ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55579— 2013

Добавки пищевые

АЗОКРАСИТЕЛИ

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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 6 сентября 2013 г. № 854-ст

4 В настоящем стандарте учтены требования Единого стандарта на пищевые добавки Комиссии Кодекса Алиментариус CODEX STAN 192—1995 «General Standard for Food Additives» (пункт 3.4) в части Спецификаций на пищевые добавки азокрасители E102, E110, E122, E124, E129, E151, E155 Единого свода спецификаций пищевых добавок Объединенного экспертного комитета по пищевым добавкам ФАО/ВОЗ «Combined compendium of food additive specification JECFA. Volume 4»

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (gost.ru)

© Стандартинформ, 2014

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 Технические требования . . . 3
3.1 Характеристики . . . 3
3.2 Упаковка . . . 6
3.3 Маркировка . . . 6
4 Требования безопасности . . . 6
5 Правила приемки . . . 7
6 Методы контроля . . . 8
6.1 Отбор проб . . . 8
6.2 Определение внешнего вида и цвета . . . 9
6.3 Определение цвета водного раствора . . . 9
6.4 Определение массовой доли основного красящего вещества азокрасителя . . . 10
6.5 Определение массовой доли веществ, не растворимых в воде . . . 11
6.6 Определение массовой доли веществ, экстрагируемых эфиром . . . 11
6.7 Определение массовой доли сопутствующих красящих веществ . . . 13
6.8 Определение массовой доли несульфированных первичных ароматических аминов . . . 15
6.9 Определение массовой доли потерь при высушивании . . . 18
6.10 Определение содержания токсичных элементов . . . 19
7 Транспортирование и хранение . . . 19
Библиография . . . 20

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Добавки пищевые

АЗОКРАСИТЕЛИ

Технические условия

Food additives. Azo colours. Specifications

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевые добавки Е102, Е110, Е122, Е124, Е129, Е151, Е155, представляющие собой пищевые азокрасители (далее — азокрасители) и предназначенные для использования в пищевой промышленности.

Примечание — Термин «азокрасители» отражает общую особенность включенных в настоящий стандарт пищевых добавок, связанную с наличием в их структуре азогруппы (N = N).

Требования к качеству азокрасителей изложены в 3.1.3, 3.1.4 и 3.1.5, к безопасности — в 3.1.6, к маркировке — в 3.3.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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 12.0.004—90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

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

ГОСТ 12.1.044—89 (ИСО 4589—84) Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения

ГОСТ 12.2.007.0—75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.011—89 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.103—83 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

Издание официальное

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

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

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4160—74 Реактивы. Калий бромистый. Технические условия

ГОСТ 4197—74 Реактивы. Натрий азотистокислый. Технические условия

ГОСТ 4198—75 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4201—79 Натрий углекислый кислый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 4919.2—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов

ГОСТ 5819—78 Реактивы. Анилин. Технические условия

ГОСТ 6006—78 Реактивы. Бутанол-1. Технические условия

ГОСТ 6016—77 Реактивы. Спирт изобутиловый. Технические условия

ГОСТ 6259—75 Реактивы. Глицерин. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6825—91 (МЭК 81—84) Лампы люминесцентные трубчатые для общего освещения

ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 11773—76 Реактивы. Натрий фосфорно-кислый двузамещенный. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 14961—91 Нитки льняные и льняные с химическими волокнами. Технические условия

ГОСТ 15846—2002 Продукция, отправляемая в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 16922—71 Красители органические, полупродукты, текстильно-вспомогательные вещества. Методы испытаний

ГОСТ 17308—88 Шпагаты. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 19360—74 Мешки-вкладыши пленочные. Общие технические условия

ГОСТ 22280—76 Реактивы. Натрий лимоннокислый 5,5-водный. Технические условия

ГОСТ 22300—76 Реактивы. Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия

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

ГОСТ 28365—89 Реактивы. Метод бумажной хроматографии

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 30090—93 Мешки и мешочные ткани. Общие технические условия

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

ГОСТ Р 12.1.019—2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р ИСО 2859-1—2007 Статистические методы. Процедуры выборочного контроля по альтернативному признаку. Часть 1. Планы выборочного контроля последовательных партий на основе приемлемого уровня качества

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

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 53361—2009 Мешки из бумаги и комбинированных материалов. Общие технические условия

ГОСТ Р 54463—2011 Тара из картона и комбинированных материалов для пищевой продукции. Технические условия

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячно издаваемого информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанием выше года утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Технические требования

3.1 Характеристики

3.1.1 Азокрасители вырабатывают в соответствии с требованиями [1] и настоящего стандарта и применяют в пищевых продуктах в соответствии с [1] и [2].

3.1.2 Обозначения, наименования, химические названия, формулы и молекулярные массы азокрасителей приведены в таблицах 1 и 2.

Таблица 1 — Обозначения и наименования азокрасителей

Наименование азокрасителя	Индекс красителя в европейской кодификации пищевых добавок	Номер красителя в международной системе нумерации пищевых добавок (INS)	Номер красителя в международной классификации химических веществ (CAS №)	Номер красителя в международном каталоге красителей Colour Index (CI №)	Синоним наименования азокрасителя
Тартразин (Tartrazine)	E102	102	1934-21-0	19140	Пищевой желтый 4 (Food Yellow 4, FD&C Yellow № 5)
Желтый «солнечный закат» FCF (Sunset Yellow FCF)	E110	110	2783-94-0	15985	Пищевой желтый 3 (Food Yellow 3, FD&C Yellow № 6)
Азорубин (Azorubine)	E122	122	3567-69-9	14720	Пищевой красный 3 (Food Red 3), Кармуазин (Carmoisine)
Понсо 4R (Ponceau 4R)	E124	124	2611-82-7	16255	Пищевой красный 7 (Food Red 7), Кошенилевый красный (Cochineal Red A)

Окончание таблицы 1

Наименование азокрасителя	Индекс красителя в европейской кодификации пищевых добавок	Номер красителя в международной системе нумерации пищевых добавок (INS)	Номер красителя в международной классификации химических веществ (CAS №)	Номер красителя в международном каталоге красителей Colour Index (CI №)	Синоним наименования азокрасителя
Красный очаровательный AC (Allura Red AC)	E129	129	25956-17-6	16035	Пищевой красный 17 (Food Red 17, FD&C Red № 40)
Черный блестящий PN (Brilliant Black BN)	E151	151	2519-30-4	28440	Пищевой черный 1 (Food Black 1, Black BN, Black PN)
Коричневый HT (Brown HT)	E155	155	4553-89-3	20285	Пищевой коричневый 3 (Food Brown 3), Шоколадный коричневый (Chocolate Brown HT)

Таблица 2 — Химические названия, формулы и молекулярные массы азокрасителей

Наименование азокрасителя	Химическое название	Формула	Молекулярная масса, а. е. м
Тартразин E102 (Tartrazine)	5-гидрокси-1-(4-сульфофенил)-4-(4-сульфофенилазо) пиразол-3-карбоксилат тринатриевая соль	$C_{16}H_9N_4Na_3O_9S_2$	534,37
Желтый «солнечный закат» FCF E110 (Sunset Yellow FCF)	2-Гидрокси-1-(4-сульфонафтофенилазо) нафталин-6-сульфонат динатриевая соль	$C_{16}H_{10}N_2Na_2O_7S_2$	452,37
Азорубин E122 (Azorubine)	4-Гидрокси-3-(4-сульфо-1-нафтилазо) нафталин-1-сульфонат динатриевая соль	$C_{20}H_{12}N_2Na_2O_7S_2$	502,44
Понсо 4R E124 (Ponceau 4R)	2-Гидрокси-1-(4-сульфо-1-нафтилазо) нафталин-6,8-дисульфонат динатриевая соль	$C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3$	604,48
Красный очаровательный AC E129 (Allura Red AC)	2-Гидрокси-1-(2-метокси-5-метил-4-сульфофенилазо) нафталин-6-сульфонат динатриевая соль	$C_{18}H_{14}N_2Na_2O_8S_2$	496,42
Черный блестящий PN E151 (Brilliant Black BN)	4-Ацетамидо-5-гидрокси-6-[7-сульфо-4-(4-сульфофенилазо)-1-нафтилазо]нафталин-1,7-дисульфонат тетранатриевая соль	$C_{28}H_{17}N_5Na_4O_{14}S_4$	867,69
Коричневый HT E155 (Brown HT)	4,4'-(2,4-Дигидрокси-5-гидрокси-метил-1,3-фенилен бисазо)-ди-(нафталин-1-сульфонат) динатриевая соль	$C_{27}H_{18}N_4Na_2O_9S_2$	652,57

3.1.3 По органолептическим показателям азокрасители должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 3.

Таблица 3 — Органолептические показатели азокрасителей

Наименование азокрасителя	Наименование показателя	
	Внешний вид, цвет азокрасителя	Цвет водного раствора азокрасителя
Тартразин E102 (Tartrazine)	Светло-оранжевый порошок или гранулы	Желтый
Желтый «солнечный закат» FCF E110 (Sunset Yellow FCF)	Оранжево-красный порошок или гранулы	Оранжевый

Окончание таблицы 3

Наименование азокрасителя	Наименование показателя	
	Внешний вид, цвет азокрасителя	Цвет водного раствора азокрасителя
Азорубин Е122 (Azorubine)	От красного до темно-бордового цвета порошок или гранулы	Красный
Понсо 4R Е124 (Ponceau 4R)	Красный порошок или гранулы	Красный
Красный очаровательный АС Е129 (Allura Red AC)	Темно-красный порошок или гранулы	Красный
Черный блестящий PN Е151 (Brilliant Black BN)	Черный порошок или гранулы	Черно-синий
Коричневый HT Е155 (Brown HT)	Красно-коричневый порошок или гранулы	Коричневый

3.1.4 Спектрофотометрические характеристики азокрасителей приведены в таблице 4.

Таблица 4 — Спектрофотометрические характеристики азокрасителей

Наименование азокрасителя	Спектрофотометрическая характеристика азокрасителя		Растворитель
	Длина волны, соответствующая максимуму светопоглощения, нм	Удельный коэффициент светопоглощения, $E^{1\,\%}_{1\,см}$	
Тартразин Е102	426	530	Дистиллированная вода
Желтый «солнечный закат» FCF Е110	485	555	Буферный раствор при pH = 7
Азорубин Е122	516	510	Дистиллированная вода
Понсо 4R Е124	505	430	Дистиллированная вода
Красный очаровательный АС Е129	504	540	Буферный раствор при pH = 7
Черный блестящий PN Е151	570	530	Дистиллированная вода
Коричневый HT Е155	460	403	Буферный раствор при pH = 7

3.1.5 По физико-химическим показателям азокрасители должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 5.

Таблица 5 — Физико-химические показатели азокрасителей

Наименование показателя	Характеристика показателя
Массовая доля основного красящего вещества, %, не менее: Тартразин Е102 Желтый «солнечный закат» FCF Е110 Азорубин Е122 Понсо 4R Е124 Красный очаровательный АС Е129 Черный блестящий PN Е151 Коричневый HT Е155	 85,0 85,0 85,0 80,0 85,0 80,0 70,0
Вещества, не растворимые в воде, %, не более	0,20
Вещества, экстрагируемые эфиром, %, не более	0,20

Окончание таблицы 5

Наименование показателя	Характеристика показателя
Сопутствующие красящие вещества, %, не более:	
Тартразин Е102	1,0
Желтый «солнечный закат» FCF Е110	5,0
Азорубин Е122	1,0
Понсо 4R Е124	1,0
Красный очаровательный AC Е129	3,0
Черный блестящий PN Е151	4,0
Коричневый HT Е155	10,0
Потери при высушивании при 135 °С, %, не более:	
Тартразин Е102	15,0
Желтый «солнечный закат» FCF Е110	15,0
Азорубин Е122	15,0
Понсо 4R Е124	20,0
Красный очаровательный AC Е129	15,0
Черный блестящий PN Е151	20,0
Коричневый HT Е155	30,0
Несульфированные первичные ароматические амины в пересчете на анилин, %, не более	0,010

3.1.6 Содержание токсичных элементов (мышьяка, свинца, ртути, кадмия) в азокрасителях не должно превышать норм, установленных в [1].

3.2 Упаковка

3.2.1 Упаковка азокрасителей должна соответствовать требованиям, установленным в [1] и [2].

3.2.2 Азокрасители упаковывают в продуктовые мешки из мешочных тканей по ГОСТ 30090, бумажные открытые мешки марки НМ и ПМ по ГОСТ Р 53361, ящики из гофрированного картона для пищевых продуктов по ГОСТ Р 54463. Внутрь продуктовых мешков из мешочных тканей, бумажных мешков марки НМ, ящиков из гофрированного картона должны вставляться мешки-вкладыши по ГОСТ 19360 из пищевой полиэтиленовой нестабилизированной пленки марки Н толщиной не менее 0,08 мм по ГОСТ 10354.

Тип и размеры мешков, предельную массу упаковываемых азокрасителей устанавливает изготовитель.

3.2.3 Полиэтиленовые мешки-вкладыши после их заполнения заваривают или завязывают шпагатом из лубяных волокон по ГОСТ 17308.

3.2.4 Верхние швы тканевых и бумажных мешков должны быть зашиты машинным способом льняными нитками по ГОСТ 14961 или другими, обеспечивающими механическую прочность шва.

3.2.5 Допускается применение других видов упаковки и упаковочных средств, соответствующих требованиям, установленным [1], [2], и изготовленных из упаковочных материалов, соответствующих требованиям [3].

3.2.6 Отрицательное отклонение массы нетто от номинальной массы каждой упаковочной единицы должно соответствовать требованиям ГОСТ 8.579 (таблицы А.1 и А.2).

3.2.7 Азокрасители, отправляемые в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, упаковывают по ГОСТ 15846.

3.3 Маркировка

3.3.1 Необходимо, чтобы маркировка азокрасителей отвечала требованиям, установленным [1] и [4].

3.3.2 Транспортная маркировка должна соответствовать требованиям, установленным в [4] с нанесением манипуляционных знаков по ГОСТ 14192.

4 Требования безопасности

4.1 По степени воздействия на организм человека азокрасители в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относят к веществам умеренно опасным — третьему классу опасности.

4.2 Азокрасители относят к горючим материалам по ГОСТ 12.1.044.

4.3 При работе с азокрасителями необходимо использовать спецодежду, средства индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.011 и соблюдать правила личной гигиены.

4.4 При проведении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.103.

4.5 Организация обучения работающих безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

4.6 Производственные помещения, в которых проводят работы с азокрасителями, и помещения, где проводят работы с реактивами, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

4.7 Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.2.007.0 и ГОСТ Р 12.1.019.

4.8 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

4.9 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

5 Правила приемки

5.1 Азокрасители принимают партиями.

Партией считают количество азокрасителей одного наименования, изготовленное за один технологический цикл, в одинаковой упаковке, полученное одним изготовителем по одному документу, сопровождаемое товаросопроводительной документацией, обеспечивающей прослеживаемость продукции.

5.2 Для проверки соответствия азокрасителей требованиям настоящего стандарта проводят приемо-сдаточные испытания по качеству упаковки, правильности нанесения маркировки, массе нетто, органолептическим и физико-химическим показателям и периодические испытания по показателям, обеспечивающим безопасность.

5.3 При проведении приемо-сдаточных испытаний применяют одноступенчатый выборочный план при нормальном контроле, специальном уровне контроля S-4 и приемлемом уровне качества AQL, равном 6,5, по ГОСТ Р ИСО 2859-1.

Выборку упаковочных единиц осуществляют методом случайного отбора в соответствии с таблицей 6.

Таблица 6

Число упаковочных единиц в партии, шт.	Объем выборки, шт.	Приемочное число	Браковочное число
От 2 до 15 включ.	2	0	1
» 16 » 25 »	3	0	1
» 26 » 90 »	5	1	2
» 91 » 150 »	8	1	2
» 151 » 500 »	13	2	3
» 501 » 1200	20	3	4

5.4 Контроль качества упаковки и правильности маркировки проводят внешним осмотром всех упаковочных единиц, попавших в выборку.

5.5 Контроль массы нетто азокрасителей 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 азокрасителей в каждой упаковочной единице — по 3.2.6.

5.6 Приемка партии азокрасителей по массе нетто, качеству упаковки и правильности маркировки упаковочных единиц

5.6.1 Партию принимают, если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто азокрасителей, меньше или равно приемочному числу (см. таблицу 6).

5.6.2 Если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто азокрасителей, больше или равно браковочному числу (см. таблицу 6), контроль проводят на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Партию принимают, если выполняются условия 5.6.1.

Партию бракуют, если число упаковочных единиц в удвоенном объеме выборки, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто азокрасителей, больше или равно браковочному числу.

5.7 Приемка партии азокрасителей по органолептическим и физико-химическим показателям

5.7.1 Для контроля органолептических и физико-химических показателей азокрасителей из каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку в соответствии с требованиями таблицы 6, проводят отбор мгновенных проб и составляют суммарную пробу по 6.1.

5.7.2 При получении неудовлетворительных результатов хотя бы по одному из органолептических или физико-химических показателей проводят повторный контроль по этому показателю на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Результаты повторных испытаний являются окончательными и распространяются на всю партию.

При получении неудовлетворительных результатов при повторном контроле партию бракуют.

5.7.3 Органолептические и физико-химические показатели азокрасителей в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты контроля распространяют только на азокрасители в этой упаковке.

5.8 Порядок и периодичность контроля показателей безопасности (содержание мышьяка, свинца, ртути, кадмия) устанавливает изготовитель в программе производственного контроля.

6 Методы контроля

6.1 Отбор проб

6.1.1 Для составления суммарной пробы азокрасителей из разных мест каждой упаковочной единицы, отобранной по 5.3, отбирают мгновенные пробы с помощью пробоотборника (щупа), погружая его не менее, чем на 3/4 глубины.

Масса мгновенной пробы должна быть не более 10 г.

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

6.1.2 Мгновенные пробы помещают в сухую чистую стеклянную или полимерную емкость и тщательно перемешивают.

Рекомендуемая масса суммарной пробы должна быть не менее 50 г.

6.1.3 При необходимости уменьшения суммарной пробы может быть использован метод квартования. Для этого суммарную пробу высыпают на чистый стол и разравнивают тонким слоем в виде квадрата. Затем ее деревянными планками со скошенными ребрами ссыпают с двух противоположных сторон на середину так, чтобы образовался валик. Суммарную пробу с концов валика также ссыпают на середину, снова разравнивают в виде квадрата толщиной слоя от 1 до 1,5 см и планкой делят по диагонали на четыре треугольника. Две противоположные части пробы отбрасывают, а две оставшиеся соединяют, перемешивают и вновь делят на четыре треугольника. Деление повторяют необходимое число раз. Продолжительность процедуры квартования должна быть минимальной.

6.1.4 Лабораторной пробой для партий азокрасителей малых объемов может служить суммарная проба, при этом общая масса мгновенных проб должна быть не менее массы, необходимой для проведения испытаний.

Подготовленную суммарную пробу делят на две равные части, которые помещают в чистые, сухие, плотно закрывающиеся стеклянные или полиэтиленовые емкости.

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

Емкость со второй частью пробы опечатывают, пломбируют и хранят для повторного контроля в случае возникновения разногласий в оценке качества и безопасности азокрасителей.

Рекомендуемый срок хранения пробы азокрасителя при температуре (20 ± 5) °С и относительной влажности не более 60 % — три года.

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

- полное наименование азокрасителя и его Е номер;
- наименование и местонахождение изготовителя;
- номер партии;
- масса нетто партии;
- число упаковочных единиц в партии;
- дата изготовления;
- дата отбора проб;

- срок и условия хранения;
- фамилии лиц, проводивших отбор данной пробы;
- обозначение настоящего стандарта.

6.2 Определение внешнего вида и цвета

6.2.1 Сущность метода

Метод заключается в визуальном сравнении цвета азокрасителя с цветом контрольного образца красителя данного наименования.

За контрольный образец принимают образец красителя данного наименования, показатели которого соответствуют требованиям [1] и настоящего стандарта. Контрольный образец хранят в герметично закрытой таре в течение срока хранения, установленного изготовителем.

6.2.2 Вспомогательные устройства и материалы, реактивы

Лампы люминесцентные типа ЛД по ГОСТ 6825.

Бумага белая.

Пластинка стеклянная.

Азокрасители в соответствии с 3.1.

6.2.3 Отбор проб — по 6.1.

6.2.4 Внешний вид и цвет контрольного и анализируемого образцов азокрасителя определяют просмотром пробы, помещенной тонким ровным слоем на стеклянную пластинку на фоне листа белой бумаги при рассеянном дневном свете или освещении люминесцентными лампами. Освещенность поверхности рабочего стола должна быть не менее 500 лк. Внешний вид и цвет анализируемого азокрасителя должен соответствовать внешнему виду и цвету контрольного образца азокрасителя данного наименования.

6.3 Определение цвета водного раствора

6.3.1 Сущность метода

Метод заключается в сравнении спектров водных растворов анализируемого азокрасителя с аналогично приготовленным раствором контрольного образца азокрасителя данного наименования.

6.3.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда, материалы, реактивы

Весы со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,03 мг, и погрешностью от нелинейности ±0,06 мг.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С, ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Спектрофотометр с диапазоном измерения в интервале длин волн от 350 до 700 нм, допустимой абсолютной погрешностью коэффициента пропускания не более 1 %.

Баня водяная.

Кюветы кварцевые толщиной поглощающего слоя 1 см.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227 вместимостью 10 $см^3$ 1-го класса точности.

Колбы мерные с пришлифованными пробками вместимостью 100, 250 $см^3$ 1-го класса точности по ГОСТ 1770.

Стаканчики для взвешивания СВ-19/9 (24/10) или СН-34/12 по ГОСТ 25336.

Стакан В(Н)-1—100 ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Азокрасители в соответствии с 3.1.

Калий фосфорнокислый однозамещенный, х. ч., по ГОСТ 4198.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный, ч. д. а., по ГОСТ 11773.

Допускается использование других средств измерений по метрологическим и техническим характеристикам и реактивов по качеству, не уступающих вышеуказанным и обеспечивающих необходимую точность определения.

6.3.3 Отбор проб — по 6.1.

6.3.4 Условия проведения анализа

При подготовке и проведении измерения должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . от 10 °С до 35 °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . от 40 % до 95 %;
- напряжение в электросети . . . . . $220^{+10\%}_{-15\%}$ В;
- частота тока в электросети . . . . . от 49 до 51 Гц.

6.3.5 Подготовка к анализу

6.3.5.1 Приготовление буферного раствора с pH раствора 7,0 ед. pH

Раствор 1. Раствор натрия фосфорнокислого двузамещенного молярной концентрации $c(Na_2HPO_4)$ = 0,2 моль/дм³ готовят по ГОСТ 4919.2.

Раствор 2. Раствор калия фосфорнокислого однозамещенного молярной концентрации $c(KH_2PO_4)$ = 0,2 моль/дм³ готовят по ГОСТ 4919.2.

Буферный раствор с pH раствора 7,0 ед. pH готовят по ГОСТ 4919.2 в колбе вместимостью 100 см³ разбавлением 32,0 см³ раствора 1 и 18 см³ раствора 2 дистиллированной водой до объема 100 см³.

6.3.5.2 Приготовление растворов азокрасителей

В стаканчике вместимостью 50 см³ взвешивают 0,25 г контрольного азокрасителя с записью результата до четвертого десятичного знака. Затем в стаканчик добавляют 20 см³ дистиллированной воды или буферного раствора по 6.3.5.1, в соответствии с таблицей 4, и перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения. Для интенсификации растворения допускается нагревание раствора в стаканчике на водяной бане до температуры не более 90 °С. Затем раствор охлаждают до (20 ± 1) °С, переносят количественно в мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 250 см³, доводят объем раствора в колбе тем же растворителем, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают (раствор А).

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

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

6.3.5.3 Приготовление растворов анализируемых азокрасителей проводят по 6.3.5.2.

6.3.6 Проведение анализа

Приготовленные растворы контрольного азокрасителя (раствор В по 6.3.5.2) и анализируемого азокрасителя (раствор В по 6.3.5.3) дозируют пипеткой в кюветы спектрофотометра и регистрируют спектры поглощения относительно оптической плотности дистиллированной воды в диапазоне длины волн от 350 до 700 нм в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрофотометра.

Спектры поглощения контрольного и анализируемого азокрасителей должны быть идентичны, а длина волны, соответствующая максимуму светопоглощения анализируемого азокрасителя, должна совпадать с длиной волны, соответствующей максимуму светопоглощения контрольного азокрасителя (см. таблицу 4).

6.4 Определение массовой доли основного красящего вещества азокрасителя

6.4.1 Сущность метода

Метод основан на определении массовой доли основного красящего вещества азокрасителя по измерению интенсивности окраски его раствора спектрофотометрическим методом при длине волны, соответствующей максимуму светопоглощения азокрасителя данного наименования согласно таблице 4.

6.4.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Для проведения анализа следует использовать средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы по 6.3.2.

6.4.3 Отбор проб — по 6.1.

6.4.4 Условия проведения анализа

При подготовке и проведении измерения должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . от 10 °С до 35 °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . от 40 % до 95 %;
- напряжение в электросети . . . . . $220^{+10\%}_{-15\%}$ В;
- частота тока в электросети . . . . . от 49 до 51 Гц.

6.4.5 Подготовка к анализу по 6.3.5.

6.4.6 Проведение анализа

Кювету спектрофотометра заполняют приготовленным по 6.3.5.3 раствором анализируемого азокрасителя и измеряют оптическую плотность при длине волны, соответствующей максимуму светопоглощения относительно оптической плотности растворителя (см. таблицу 4).

Оптическая плотность раствора анализируемого красителя должна находиться в диапазоне от 0,3 до 0,7 ед. о. п.

6.4.7 Обработка и оформление результатов измерений

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

$$X = \frac{A V V_1 V_3}{E^{1\%}_{1\,см} d\, m\, V_2 V_4} \quad (1)$$

или

$$X = \frac{A 25 \cdot 10^3}{E^{1\%}_{1\,см}\, m}, \quad (2)$$

где A — оптическая плотность раствора анализируемого азокрасителя по 6.3.5.3, измеренная при условиях, указанных в таблице 4;

V — объем раствора А по 6.3.5.3, см^3; V = 250 см;

V_1 — объем раствора Б по 6.3.5.3, см^3; V_1 = 100 см^3;

V_2 — объем раствора А, взятого на приготовление раствора Б по 6.3.5.3, см^3; V_2 = 10 см^3;

V_3 — объем раствора В по 6.3.5.3, см^3; V_3 = 100 см^3;

V_4 — объем раствора Б, взятого на приготовление раствора В по 6.3.5.3, см^3; V_4 = 10 см^3;

$E^{1\%}_{1\,см}$ — удельный коэффициент светопоглощения в соответствии с таблицей 4, численно равный оптической плотности раствора красителя, с массовой долей красящего вещества 1 % (1 г/100 см^3) при толщине поглощающего слоя 1 см, %$^{-1}$ · см$^{-1}$;

d — толщина поглощающего слоя, см; d = 1 см;

m — масса пробы анализируемого азокрасителя, взятой для анализа, г, по 6.3.5.3.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

6.4.8 Контроль точности результатов измерений

За окончательный результат определений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{ср}$, %, 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 = 0,60 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 1,20 %.

Границы абсолютной погрешности метода определения массовой доли азокрасителя ±0,6 % при P = 95 %.

6.5 Определение массовой доли веществ, не растворимых в воде

6.5.1 Отбор проб — по 6.1.

6.5.2 Массовую долю веществ, нерастворимых в воде, определяют по ГОСТ 16922 (см. 1.1), при этом для анализа берут пробу азокрасителя массой (5,0 ± 0,5) г.

6.6 Определение массовой доли веществ, экстрагируемых эфиром

6.6.1 Сущность метода

Метод основан на экстракции веществ, растворимых в эфире, отгонке эфира при температуре (55 ± 5) °С и определении массы сухого остатка.

6.6.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

Весы со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,3 мг, и с погрешностью от нелинейности ±0,6 мг.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 150 °С, ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного режима температуры от 20 °С до 150 °С с погрешностью ±2 °С.

Эксикатор 2-100 по ГОСТ 25336 с хлористым кальцием, предварительно прокаленным при температуре (300 ± 50) °С в течение 2 ч.

Экстрактор Сокслета, состоящий из насадки для экстрагирования НЭТ-100 ТС по ГОСТ 25336, холодильника ХШ-1-200-14/23 ХС по ГОСТ 25336 и колбы К-1-50-14/23 ТС по ГОСТ 25336 с взаимозаменяемыми шлифованными соединениями.

Установка для отгонки растворителя, состоящая из насадки Н1-19/26-14/23 ТС по ГОСТ 25336, холодильника ХПТ-1-100-14/23 ХС по ГОСТ 25336, аллонжа АКП-14/23-14/23 ТС по ГОСТ 25336 и приемной колбы К-1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336 с взаимозаменяемыми шлифованными соединениями.

Цилиндр 1-50-1 по ГОСТ 1770.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Баня глицериновая.

Эфир диэтиловый, высушенный над сернокислым натрием или хлористым кальцием.

Глицерин по ГОСТ 6259.

6.6.3 Отбор проб — по 6.1.

6.6.4 Условия проведения анализа

При подготовке и проведении измерения необходимо соблюдение следующих условий:

- температура окружающего воздуха . . . . . от 20 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . от 40 % до 90 %;
- напряжение в электросети . . . . . $220^{+10\%}_{-15\%}$ В;
- частота тока в электросети . . . . . от 49 до 51 Гц.

Помещение, где проводят работы с реактивами, должно быть обеспечено приточно-вытяжной вентиляцией.

Все операции с реактивами следует проводить в вытяжном шкафу.

6.6.5 Подготовка к анализу

6.6.5.1 Подготовка экстрактора Сокслета

Колбу для экстрактора Сокслета сушат в сушильном шкафу при температуре (120 ± 5) °С в течение 2 ч, затем охлаждают в эксикаторе в течение 40 мин и взвешивают с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака. Высушивание колбы продолжают до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных определений составит менее 0,001.

На фильтровальной бумаге взвешивают 5 г анализируемого азокрасителя с записью результата до третьего десятичного знака. Затем сворачивают фильтровальную бумагу с азокрасителем в виде патрона и помещают патрон в насадку для экстрагирования.

6.6.5.2 Подготовка установки для отгонки растворителя

Собирают установку для отгонки растворителя, последовательно соединяя насадку с холодильником, а холодильник с приемной колбой через аллонж.

6.6.6 Проведение анализа

Насадку для экстрагирования, вместе с помещенным в нее патроном с азокрасителем, соединяют с колбой, подготовленной по 6.6.5.1, приливают в нее 40 см^3 диэтилового эфира и соединяют насадку для экстрагирования с холодильником. Колбу помещают в нагретую до температуры (55 ± 5) °С глицериновую баню, обеспечивающую равномерное умеренное кипение диэтилового эфира. Экстракцию проводят в течение 5 ч, после чего отделяют колбу от насадки для экстрагирования, соединяют ее с насадкой установки для отгонки растворителя и помещают в нагретую до температуры (55 ± 5) °С глицериновую баню. Упаривают содержимое колбы досуха, после чего сушат в сушильном шкафу при температуре (100 ± 2) °С в течение 1 ч, затем охлаждают в эксикаторе 40 мин и взвешивают с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака. Высушивание колбы продолжают до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных определений не составит менее 0,001 г.

6.6.7 Обработка и оформление результатов измерений

Массовую долю веществ, экстрагируемых эфиром X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{M_1 - M_2}{M} 100, \quad (3)$$

где M_1 — масса колбы с сухим остатком веществ, экстрагируемых эфиром, г;

M_2 — масса пустой колбы, г;

M — масса пробы азокрасителя по 6.6.5.1, г.

Вычисления проводят с записью результата до третьего десятичного знака.

6.6.8 Контроль точности результатов измерений

За окончательный результат определений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{1ср}$, %, округленное до второго 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 = 0,020 %

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,030 %.

Границы абсолютной погрешности метода определения веществ, экстрагируемых эфиром ±0,02 % при P = 95 %.

6.7 Определение массовой доли сопутствующих красящих веществ

6.7.1 Сущность метода

Метод основан на разделении основных и сопутствующих красящих веществ азокрасителей методом хроматографирования на бумаге, экстракции полученных хроматографических зон, соответствующих основным и сопутствующим красящим веществам, и определении оптической плотности экстрактов при длинах волн, соответствующих максимумам светопоглощения основных и сопутствующих красящих веществ.

Удельные коэффициенты светопоглощения основных и сопутствующих красящих веществ принимаются равными.

6.7.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

Весы со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,3 мг, и с погрешностью от нелинейности ±0,6 мг.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С, ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Спектрофотометр с диапазоном измерения в интервале длин волн от 350 до 700 нм, допустимой абсолютной погрешностью коэффициента пропускания не более 1 %.

Кюветы кварцевые толщиной поглощающего слоя 1 см.

Камера хроматографическая с крышкой.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного режима температуры от 20 °С до 100 °С с погрешностью ±2 °С.

Микрошприц вместимостью 0,1 см^3 с ценой деления не более 0,002 см^3.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227 вместимостью 1, 5, 10 см^3 первого класса точности.

Колбы мерные с пришлифованными пробками вместимостью 50, 100 см^3 первого класса точности по ГОСТ 1770.

Стаканчики для взвешивания СВ-19/9 (24/10) или СН-34/12 по ГОСТ 25336.

Стакан В(Н)-1—100 ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная.

Бумага хроматографическая размером не менее 20 × 20 см.

Бумага фильтровальная лабораторная ФОБ-III по ГОСТ 12026.

Азокрасители в соответствии с 3.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч. д. а., раствор массовой концентрации 250 г/дм^3.

Ацетон по ГОСТ 2603, ч. д. а.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч., ледяная, раствор с массовой долей уксусной кислоты 3 %; готовят по ГОСТ 4517.

