм^3$ готовят по ГОСТ 25794.1.

Раствор Б. 50 $см^3$ соляной кислоты плотностью 1,19 $г/см^3$ растворяют в 850 $см^3$ дистиллированной воды.

Раствор В: 0,790 г хлорплатината калия взвешивают с записью результата до третьего знака после запятой и переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в растворе А, при необходимости подогревают до (70 ± 10) °С до полного растворения соли, затем охлаждают до (20 ± 1) °С и доводят раствором А до метки.

При использовании платинохлористоводородной кислоты для приготовления раствора В навеску кислоты рассчитывают таким образом, чтобы содержание платины в растворе было таким же, как в случае применения хлорплатината калия.

Раствор Г: раствор хлорида железа (III) в соляной кислоте с массовой долей железа 16,66 %; готовят следующим образом: в стакане вместимостью 1000 $см^3$ взвешивают 1000 г хлорида железа (III) с записью результата до второго знака после запятой и растворяют в 240 г раствора Б, аналогично взвешенного.

Раствор Д: раствор хлористого кобальта в соляной кислоте с массовой долей кобальта 6,19 % готовят следующим образом: в колбу вместимостью 250 $см^3$ взвешивают 40 г хлористого кобальта с записью результата до второго знака после запятой и растворяют в 120 г раствора Б, аналогично взвешенного.

В.3.2 Приготовление растворов сравнения для шкалы Гарднера

Растворы сравнения № 1—8 шкалы Гарднера готовят следующим образом: в колбу вместимостью, указанной в таблице В.1, вносят определенный объем раствора В и доводят его до метки раствором А.

Таблица В.1

Номер раствора сравнения шкалы Гарднера	Объем раствора В, $см^3$	Вместимость мерной колбы, $см^3$	Номер раствора сравнения шкалы Гарднера	Объем раствора В, $см^3$	Вместимость мерной колбы, $см^3$
1	3,48	50	5	9,60	25
2	5,47	50	6	5,35	10
3	8,42	50	7	8,10	10
4	6,58	25	8	10,00	10

Растворы сравнения № 9—18 шкалы Гарднера готовят смешением растворов Б, Г и Д в объемах, приведенных в таблице В.2.

Таблица В.2

Номер раствора сравнения шкалы Гарднера	Объем раствора, $см^3$			Номер раствора сравнения шкалы Гарднера	Объем раствора, $см^3$		
	Г	Д	Б		Г	Д	Б
9	3,8	3,0	93,2	14	22,2	13,3	64,5
10	5,1	3,6	91,3	15	29,4	17,6	53,0
11	7,5	5,3	87,2	16	37,8	22,8	39,4
12	10,8	7,6	81,6	17	51,3	25,6	23,1
13	16,6	10,0	73,4	18	100,0	—	—

В.3.3 Приготовление шкалы Гарднера

В каждую из 18 пробирок помещают по 10 $см^3$ растворов сравнения, приготовленных по В.3.2. Пробирки закрывают пробками и заливают парафином. На каждой пробирке указывают номер раствора сравнения шкалы Гарднера. Для приготовления шкалы допускается использование ампул.

Шкалу Гарднера хранят в темном месте в лабораторных условиях. Если в растворах появится осадок или они помутнеют, их надо заменить новыми, свежеприготовленными растворами.

Шкалу Гарднера используют в течение 4 лет, после чего проводят ее проверку сравнением с цветом свежеприготовленных растворов; в случае необходимости заменяют новой.

Допускается использование готовой шкалы Гарднера.

В.4 Отбор проб — по 8.1.

В.5 Условия проведения анализа — по 8.3.2.

В.6 Подготовка пробы

Пробу лецитина тщательно перемешивают до однородного состояния, избегая попадания воздуха. Все работы выполняют при рассеянном дневном или искусственном освещении, не допуская попадания прямых солнечных лучей.

Готовят раствор лецитина в толуоле массовой долей 10 %. Пробы лецитина массой 10 г, взвешенные с записью результата до второго знака после запятой, помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$ и растворяют в 50 $см^3$ толуола. Если получается мутный раствор, обусловленный большим содержанием влаги, то его обезвоживают, добавляя к нему предварительно прокаленный сернокислый натрий до полного исчезновения мути. Затем раствор фильтруют через двойной фильтр, количественно перенося в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Фильтр с сернокислым натрием промывают толуолом, сливая промывную жидкость в ту же колбу. Объем раствора доводят толуолом до метки.

В.7 Проведение анализа

В.7.1 Определение цветности лецитина по шкале Гарднера методом визуального сравнения

10 $см^3$ раствора лецитина, приготовленного по В.5, помещают в чистую сухую пробирку и устанавливают ее в штатив между двумя пробирками с растворами сравнения, наиболее близкими по интенсивности цвета к испытуемому раствору.

Интенсивность цвета определяют в проходящем дневном свете на белом фоне. Незначительные различия в оттенке во внимание не принимаются.

В.7.2 Определение цветности лецитина на тинтометре Ловибонда с встроенной шкалой Гарднера

Раствор лецитина в толуоле, приготовленный по В.5, переносят в кювету, помещают в прибор и проводят сравнение цвета со шкалой Гарднера, встроенной в прибор, согласно руководству по эксплуатации прибора.

В.8 Оформление результатов

В.8.1 Цветное число раствора лецитина в толуоле массовой долей 10 % выражают номером раствора сравнения шкалы Гарднера, интенсивность цвета которого наиболее близка к интенсивности цвета раствора лецитина в толуоле.

В.8.2 Если интенсивность цвета анализируемого раствора лецитина в толуоле массовой долей 10 %, установленная методом визуального сравнения, имеет промежуточное значение, то его цвет оценивают соответствующими номерами двух соседних растворов, между которыми он расположен (например, «цвет по шкале Гарднера — (3—4)»).

Библиография

[1] СанПиН 2.3.2.1293—2003 Гигиенические требования по применению пищевых добавок

[2] СанПиН 2.3.2.1078—2001 Гигиенические требования безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов

[3] МУК 4.1.985—2000 Определение содержания токсичных элементов в пищевых продуктах и продовольственном сырье. Методика автоклавной пробоподготовки

[4] МУ 5178—90 Методические указания по обнаружению и определению содержания общей ртути в пищевых продуктах методом беспламенной атомной абсорбции

[5] МУ 1875—78 Методические указания по определению хлорорганических пестицидов в растительных маслах и животных жирах, фосфатидных концентратах, лузге, жмыхе и шроте методом жидкостной хроматографии

[6] Методы определения микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде: справочник / Под ред. А.М. Клисенко. М., 1992

[7] МУК 2.6.1.1194—2003 Радиационный контроль. Стронций-90 и цезий-137. Пищевые продукты. Отбор проб, анализ и гигиеническая оценка. Методические указания

УДК 663.05:665.37 ОКС 67.220.20 Н68 ОКП 91 4621

Ключевые слова: пищевая добавка, лецитины Е322, классификация, технические требования, цветное число, йодная шкала, тинтометр Ловибонда, шкала Гарднера, правила приемки, методы определения, транспортирование и хранение

Редактор *М.Е. Никулина*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 08.09.2011. Подписано в печать 01.12.2011. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,72. Уч.-изд. л. 3,35. Тираж 206 экз. Зак. 1150.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru