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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33766— 2016

Добавки пищевые

КИСЛОТА АДИПИНОВАЯ Е355

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, 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 30 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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 25 мая 2016 г. № 409-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33766—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2017 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартинформ, 2016

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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Технические требования . . . 3
3.1 Характеристики . . . 3
3.2 Требования к сырью . . . 4
3.3 Упаковка . . . 4
3.4 Маркировка . . . 4
4 Требования безопасности . . . 4
5 Правила приемки . . . 5
6 Методы контроля . . . 6
6.1 Отбор и подготовка проб . . . 6
6.2 Определение органолептических показателей . . . 6
6.3 Определение массовой доли основного вещества . . . 7
6.4 Определение температуры плавления . . . 9
6.5 Определение массовой доли сульфатной золы . . . 9
6.6 Определение массовой доли влаги . . . 10
6.7 Определение токсичных элементов . . . 10
7 Транспортирование и хранение . . . 10
Библиография . . . 11

Поправка к ГОСТ 33766—2016 Добавки пищевые. Кислота адипиновая Е355. Технические условия

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Пункт 3. Таблица согласования	—	Россия	RU	Росстандарт

(ИУС № 10 2016 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Добавки пищевые

КИСЛОТА АДИПИНОВАЯ Е355

Технические условия

Food additives. Adipic acid E355. Specifications

Дата введения — 2017—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на адипиновую кислоту Е355 (далее — пищевая адипиновая кислота), предназначенную для использования в пищевой промышленности как регулятор кислотности пищевых продуктов.

Требования по безопасности труда установлены в разделе 4.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные 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 12.2.007.0—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

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

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

Издание официальное

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

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 6995—77 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9805—84 Спирт изопропиловый. Технические условия

ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 10558—80 Кислота адипиновая. Технические условия

ГОСТ 13511—2006 Ящики из гофрированного картона для пищевых продуктов, спичек, табачных изделий и моющих средств. Технические условия

ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов

ГОСТ 14198—78 Циклогексан технический. Технические условия

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 труднодоступные районы. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 17308—88 Шпагаты. Технические условия

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

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие 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. Метод определения ртути

ГОСТ 26930—86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения мышьяка

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

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 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. 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 30538—97 Продукты пищевые. Методика определения токсичных элементов атомно-эмиссионным методом

ГОСТ 31266—2004* Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка

ГОСТ 31628—2012 Продукты пищевые и продовольственное сырье. Инверсионно-вольтамперометрический метод определения массовой концентрации мышьяка

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 указа-

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51766—2001 «Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка».

телю «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 Технические требования

3.1 Характеристики

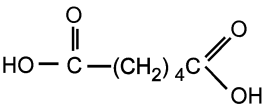
3.1.1 Пищевая добавка Е355 представляет собой адипиновую кислоту, получаемую двухстадийным каталитическим окислением циклогексана в присутствии катализатора.

Химическое название — 1,4-бутандикарбоновая кислота или гексан-1,6-диовая кислота.

Формулы адипиновой кислоты:

- эмпирическая $C_6H_4O_{10}$;
- структурная

Молекулярная масса — 146,14 а. е. м.



3.1.2 Пищевую адипиновую кислоту изготавливают в соответствии с требованиями [1], [2] и настоящего стандарта, применяют в пищевых продуктах в соответствии с требованиями [1] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.1.3 Адипиновая кислота малорастворима в дистиллированной воде (для растворения 1 г адипиновой кислоты при температуре (20 ± 2) °С необходимо от 100 г до 1000 г дистиллированной воды), легко растворима в этаноле (для растворения 1 г адипиновой кислоты при температуре (20 ± 2) °С необходимо от 1 г до 10 г этанола).

3.1.4 По органолептическим показателям пищевая адипиновая кислота должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Органолептические показатели

Наименование показателя	Характеристика показателя
Внешний вид, цвет	Белые кристаллы или бесцветный порошок
Запах	Без запаха

3.1.5 По физико-химическим показателям пищевая адипиновая кислота должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

Таблица 2 — Физико-химические показатели

Наименование показателя	Норма
Температура плавления, °С	От 151 до 154 включ.
Массовая доля сульфатной золы, %, не более	0,002
Массовая доля влаги, %, не более	0,2

3.1.6 Массовая доля пищевой адипиновой кислоты, должна соответствовать требованиям [1] или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

3.1.7 Содержание токсичных элементов (мышьяк, свинец, ртуть) в пищевой адипиновой кислоте не должно превышать норм, установленных [1] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.2 Требования к сырью

3.2.1 Для производства пищевой адипиновой кислоты используют следующее сырье:

- циклогексан по ГОСТ 14198.

3.2.2 Допускается применение аналогичного сырья, обеспечивающего получение пищевой адипиновой кислоты в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

3.3 Упаковка

3.3.1 Пищевую адипиновую кислоту упаковывают в мешки продуктовые из мешочных тканей по ГОСТ 30090, мешки бумажные открытые марки НМ и ПМ по нормативному документу, действующему на территории государства принявшего стандарт, ящики из гофрированного картона для пищевых продуктов по ГОСТ 13511. Внутрь продуктовых мешков из мешочных тканей, бумажных мешков марки НМ, ящиков из гофрированного картона должны вставляться мешки-вкладыши по ГОСТ 19360 из полиэтиленовой нестабилизированной пленки марки Н и толщиной не менее 0,08 мм по ГОСТ 10354.

Тип и размеры мешков, предельную массу упаковываемой пищевой адипиновой кислоты устанавливает изготовитель.

3.3.2 Полимерные мешки-вкладыши после их заполнения заваривают или завязывают шпагатом из лубяных волокон по ГОСТ 17308 или двуниточным полированным шпагатом по документу, в соответствии с которым он изготовлен, так, чтобы была обеспечена герметичность упаковки.

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

3.3.4 Допускается применение других видов упаковки, обеспечивающих сохранность пищевой адипиновой кислоты при хранении и транспортировании и изготовленных из материалов, соответствующих требованиям, установленным [3] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

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

3.3.6 Пищевая адипиновая кислота, отправляемая в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, упаковывают по ГОСТ 15846.

3.4 Маркировка

3.4.1 Маркировка должна соответствовать требованиям, установленными [1] и [4], или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.4.2 Маркировка транспортной упаковки должна соответствовать требованиям, установленными [4] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства принявшего стандарт, с нанесением манипуляционных знаков, указывающих на способ обращения с грузами — по ГОСТ 14192.

4 Требования безопасности

4.1 Пищевая адипиновая кислота не токсична, пожаро- и взрывобезопасна.

4.2 По степени воздействия на организм человека пищевая адипиновая кислота в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относятся к веществам умеренно опасным — третьему классу опасности.

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

4.4 При выполнении 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 Помещения, в которых проводят работы с пищевой адипиновой кислотой, 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.

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 При работе с пищевой адипиновой кислотой контроль воздуха рабочей зоны должен осуществляться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

5 Правила приемки

5.1 Пищевую адипиновую кислоту принимают партиями.

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

5.2 Для проверки соответствия пищевой адипиновой кислоты требованиям настоящего стандарта проводят приемо-сдаточные испытания по качеству упаковки, правильности нанесенной 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, приемлемом уровне качества AQL, равном 6,5, по [5].

Выборку упаковочных единиц осуществляют методом случайного отбора в соответствии с таблицей 3.

Таблица 3

Количество упаковочных единиц в партии, шт.	Объем выборки, шт.	Приемочное число	Браковочное число
От 2 до 15 вкл.	2	0	1
От 16 до 25 вкл.	3	0	1
От 26 до 90 вкл.	5	1	2
От 91 до 150 вкл.	8	1	2
От 151 до 500 вкл.	13	2	3
От 501 до 1200 вкл.	20	3	4
От 1201 до 10000 вкл.	32	5	6
От 10001 до 35000	50	7	8

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

5.5 Контроль массы нетто пищевой адипиновой кислоты 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 пищевой адипиновой кислоты в каждой упаковочной единице — по 3.3.5.

5.6 Приемка партии пищевой адипиновой кислоты 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 нанесенной маркировки и массе нетто пищевой адипиновой кислоты, меньше или равно приемочному числу (см. таблицу 3).

5.6.2 Если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности нанесенной маркировки и массе нетто пищевой адипиновой кислоты, больше или равно браковочному числу (см. таблицу 3), 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 нанесенной маркировки и массе нетто пищевой адипиновой кислоты, больше или равно браковочному числу.

5.7 Приемка партии пищевой адипиновой кислоты по органолептическим и физико-химическим показателям

5.7.1 Для контроля органолептических и физико-химических показателей пищевой адипиновой кислоты из каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку в соответствии с требованиями таблицы 3, проводят отбор мгновенных проб и составляют суммарную пробу по 6.1.

5.7.2 При получении неудовлетворительных результатов по органолептическим и физико-химическим показателям хотя бы по одному из показателей проводят повторные испытания по этому показателю на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Результаты повторных испытаний являются окончательными и распространяются на всю партию.

При повторном получении неудовлетворительных результатов испытаний партию бракуют.

5.7.3 Органолептические и физико-химические показатели пищевой адипиновой кислоты в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты испытаний распространяют только на пищевую адипиновую кислоту в этой упаковке.

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

6 Методы контроля

6.1 Отбор и подготовка проб

6.1.1 Для составления суммарной пробы пищевой адипиновой кислоты 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 100 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 500 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. Операцию повторяют до получения необходимой массы пробы, при этом продолжительность процедуры квартования должна быть минимальной.

6.1.4 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 пищевой адипиновой кислоты. Рекомендуемый срок хранения пробы при температуре от 18 °С до 25 °С и относительной влажности 70 % — два года.

6.1.5 Емкости с пробами снабжают этикетками, на которых указывают:

- полное наименование пищевой добавки и ее Е-номер (Е355);
- наименование и местонахождение изготовителя;
- номер партии;
- масса нетто партии;
- число упаковочных единиц в партии;
- дата изготовления;
- дата отбора проб;
- срок хранения пробы;
- фамилии лиц, проводивших отбор данной пробы;
- обозначение настоящего стандарта.

6.2 Определение органолептических показателей

Метод основан на органолептической оценке внешнего вида, цвета и запаха пищевой адипиновой кислоты.

6.2.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда, реактивы и материалы

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

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Лампы люминесцентные типа ЛД по ГОСТ 6825.

Стакан В (Н)-1–250 ТС (ТХС) по ГОСТ 25336.

Бумага белая.

Пластинка стеклянная.

Стаканчик для взвешивания СВ-34/12 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (3)–100–1 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного устройства, посуды и материалов, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам, и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивы по качеству не ниже вышеуказанных.

6.2.2 Отбор проб — по 6.1.

6.2.3 Условия проведения анализа

При проведении анализа должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . от 18 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . от 40 % до 90 %.

При работе с реактивами все анализы следует проводить в вытяжном шкафу.

6.2.4 Требования к квалификации оператора

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

6.2.5 Проведение анализа

6.2.5.1 Внешний вид и цвет пищевой адипиновой кислоты определяют просмотром анализируемой пробы массой 50 г, помещенной на лист белой бумаги или стеклянную пластинку, при рассеянном дневном свете или освещении люминесцентными лампами. Освещенность поверхности рабочего стола должна быть не менее 500 лк.

6.2.5.2 Для определения запаха готовят раствор массовой долей 2 %. Для этого растворяют анализируемую пробу пищевой адипиновой кислоты массой 2 г в 98 $см^3$ дистиллированной воды в стакане вместимостью 250 $см^3$. Чистый, без постороннего запаха стаканчик для взвешивания заполняют на 1/2 объема приготовленным раствором. Стаканчик закрывают крышкой и выдерживают в течение 1 ч при температуре воздуха (20 ± 2) °С. Запах определяют органолептически на уровне края стаканчика сразу же после открывания крышки.

6.3 Определение массовой доли основного вещества

Определение массовой доли основного вещества осуществляется двумя методами. Метод 1 основан на нейтрализации смеси адипиновой кислоты с метанолом раствором гидроокиси натрия в присутствии фенолфталеина. Метод 2 основан на нейтрализации смеси адипиновой кислоты с изопропиловым спиртом и дистиллированной водой раствором гидроокиси натрия в присутствии фенолфталеина.

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

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ±0,001 г.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Бюретка 1–2–25–0,1 по ГОСТ 29251.

Колбы Кн-1–250 по ГОСТ 25336.

Стаканы стеклянные В (Н)-1–50 (100) по ГОСТ 25336.

Цилиндр мерный 1–100–1 по ГОСТ 1770.

Фенолфталеин (индикатор).

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

Метанол-яд по ГОСТ 6995.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт изопропиловый по ГОСТ 9805.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и устройств, посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивы по качеству не ниже вышеуказанных.