Натрий лимоннокислый 5,5-водный по ГОСТ 22280, ч. д. а.

Спирт этиловый ректификованный технический высшего сорта по ГОСТ 18300.

Бутанол-1 по ГОСТ 6006, ч. д. а.

Спирт изобутиловый по ГОСТ 6016, ч. д. а.

Натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201, ч. д. а.

Спирт пропиловый, х. ч.

Этилацетат по ГОСТ 22300, ч. д. а.

Кислый углекислый натрий по ГОСТ 4201, ч. д. а., раствор массовой концентрации 4,2 г/дм^3.

Допускается использование других средств измерений по метрологическим и техническим характеристикам и реактивов по качеству, не уступающих вышеуказанным и обеспечивающих необходимую точность определения.

6.7.3 Отбор проб — по 6.1.

6.7.4 Условия проведения анализа — по 6.6.4.

6.7.5 Подготовка к анализу

6.7.5.1 Приготовление элюентов

Приготовление элюента 1

В мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят пипетками, индивидуальными для каждого реактива, 6 см³ дистиллированной воды, 2 см³ этилацетата и 12 см³ пропилового спирта. Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают.

Раствор используют свежеприготовленный.

Приготовление элюента 2

В мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят пипетками, индивидуальными для каждого реактива, 7 см³ изобутилового спирта, 7 см³ этилового спирта и 7 см³ дистиллированной воды. Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают.

Раствор используют свежеприготовленный.

Приготовление элюента 3

В мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят пипетками, индивидуальными для каждого реактива, 12 см³ бутилового спирта, 4 см³ этилового спирта и 6 см³ раствора уксусной кислоты массовой концентрации 3 г/дм³. Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают.

Раствор используют свежеприготовленный.

Приготовление элюента 4

В мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят пипетками, индивидуальными для каждого реактива, 8 см³ пропилового спирта, 6 см³ этилацетата и 6 см³ дистиллированной воды. Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают.

Раствор используют свежеприготовленный.

Приготовление элюента 5

В мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят пипетками, индивидуальными для каждого реактива, 8 см³ бутилового спирта, 2 см³ ледяной уксусной кислоты и 10 см³ дистиллированной воды. Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают.

Раствор используют свежеприготовленный.

Приготовление элюента 6

В мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят пипетками, индивидуальными для каждого реактива, 10 см³ бутилового спирта, 2,25 см³ этилового спирта, 4,4 см³ дистиллированной воды и 0,1 см³ водного аммиака. Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.7.5.2 Приготовление экстрагента

В мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 50 см³ вносят пипетками, индивидуальными для каждого реактива, 10 см³ ацетона и 10 см³ дистиллированной воды. Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.7.6 Приготовление растворов контрольных азокрасителей

В стакане вместимостью 50 см³ взвешивают 0,5000 г контрольного азокрасителя в соответствии с таблицей 5. Затем прибавляют 20 см³ дистиллированной воды и перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения. Для интенсификации растворения допускается нагревание раствора в стакане на водяной бане до температуры не более 90 °С. Затем раствор охлаждают до температуры (20 ± 1) °С, количественно переносят в мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 100 см³, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Массовая доля контрольного красителя в полученном растворе $C_к$ = 1 %.

6.7.7 Приготовление растворов анализируемых азокрасителей

В стакан вместимостью 50 см³ взвешивают 0,5000 г анализируемого азокрасителя. Затем прибавляют 20 см³ дистиллированной воды и перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения. Для интенсификации растворения допускается нагревание раствора в стакане на водяной бане до температуры не более 90 °С. Затем раствор охлаждают до температуры (20 ± 1) °С, количественно переносят в мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 100 см³, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Массовая доля анализируемого красителя в полученном растворе $C_а$ = 1 %.

6.7.8 Подготовка хроматографической камеры — по ГОСТ 28365.

6.7.9 Подготовка хроматографической бумаги

Хроматографическую бумагу готовят по ГОСТ 28365 с нанесением на линию старта в виде полос по 0,1 см³ растворов контрольного и анализируемого азокрасителей с расстоянием между ними не менее 20 мм.

6.7.10 Проведение анализа

Анализ проводят по ГОСТ 28365, используя любой из элюентов, приготовленных по 6.7.5.1. Элюирование заканчивают при достижении элюентом 18 см от линии старта. По окончании элюирования хроматограмму вынимают пинцетом, сушат в сушильном шкафу при температуре (55 ± 5) °С в течение 15 мин, охлаждают и вырезают окрашенные зоны, соответствующие основному красящему веществу контрольного азокрасителя и сопутствующим красящим веществам анализируемого азокрасителя.

Одновременно вырезают неокрашенные зоны хроматографической бумаги, равные по площади соответствующим окрашенным зонам.

Вырезанные из хроматограммы зоны помещают в четыре индивидуальных стакана вместимостью 50 см³. В первый стакан — зоны, соответствующие сопутствующим красящим веществам в анализируемом азокрасителе (раствор 1), во второй — зону, соответствующую основному красящему веществу контрольного красителя (раствор 2), в третий — неокрашенные зоны, равные по площади зонам сопутствующих красящих веществ анализируемого азокрасителя (раствор 3), в четвертый — неокрашенную зону, равную по площади зоне основного красящего вещества анализируемого азокрасителя (раствор 4). Затем добавляют пипеткой в каждый стакан по 5 см³ экстрагента, приготовленного по 6.7.5.2 и встряхивают в течение 3 мин, после чего в каждый стакан пипеткой добавляют по 15 см³ раствора кислого углекислого натрия, встряхивают, фильтруют полученные экстракты через бумажные фильтры в кварцевые кюветы.

Определяют оптические плотности полученных фильтратов при длине волны, соответствующей максимуму светопоглощения в соответствии с таблицей 4, используя в качестве растворов сравнения соответствующие неокрашенные фильтраты (раствор 1 против раствора 3 и раствор 2 против раствора 4).

6.7.11 Обработка и оформление результатов измерений

Массовую долю сопутствующих красящих веществ в анализируемом азокрасителе X_2, %, рассчитывают по формуле

$$X_2 = \frac{X A_a}{A_к}, \quad (4)$$

где C — массовая доля красящих веществ в анализируемом азокрасителе по 6.4, %;

A_a — оптическая плотность раствора сопутствующих красящих веществ анализируемого азокрасителя по 6.7.10 (раствор 1);

$A_к$ — оптическая плотность раствора основного красящего вещества контрольного азокрасителя по 6.7.10 (раствор 2).

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

6.7.12 Контроль точности результатов измерений

За окончательный результат определений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{2ср}$, %, 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 = 0,02 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,03 %.

Границы абсолютной погрешности метода определения массовой доли сопутствующих красящих веществ в анализируемом азокрасителе ±0,2 % при P = 95 %.

