МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
33767—
2016**

ДОБАВКИ ПИЩЕВЫЕ

Методы идентификации и определения массовой доли основного красящего вещества в пищевом красителе антоцианы Е163

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт пищевых добавок» (ФГБНУ ВНИИПД)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 марта 2016 г. № 86-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 июня 2016 г. № 597-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33767—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2017 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2018 г.

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном 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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2018

В Российской Федерации 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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ДОБАВКИ ПИЩЕВЫЕ

Методы идентификации и определения массовой доли основного красящего вещества в пищевом красителе антоцианы Е163

Food additives.
Methods for identification and determination of total coloring matter mass fraction in food colour anthocyanins E163

Дата введения —2017—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку антоцианы Е163, представляющую собой пищевой краситель (далее — краситель) и устанавливает:

- визуальный метод качественного определения (идентификации) основного красящего вещества красителя;
- спектрофотометрический метод качественного определения (идентификации) основного красящего вещества красителя;
- спектрофотометрический метод определения массовой доли основного красящего вещества красителя.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.0.004—2015 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 12.2.007.0—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 12.4.021—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

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—73, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4919.2—2016 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов

Издание официальное

ГОСТ 6709—72* Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8682—93 (ИСО 383—76) Посуда лабораторная стеклянная. Шлифы конические взаимозаменяемые

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 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. 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 Отбор проб

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

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

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

Таблица 1

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

3.3 Из разных мест каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку в соответствии с таблицей 1, отбирают мгновенные пробы с помощью пробоотборника (щупа), погружая его не менее, чем на ¾ глубины.

Масса мгновенной пробы должна быть не более 10 г.

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

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

Рекомендуемая масса суммарной пробы должна быть не менее 50 г.

3.5 Подготовленную суммарную пробу делят на две равные части, которые помещают в чистые, сухие, плотно закрывающиеся стеклянные или полимерные 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 красителя. Срок хранения пробы в темном месте при температуре от 5 °С до 8 °С и относительной влажности не более 60 % — до окончания срока годности красителя.

---

* В Российский Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

3.6 Емкости с пробами снабжают этикетками, на которых указывают:
- полное наименование красителя и его Е номер;
- наименование и местонахождение изготовителя;
- номер партии;
- массу нетто партии;
- количество упаковочных единиц в партии;
- дату изготовления;
- дату отбора проб;
- срок хранения пробы;
- фамилии лиц, проводивших отбор данной пробы.

4 Требования безопасности

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

4.2 Помещение, в котором проводят анализы, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

4.3 Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.2.007.0.

4.4 Организация обучения работающих безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

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

4.6 При работе с пищевым красителем контроль воздуха рабочей зоны должен осуществляться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

5 Условия проведения анализа

При подготовке и проведении измерений должны быть соблюдены следующие условия:
- температура окружающего воздуха . . . . . от 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 .

Все операции с реактивами следует проводить в вытяжном шкафу.

6 Требования к квалификации оператора

К проведению анализа допускаются специалисты, изучившие методики анализа, прошедшие обучение работе с приборами и инструктаж по технике безопасности.

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

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ±0,0005 г и ±0,01 г.

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

Кюветы кварцевые толщиной поглощающего слоя 1 см.

Палочка стеклянная.

Пробки из пластмассы или стеклянные с конусом 14/23 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1 (2)-1-5 по ГОСТ 29169.

Колба 2-250-1 по ГОСТ 1770.

Стаканы В (Н)-1-50 (100) ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-50-1 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

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

8 Тест на антоцианы

Метод основан на изменении цвета раствора красителя при изменении кислотности среды.

8.1 Подготовка к анализу

Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.2).

Раствор хранят при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

8.2 Проведение анализа

В стаканчике вместимостью 100 см^3 взвешивают 0,10 г анализируемого красителя, добавляют 50 см^3 дистиллированной воды и перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения. Затем в стаканчик с раствором анализируемого красителя пипеткой добавляют по каплям раствор гидроокиси натрия, приготовленный по 8.1.

Раствор красителя должен изменить цвет от пурпурно-красного до синего и затем до темно-зеленого.

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

9.1 Сущность метода

Метод заключается в определении длины волны, соответствующей максимуму светопоглощения раствора анализируемого красителя.