6.3.2 Отбор проб — по 6.1.

6.3.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.3.4 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

6.3.5 Подготовка к анализу

6.3.5.1 Раствор фенолфталеина с массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4919.1 (таблица 1, пункт 39).

Раствор хранят в стеклянном сосуде в условиях по 6.2.3 — не более 12 мес.

6.3.5.2 Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3 и c (NaOH) = 1,0 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1. Коэффициент поправки K определяют по ГОСТ 25794.1 (подпункт 2.2.3) и проверяют один раз в месяц.

Раствор хранят в стеклянном сосуде в условиях по 6.2.3 — не более 12 мес.

6.3.6 Проведение анализа

6.3.6.1 Метод 1. В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 100 см; взвешивают анализируемую пробу пищевой адипиновой кислоты массой 3 г с записью до третьего десятичного знака, затем количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и растворяют в 50 см^3 метанола и нагревают на водяной бане до полного растворения. Охлаждают, прибавляют две-три капли раствора фенолфталеина по 6.3.5.1 и титруют раствором гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 1,0 моль/дм^3 по 6.3.5.2 до появления слабого розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

6.3.6.2 Обработка результатов (метод 1)

Массовую долю адипиновой кислоты X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot K \cdot 0{,}07307 \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

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

K — коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 1,0 моль/дм^3, определенный по 6.3.5.2;

0,07307 — эквивалентная масса адипиновой кислоты, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 1,0 моль/дм^3, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса анализируемой пробы по 6.3.6.1, г.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X}_1$ %, округленное до второго десятичного знака, если выполняются условия приемлемости по 6.3.6.3.а.

6.3.6.3 Метрологические характеристики метода 1

а) Абсолютное значение разности между результатами двух последовательных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = ± 0,020 %.

б) Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = ± 0,050 %.

в) Границы абсолютной погрешности определения массовой доли пищевой адипиновой кислоты Δ_1 = ± 0,02 % при P = 95 %.

6.3.6.4 Оформление результатов (метод 1)

Результат определения массовой доли основного вещества пищевой адипиновой кислоты по методу 1 представляют в виде ($\overline{X}_1 \pm \Delta_1$) %.

6.3.6.5 Определение массовой доли основного вещества по методу 2 проводят по ГОСТ 10558 (пункт 4.3)

6.3.6.6 Средства измерений, вспомогательные оборудование и устройства, посуда, реактивы для метода 2 — по ГОСТ 10558 (подпункт 4.3.1).

6.3.6.7 Проведение анализа по методу 2 — по ГОСТ 10558 (подпункт 4.3.2)

6.3.6.8 Обработка результатов и метрологические характеристики метода 2 — по ГОСТ 10588 (подпункт 4.3.3).

6.3.6.9 Оформление результатов (метод 2)

Результат определения массовой доли основного вещества пищевой адипиновой кислоты по методу 2 представляют в виде $(\overline{X}_2 \pm \Delta_2)$ %.

6.4 Определение температуры плавления

6.4.1 Отбор проб — по 6.1.

6.4.2 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.4.3 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

6.4.4 Температуру плавления пищевой адипиновой кислоты определяют по ГОСТ 10558 (пункт 4.6).

6.5 Определение массовой доли сульфатной золы

Метод основан на определении несгораемого остатка в виде сульфатов после прокаливания при температуре (850 ± 25) °С адипиновой кислоты, предварительно обработанной серной кислотой.

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

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

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Печь муфельная диапазоном нагрева температуры от 50 °С до 1000 °С, обеспечивающая поддержание заданной температуры в пределах ±25°С.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Чаша-200 по ГОСТ 19908.

Стакан 4 по ГОСТ 9147.

Колба 2–1000–2 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1–100–1 по ГОСТ 1770.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Кальций хлористый по ГОСТ 450, плавленый, предварительно прокаленный.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и устройств, посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивы по качеству не ниже вышеуказанных.

6.5.2 Отбор проб — по 6.1

6.5.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.5.4 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

6.5.5 Подготовка к анализу

Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации $c\,(1/2H_2SO_4) = 2$ моль/дм^3

В фарфоровый стакан 4 вносят 100 см^3 дистиллированной воды и осторожно вливают при перемешивании и охлаждении 57 см^3 концентрированной серной кислоты плотностью 1,83 г/см^3. После охлаждения раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор хранят в условиях по 6.2.3 — не более 12 мес.