6.8 Определение массовой доли несульфированных первичных ароматических аминов

6.8.1 Сущность метода

Метод основан на экстракции несульфированных первичных ароматических аминов из щелочного раствора азокрасителя толуолом, реэкстракции из толуола в соляную кислоту, последующем диазотировании нитритом натрия, сочетании с 2-нафтол-6-сульфокислотой и спектрофотометрическом измерении оптической плотности полученных окрашенных соединений.

6.8.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности ±0,1 г.

Весы со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,3 мг, и погрешностью от нелинейности ±0,6 мг.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С, ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Спектрофотометр с диапазоном измерения в интервале длин волн от 350 до 700 нм, допустимой абсолютной погрешностью коэффициента пропускания не более 1 %.

Кюветы кварцевые толщиной поглощающего слоя 4 см.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227 вместимостью 0,5, 1, 10 $см^3$ 1-го класса точности.

Пипетки с одной отметкой по ГОСТ 29169 вместимостью 5, 10, 15, 20, 25 $см^3$ 1-го класса точности.

Воронка ВД-1–250 ХС по ГОСТ 25336.

Колба Кн-2—250—40 ТСХ по ГОСТ 25336.

Колба Кн-1—100—18 ТСХ по ГОСТ 25336.

Колбы мерные с пришлифованными пробками вместимостью 25, 100 $см^3$ 1-го класса точности по ГОСТ 1770.

Стакан В(Н)-1—100 ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Калий бромистый по ГОСТ 4160, х. ч.

Натрий углекислый по ГОСТ 83, ч. д. а.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а.

Натрий азотисто-кислый по ГОСТ 4197, ч. д. а.

Анилин по ГОСТ 5819, ч. д. а., температурой кипения от 183 °С до 185 °С.

2-нафтол-3,6-дисульфокислоты динатриевая соль (соль Шеффера), ч. д. а.

Допускается использование других средств измерений, по метрологическим и техническим характеристикам и реактивов по качеству, не уступающих вышеуказанным и обеспечивающих необходимую точность определения.

6.8.3 Отбор проб — по 6.1.

6.8.4 Условия проведения анализа — по 6.6.4.

6.8.5 Подготовка к анализу

6.8.5.1 Раствор соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 1 моль/$дм^3$ готовят по ГОСТ 25794.1.

Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С в течение 1 мес.

6.8.5.2 Раствор соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 3 моль/$дм^3$ готовят по ГОСТ 25794.1 в колбе вместимостью 1000 $см^3$ разбавлением 270,0 $см^3$ соляной кислоты плотностью 1,174 г/$см^3$ или 255,0 $см^3$ соляной кислоты плотностью 1,188 г/$см^3$ дистиллированной водой до объема 1000 $см^3$.

Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С в течение 1 мес.

6.8.5.3 Приготовление раствора бромистого калия массовой долей 50 %

Бромистый калий массой 10 г растворяют в 10 $см^3$ дистиллированной воды в колбе вместимостью 100 $см^3$.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.8.5.4 Приготовление раствора углекислого натрия молярной концентрации c (Na_2CO_3) = = 1 моль/$дм^3$

Углекислый натрий массой 106 г помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, растворяют в 300 $см^3$ дистиллированной воды, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С в течение 1 мес.

6.8.5.5 Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/$дм^3$ готовят по ГОСТ 25794.1.

Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С в течение 1 мес.

6.8.5.6 Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$ готовят по ГОСТ 25794.1.

Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С в течение 1 мес.

6.8.5.7 Раствор азотистокислого натрия молярной концентрации c ($NaNO_2$) = 0,5 моль/$дм^3$ готовят по ГОСТ 25794.1.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.8.5.8 Приготовление раствора динатриевой соли 2-нафтол-3,6-дисульфокислоты (соли Шеффера)

Динатриевую соль 2-нафтол-3,6-дисульфокислоты (соль Шеффера) массой 15,2 г помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в 300 см^3 дистиллированной воды, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.8.5.9 Приготовление раствора анилина

Анилин массой 0,1000 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 30 см^3 раствора соляной кислоты, приготовленного по 6.8.5.2, доводят объем дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают (раствор А).

10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см^3. Доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают (раствор Б). 1 см^3 раствора Б содержит 0,0001 г анилина.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.8.5.10 В колбу вместимостью 250 см^3 вносят 10 см^3 раствора динатриевой соли 2-нафтол-3,6-дисульфокислоты (соли Шеффера) по 6.8.5.8, прибавляют 100 см^3 раствора углекислого натрия по 6.8.5.4 и тщательно перемешивают (раствор С).

Раствор используют свежеприготовленный.

6.8.5.11 Приготовление раствора сравнения

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 вносят 10 см^3 раствора соляной кислоты по 6.8.5.1, прибавляют 10 см^3 раствора углекислого натрия по 6.8.5.4 и 2 см^3 раствора динатриевой соли 2-нафтол-3,6-дисульфокислоты (соли Шеффера) по 6.8.5.8, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

6.8.6 Построение градуировочной зависимости

В каждую мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят соответственно 5, 10, 15, 20, 25 см^3 раствора Б по 6.8.5.9, доводят объем в каждой колбе до метки раствором соляной кислоты по 6.8.5.1 и тщательно перемешивают.

Из каждой колбы отбирают по 10 см^3 раствора и вносят в сухие мерные колбы вместимостью 25 см^3, помещают колбы в баню со льдом и охлаждают в течение 10 мин. Затем в каждую колбу добавляют 1 см^3 раствора бромистого калия по 6.8.5.3 и 0,05 см^3 раствора азотисто-кислого натрия по 6.8.5.7, после чего перемешивают. Колбы выдерживают в бане со льдом в течение 10 мин. Затем в каждую колбу добавляют 11 см^3 раствора С по 6.8.5.10. Затем доводят объем в каждой колбе до метки дистиллированной водой, закрывают пробкой, тщательно перемешивают и помещают в темное место на 15 мин, после чего измеряют оптическую плотность растворов на спектрофотометре при длине волны 510 нм против раствора сравнения по 6.8.5.11.

Градуировочную зависимость строят, откладывая по оси абсцисс содержание анилина (г) в градуировочных растворах, а по оси ординат — соответствующие значения измеренной оптической плотности.

6.8.7 Проведение анализа

В стакане вместимостью 100 см^3 взвешивают 2,0000 г анализируемого азокрасителя. Затем прибавляют 50 см^3 дистиллированной воды и перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения. Для интенсификации растворения допускается нагревание раствора в стакане на водяной бане до температуры не более 90 °С.

Затем раствор охлаждают до температуры (20 ± 1) °С, количественно переносят в делительную воронку, используя для этого 50 см^3 дистиллированной воды, прибавляют 5 см^3 раствора гидроокиси натрия по 6.8.5.5, 50 см^3 толуола и интенсивно встряхивают в течение (5 ± 1) мин.

После разделения фаз верхний толуольный слой переносят в колбу вместимостью 250 см^3 и повторяют процедуру, прибавляя к оставшемуся в делительной воронке водному слою 50 см^3 толуола. Затем нижний водный слой отбрасывают, а полученные толуольные экстракты объединяют в делительной воронке.