9.2 Подготовка к анализу

9.2.1 Буферный раствор с pH раствора 3,0 ед. pH готовят по ГОСТ 4919.2 (пункт 3.3, таблица 4).

Раствор хранят при температуре (20 ± 5) °С — не более 7 дней.

9.2.2 Приготовление раствора анализируемого красителя

В стаканчике вместимостью 50 см^3 взвешивают 0,2500 г анализируемого красителя. Затем в стаканчик добавляют 20 см^3 буферного раствора по 9.2.1 и перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения. Затем раствор переносят количественно в мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 250 см^3, доводят объем раствора в колбе буферным раствором по 9.2.1 до метки, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

9.3 Проведение анализа

Приготовленный раствор анализируемого красителя по 9.2.2 дозируют пипеткой в кювету спектрофотометра и регистрируют спектр поглощения относительно оптической плотности буферного раствора по 9.2.1 в диапазоне длин волн от 350 до 700 нм в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрофотометра.

Спектр поглощения анализируемого красителя должен иметь максимум в диапазоне длин волн от 515 до 535 нм.

При выполнении условий по 8.3 и 9.3 идентифицируют анализируемый краситель как пищевой краситель антоцианы Е163.

10 Спектрофотометрический метод определения массовой доли основного красящего вещества красителя

10.1 Сущность метода

Метод основан на определении массовой доли основного красящего вещества красителя по измерению интенсивности окраски его раствора спектрофотометрическим методом при длине волны соответствующей максимуму светопоглощения в диапазоне длин волн от 515 до 535 нм.

10.2 Подготовка к анализу — по 9.2.

10.3 Проведение анализа

Кювету спектрофотометра заполняют приготовленным раствором анализируемого красителя по 9.2.2 и измеряют оптическую плотность при длине волны соответствующей максимуму светопоглощения, определенному по 9.3 в диапазоне длин волн от 515 до 535 нм, относительно оптической плотности буферного раствора по 9.2.1 в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрофотометра.

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

10.4 Обработка результатов

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

$$X = \frac{A\,M}{E^{1\,\%}_{1\,\text{см}}\,dm}, \qquad (1)$$

где A — оптическая плотность раствора анализируемого красителя по 9.2.2, измеренная по 10.3, ед. опт. пл.;

M — масса раствора анализируемого красителя, рассчитанная по формуле

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

где V — объем раствора анализируемого красителя по 9.2.2, см^3; V = 250 см^3;

ρ — плотность раствора анализируемого красителя, численно равная плотности дистиллированной воды; ρ = 1 г/см^3;

$E^{1\,\%}_{1\,\text{см}}$ — удельный коэффициент светопоглощения, численно равный оптической плотности раствора красителя, с массовой долей красящего вещества 1 % при толщине поглощающего слоя 1 см, ед. опт. пл.·%$^{-1}$ · см$^{-1}$; $E^{1\,\%}_{1\,\text{см}}$ = 300 ед. опт. пл. %$^{-1}$ · см$^{-1}$;

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

m — масса пробы анализируемого красителя, взятой для анализа, г; m = 0,2500 г по 9.2.2.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений X, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия приемлемости по 10.5.1.

10.5 Метрологические характеристики метода

10.5.1 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при доверительной вероятности P = 95 %, не превышает предела повторяемости r, представленного в графе 2 таблицы 2.

10.5.2 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R, представленного в графе 3 таблицы 2.

10.5.3 Границы абсолютной погрешности определения массовой доли основного красящего вещества в анализируемом красителе при P = 95 % Δ представлены в графе 4 таблицы 2.

Таблица 2

Диапазон измерений массовой доли основного красящего вещества, %	Предел повторяемости r, %, абс., при P = 95 %, n = 2	Предел воспроизводимости R, %, абс., при P = 95 %, m = 2	Границы абсолютной погрешности Δ, %, при P = 95 %
1,0—10,0	0,10	0,20	0,1

10.6 Оформление результатов

Результат определения массовой доли основного красящего вещества в пищевом красителе антоцианы Е163 представляют в виде $(\overline{X} \pm \Delta)$ %.

УДК 663.05:006.354 МКС 67.220.20

Ключевые слова: добавка пищевая, пищевой краситель антоцианы Е163

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *С.В. Смирнова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 24.08.2018. Подписано в печать 18.09.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

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

gost.e-ecolog.ru