6.5.6 Проведение анализа

6.5.6.1 Чашу прокаливают в муфельной печи в течение 2—3 ч. После этого чашу охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием в течение 30 мин и взвешивают с записью результата до четвертого десятичного знака. Прокаливание повторяют до постоянной массы, пока расхождение между двумя повторными взвешиваниями тигля (после охлаждения) составит не более 0,0005 г.

6.5.6.2 В предварительно прокаленной до постоянной массы чаши по 6.5.6.1 взвешивают 100 г анализируемой пробы пищевой адипиновой кислоты, с записью до четвертого десятичного знака. Затем пробу пищевой адипиновой кислоты смачивают раствором серной кислоты по 6.5.5, чашу осторожно нагревают на электроплитке до озоления пробы и охлаждают. Образовавшийся остаток смачивают от 0,5 до 1,0 см^3 концентрированной серной кислоты, нагревают на электроплитке до полного обугливания остатка, затем прокаливают при температуре (850 ± 25) °С в муфельной печи не менее 15 мин.

После прокаливания чашу охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием в течение 30 мин и взвешивают с записью результата до четвертого десятичного знака.

6.5.7 Обработка результатов

Массовую долю сульфатной золы X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m}, \quad (2)$$

где m — масса анализируемой пробы адипиновой кислоты по 6.5.5.2, г;

m_1 — масса пустой чаши, г;

m_2 — масса чаши с золой, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

Вычисления проводят до четвертого десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X}_2$, %, с записью до четвертого десятичного знака, если выполняются условия приемлемости по 6.5.8.1.

6.5.8 Метрологические характеристики метода

6.5.8.1 Абсолютное значение разности между результатами двух последовательных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости $r = \pm 0{,}0005$ %.

6.5.8.2 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости $R = \pm 0{,}0008$ %.

6.5.8.3 Границы абсолютной погрешности определения массовой доли сульфатной золы в пищевой адипиновой кислоте $\Delta_3 = \pm 0{,}0005$ % при P = 95 %.

6.5.9 Оформление результатов

Результат определения массовой доли сульфатной золы в пищевой адипиновой кислоте представляют в виде $(\overline{X}_3 \pm \Delta_3)$ %.

6.6 Определение массовой доли влаги

6.6.1 Отбор проб — по 6.1.

6.6.2 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.6.3 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

6.6.4 Определение массовой доли влаги — по ГОСТ 10558 (пункт 4.7).

6.6.5 Обработка и метрологические характеристики метода — по ГОСТ 10558 (подпункт 4.7.2).

6.7 Определение токсичных элементов

6.7.1 Отбор проб — по 6.1.

6.7.2 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

6.7.3 Массовую долю свинца определяют по ГОСТ 26932, ГОСТ 30538 ГОСТ 30178 или 31262**.

6.7.4 Массовую долю мышьяка определяют по ГОСТ 26930, ГОСТ 31628, ГОСТ 30538 или ГОСТ 31266**.

6.7.5 Массовую долю ртути определяют по ГОСТ 26927.

7 Транспортирование и хранение

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

7.2 Пищевую адипиновую кислоту хранят в упаковке изготовителя в сухих отапливаемых складских помещениях на деревянных стеллажах или поддонах при температуре от 10 °С до 25 °С относительной влажности воздуха не более 70 %.

7.3 Срок годности пищевой адипиновой кислоты устанавливает изготовитель согласно нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51766—2001 «Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка».

Библиография

[1] ТР ТС 029/2012 Технический регламент Таможенного союза «Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов и технологических вспомогательных средств»

[2] ТР ТС 021/2011 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности пищевой продукции»

[3] ТР ТС 005/2011 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности упаковки»

[4] ТР ТС 022/2011 Технический регламент Таможенного союза «Пищевая продукция в части ее маркировки»

[5] ИСО 2859-1:1999 Процедуры выборочного контроля по качественным признакам. Часть 1. Планы выборочного контроля с указанием приемлемого уровня качества (AQL) для последовательного контроля партий

УДК 663.05:006.354 МКС 67.220.20

Ключевые слова: пищевая добавка, адипиновая кислота Е355

Редактор *Т.С. Ложникова*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 30.05.2016. Подписано в печать 06.06.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,49. Тираж 40 экз. Зак. 1414.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

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

gost.e-ecolog.ru