В делительную воронку с объединенным толуольным экстрактом прибавляют 10 см^3 раствора гидроокиси натрия по 6.8.5.6 и интенсивно встряхивают в течение (5 ± 1) мин. После разделения фаз нижний слой отбрасывают. Повторяют процедуру промывки до получения бесцветного нижнего слоя в делительной воронке.

Затем в делительную воронку с промытым толуольным экстрактом прибавляют 10 см^3 раствора соляной кислоты по 6.8.5.2 и интенсивно встряхивают в течение (5 ± 1) мин. После разделения фаз нижний слой переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Процедуру повторяют еще два раза,

после чего объем в колбе доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают (раствор Д).

10 см³ раствора Д вносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, помещают колбу в баню со льдом и охлаждают в течение 10 мин. Затем добавляют 1 см³ раствора бромистого калия по 6.8.5.3 и 0,05 см³ раствора азотисто-кислого натрия по 6.8.5.7, после чего перемешивают. Колбу выдерживают в бане со льдом в течение 10 мин. Затем добавляют 11 см³ раствора С по 6.8.5.10, доводят объем до метки дистиллированной водой, закрывают пробкой, тщательно перемешивают и помещают в темное место на 15 мин. Измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 510 нм против раствора сравнения по 6.8.5.11.

По градуировочной зависимости находят количество анилина.

6.8.8 Обработка и оформление результатов измерения

Массовую долю первичных несульфированных ароматических аминов X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{K}{m} 100, \quad (5)$$

где K — количество первичных несульфированных ароматических аминов (анилина), найденное по градуировочному графику, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m — масса пробы азокрасителя по 6.8.7, г.

Вычисления проводят с записью результата до четвертого десятичного знака.

6.8.9 Контроль точности результатов измерений

За окончательный результат определений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{3ср.}$, %, округленное до третьего 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 = 0,0010 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,0020 %.

Границы абсолютной погрешности метода определения веществ, экстрагируемых эфиром ±0,001 % при P = 95 %.

6.9 Определение массовой доли потерь при высушивании

6.9.1 Сущность метода

Метод основан на термогравиметрическом определении потерь при высушивании азокрасителей до постоянной массы.

6.9.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

Весы со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,3 мг, и погрешностью от нелинейности ±0,6 мг.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 200 °С, ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного режима температуры от 20 °С до 150 °С, погрешностью ±2 °С.

Эксикатор 2-100 по ГОСТ 25336 с хлористым кальцием, предварительно прокаленным при температуре (300 ± 50) °С в течение 2 ч.

Стаканчики для взвешивания СВ-19/9 (24/10) или СН-34/12 по ГОСТ 25336.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

Допускается использование других средств измерений по метрологическим и техническим характеристикам и реактивов по качеству, не уступающих вышеуказанным и обеспечивающих необходимую точность определения.

6.9.3 Отбор проб — по 6.1.

6.9.4 Условия проведения анализа — по 6.3.4.

6.9.5 Проведение анализа

Открытый стеклянный стаканчик вместе с крышкой помещают в сушильный шкаф, нагретый до температуры 135 °С, и выдерживают в течение 1 ч. Затем стаканчик закрывают крышкой, помещают в эксикатор, охлаждают до температуры (20 ± 2) °С и взвешивают.

Высушивание стаканчика с крышкой повторяют при тех же условиях до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний составит не более 0,0001 г.

Затем в стаканчик вносят 2,000 г пробы, взвешивают, помещают в открытом виде вместе с крышкой в сушильный шкаф и сушат в течение 4 ч при температуре 135 °С. Затем стаканчик с пробой закрывают крышкой, помещают в эксикатор, охлаждают до температуры (20 ± 2) °С и взвешивают.

Высушивание стаканчика с пробой при тех же условиях продолжают до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний составит не более 0,0001 г.

6.9.6 Обработка и оформление результатов измерения

Массовую долю потерь при высушивании X_4, %, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m} 100, \quad (6)$$

где m — масса сухого стаканчика, г;

m_1 — масса стаканчика с пробой до высушивания, г;

m_2 — масса стаканчика с пробой после высушивания, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

Окончательный результат записывают с точностью до первого десятичного знака.

6.9.7 Контроль точности результатов измерений

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение $X_{4ср}$, %, двух параллельных определений массовой доли потерь при высушивании, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости

$$(X_{макс} - X_{мин})100/X_{4ср} \le r, \quad (7)$$

где $X_{макс}$ — максимальная массовая доля потерь при высушивании;

$X_{мин}$ — минимальная массовая доля потерь при высушивании;

$X_{4ср}$ — среднее значение двух параллельных измерений массовой доли потерь при высушивании;

r — значение предела повторяемости, %, приведенное в таблице 7.

Результат анализа представляют в виде

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

где $X_{4ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух определений, признанных приемлемыми, %;

δ — границы относительной погрешности измерений, %.

Предел повторяемости r и воспроизводимости R, а также показатель точности δ для измерений массовой доли потерь при высушивании представлены в таблице 7.

Таблица 7

Предел повторяемости r, % отн., при P = 0,95	Предел воспроизводимости R, % отн. при P = 0,95	Показатель точности (границы относительной погрешности) ± δ, %, при P = 0,95
3,0	5,0	3,0

6.10 Определение содержания токсичных элементов:

- мышьяка — по ГОСТ 26930, ГОСТ Р 51766;
- свинца — по ГОСТ 26932, ГОСТ 30178;
- кадмия — по ГОСТ 26933, ГОСТ 30178;
- ртути — по ГОСТ 26927.

7 Транспортирование и хранение

7.1 Азокрасители перевозят в крытых транспортных средствах всеми видами транспорта в соответствии с правилами транспортирования грузов, действующими на соответствующих видах транспорта.

7.2 Азокрасители хранят в упаковке изготовителя в сухих отапливаемых складских помещениях на деревянных стеллажах или поддонах при температуре (20 ± 5) °С и относительной влажности воздуха не более 60 %.

7.3 Не допускается транспортирование и хранение азокрасителей совместно с сильными окислителями, кислотами, щелочами, обесцвечивающими и резко пахнущими химикатами.

7.4 Срок годности азокрасителей устанавливает изготовитель.

Рекомендуемый срок годности азокрасителей — три года.

Библиография

[1] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 029/2012 «Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов и технологических вспомогательных средств»
[2] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 021/2011 «О безопасности пищевой продукции»
[3] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 005/2011 «О безопасности упаковки»
[4] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 022/2011 «Пищевая продукция в части ее маркировки»

УДК 663.05:006.354 ОКС 67.220.20 Н91 ОКП 24 6372

Ключевые слова: пищевая добавка, пищевой азокраситель, показатели качества и безопасности, упаковка, маркировка, приемка, методы испытания, транспортирование и хранение

Редактор *А.В. Павлов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Ю.В. Демениной*

Сдано в набор 22.09.2014. Подписано в печать 17.10.2014. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,35. Тираж 73 экз. Зак. 4298.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru