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

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

ГОСТ 32779— 2014

Добавки пищевые

КИСЛОТА СОРБИНОВАЯ Е200

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

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 Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом пищевых ароматизаторов, кислот и красителей Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИПАКК Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 25 июня 2014 г. № 45-2014)

За принятие голосовали:

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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 09 июля 2014 г. № 809-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32779–2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 01 января 2016 г.

5 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 Спецификации на пищевую добавку Е200 Единого свода спецификаций пищевых добавок Объединенного экспертного комитета по пищевым добавкам ФАО/ВОЗ «Combined compendium of food additive specification JECFA. Volume 4»

6 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, 2015

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 3
3.3 Упаковка 4
3.4 Маркировка 4
4 Требования безопасности 4
5 Правила приемки 5
6 Методы контроля 6
6.1 Отбор проб 6
6.2 Определение органолептических показателей 7
6.3 Определение растворимости 7
6.4 Тест на сорбиновую кислоту 8
6.5 Тест на двойные связи 9
6.6 Определение массовой доли влаги 9
6.7 Определение массовой доли основного вещества 10
6.8 Определение массовой доли сульфатной золы 11
6.9 Определение массовой доли альдегидов 12
6.10 Определение токсичных элементов 13
7 Транспортирование и хранение 13
Библиография 14

Поправка к ГОСТ 32779—2014 Добавки пищевые. Кислота сорбиновая Е200. Технические условия

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 6.7.6. Формула (1), экспликация	0,1121	0,01121

(ИУС № 10 2017 г.)

МКС 67.220.20

Поправка к ГОСТ 32779—2014 Добавки пищевые. Кислота сорбиновая Е200. Технические условия

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 7 2019 г.)

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

КИСЛОТА СОРБИНОВАЯ Е200

Технические условия

Food additives.
Sorbic acid E200. Specifications

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку сорбиновую кислоту Е200 (далее — пищевую сорбиновую кислоту), получаемую из кетена и кротонового альдегида и предназначенную для использования в пищевой промышленности как консервант пищевых продуктов.

Требования, обеспечивающие безопасность пищевой сорбиновой кислоты изложены в 3.1.5, требования к качеству — в 3.1.3 и 3.1.4, к маркировке — в 3.4.

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

Издание официальное

ГОСТ 450–77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1625–89 Формалин технический. Технические условия

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

ГОСТ 3770–75 Реактивы. Аммоний углекислый. Технические условия

ГОСТ 4109–79 Реактивы. Бром. Технические условия

ГОСТ 4328–77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 4919.1–77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

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

ГОСТ 9805–84 Спирт изопропиловый. Технические условия

ГОСТ 10354–82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 14192–96 Маркировка грузов

ГОСТ 14262–78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14870–77 Продукты химические. Методы определения воды

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 17308–88 Шпагаты. Технические условия

ГОСТ 18300–87* Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 19360–74 Мешки-вкладыши пленочные. 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. Методы 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 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 30538–97 Продукты пищевые. Методика определения токсичных элементов атомно-эмиссионным методом

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 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.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878-2013.

3 Технические требования

3.1 Характеристики

3.1.1 Пищевая добавка Е200 представляет собой сорбиновую кислоту.

Формулы сорбиновой кислоты:

эмпирическая: $C_6O_2H_8$,

структурная: $CH_3–CH=CH–CH=CH–COOH$

Химическое название — 2,4-гексадиеновая кислота.

Молекулярная масса — 112,12 а.е.м.

3.1.2 Пищевую сорбиновую кислоту вырабатывают 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 По органолептическим показателям и растворимости пищевая сорбиновая кислота должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Органолептические показатели и растворимость

Наименование показателя	Характеристика
Внешний вид и цвет	Бесцветные игольчатые кристаллы или белый сыпучий порошок
Запах	Слабый характерный
Растворимость	Слабо растворима в воде, хорошо растворима в этиловом спирте

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

Таблица 2 — Физико-химические показатели

Наименование показателя	Значение показателя (характеристика)
Тест на сорбиновую кислоту	Выдерживает испытание
Тест на двойные связи	Выдерживает испытание
Массовая доля основного вещества на сухой основе, %, не менее	99,0*
Массовая доля влаги, %, не более	0,5
Массовая доля сульфатной золы, %, не более	0,2
Массовая доля альдегидов (на формальдегид), %, не более	0,1
*В соответствии с [1] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.	

3.1.5 Содержание токсичных элементов (мышьяка, свинца, ртути) в пищевой сорбиновой 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 сорбиновой кислоты используют следующее сырье:

- кетен;
- кротоновый альдегид.

3.2.2 Допускается применение аналогичного сырья, обеспечивающего получение пищевой сорбиновой кислоты в соответствии с требованиями настоящего стандарта и разрешенного к применению в пищевой промышленности на территории государства, принявшего стандарт.

3.3 Упаковка

3.3.1 Пищевую сорбиновую кислоту фасуют в бумажные трехслойные мешки марки ПМ по ГОСТ 30090 или в мешки-вкладыши по ГОСТ 19360 из полиэтиленовой нестабилизированной пленки марки Н и толщиной не менее 0,08 мм по ГОСТ 10354, помещенные в продуктовые мешки по ГОСТ 30090 или в бумажные открытые трехслойные мешки марки Н по ГОСТ 30090.

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

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

3.3.3 Верхние швы тканевых и бумажных мешков должны быть зашиты машинным способом льняными нитками по ГОСТ 14961.

3.3.4 Допускается применение других видов упаковки, обеспечивающих сохранность пищевой сорбиновой 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 (таблица А.2).

3.3.6 Пищевую сорбиновую кислоту, отправляемую в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, упаковывают по ГОСТ 15846.

3.4 Маркировка

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

3.4.2 Транспортная маркировка должна соответствовать требованиям, установленным [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 сорбиновая кислота не токсична, пожаро- и взрывобезопасна.

4.2 По степени воздействия на организм человека пищевая сорбиновая кислота в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относится к четвертому классу опасности.

4.3 Работу с пищевой сорбиновой кислотой необходимо проводить в специальной одежде, с использованием средств индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.011 при соблюдении правил 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 Производственные помещения, в которых проводят работы с пищевой сорбиновой 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 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

5 Правила приемки

5.1 Пищевую сорбиновую кислоту принимают партиями.

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

5.2 Для проверки соответствия пищевой сорбиновой кислоты 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 безопасности.

5.3 При проведении приемо-сдаточных испытаний применяют одноступенчатый выборочный план при нормальном контроле, специальном уровне контроля S-4, приемлемом уровне качества AQL, равным 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 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
» 1201 » 10000 »	32	5	6
» 10001 » 35000	50	7	8

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

5.5 Контроль массы нетто пищевой сорбиновой 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 продукта в каждой упаковочной единице — по 3.3.5.

5.6 Приемка партии пищевой сорбиновой кислоты по массе нетто, качеству упаковки и правильности маркировки упаковочных единиц

5.6.1 Партию принимают, если количество упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки и правильности маркировки, массе нетто продукта, меньше или равно приемочному числу (см. таблицу 3).

5.6.2 В случае, когда количество упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки и правильности маркировки, массе нетто продукта, 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 и отправляют на доработку, если количество упаковочных единиц в удвоенном объеме выборки, не отвечающих требованиям по качеству упаковки и правильности маркировки, массе нетто продукта, больше или равно браковочному числу.

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

5.7.1 Для контроля органолептических и физико-химических показателей продукта от 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 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 повторного контроля являются окончательными и распространяются на всю партию.

В случае получения неудовлетворительных результатов при повторном контроле партию бракуют.

5.7.3 Органолептические и физико-химические показатели пищевой сорбиновой кислоты в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты контроля распространяют только на продукцию в этой упаковке.

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

6 Методы контроля

6.1 Отбор проб

6.1.1 Для составления суммарной пробы пищевой сорбиновой кислоты из разных мест каждой единицы транспортной упаковки, отобранной по 5.3, отбирают мгновенные пробы. 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.

Мгновенные пробы отбирают с помощью пробоотборников или металлических трубок, изготовленных из материала, не реагирующего с пищевой сорбиновой кислотой, погружая их не менее чем на 3/4 глубины.

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

Рекомендуемая масса суммарной пробы должна быть не менее 500 г.

6.1.2 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 продукт деревянными планками со скошенными ребрами ссыпают с двух противоположных сторон на середину так, чтобы образовался валик. Продукт с концов валика также ссыпают на середину стола, и пробу снова разравнивают слоем от 1,0 до 1,5 см в виде квадрата 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, при этом продолжительность процедуры квартования должна быть минимальной.

6.1.3 Суммарную пробу делят на две части и каждую часть помещают в чистую, сухую, плотно закрывающуюся стеклянную емкость.

Первую часть суммарной пробы направляют в лабораторию для проведения анализов.

Емкость со второй частью пробы опечатывают, пломбируют и хранят в лаборатории для повторного контроля в случае возникновения разногласий в оценке качества пищевой сорбиновой кислоты.

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

6.1.4 Емкости с пробами снабжают этикетками, на которых должно быть указано:

- наименование пищевой добавки с указанием индекса пищевой добавки согласно Европейской цифровой системе (Е200);
- наименование и местонахождение изготовителя;
- номер партии;
- масса нетто партии;
- количество мест в партии;
- дата изготовления и упаковывания;

- дата и место отбора пробы;
- срок хранения пробы;
- фамилии лиц производивших отбор данной пробы;
- обозначение настоящего стандарта.

6.2 Определение органолептических показателей

6.2.1 Средства измерений, посуда, материалы

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

Стаканы В(Н)-1–250 ТС (ТСХ) по ГОСТ 25336.

Стаканчик СВ — 34/12 по ГОСТ 25336.

Пластинка стеклянная.

Бумага белая.

Допускается применение других средств измерений, посуды и материалов, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам, и обеспечивающих необходимую точность измерения.

6.2.2 Отбор проб — по 6.1.

6.2.3 Проведение анализа

6.2.3.1 Внешний вид и цвет пищевой сорбиновой кислоты определяют просмотром предварительно взвешенной в стакане вместимостью 250 $см^3$ анализируемой пробы массой не менее 50 г, помещенной на лист белой бумаги или на стеклянную пластинку при рассеянном дневном свете или освещении люминесцентными лампами типа ЛД по ГОСТ 6825. Освещенность поверхности рабочего стола должна быть не менее 500 лк.

Пищевую сорбиновую кислоту считают соответствующей требованиям настоящего стандарта, если внешний вид и цвет соответствуют требованиям, установленным в таблице 1.

6.2.3.2 Для определения запаха стаканчик для взвешивания заполняют на половину его вместимости пищевой сорбиновой кислотой, закрывают крышкой и выдерживают в течение 1 ч при температуре воздуха (20 ± 5) °С.

Запах определяют органолептически на уровне края стаканчика сразу после открывания крышки. Запах должен быть слабый, характерный для пищевой сорбиновой кислоты.

6.3 Определение растворимости

Метод основан на определении количества объемных частей дистиллированной воды или этилового спирта, необходимых для растворения одной массовой части анализируемой пробы.

6.3.1 Средства измерений, посуда, реактивы

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Колба К-1–250–14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)–100 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300, объемной долей не менее 96 %.

Допускается применение других средств измерений и посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам, и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов, по качеству не хуже вышеуказанных.

6.3.2 Отбор проб — по 6.1.

6.3.3 Условия проведения анализа

При проведении испытаний должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающего воздуха ..... от 18 °С до 25 °С;

относительная влажность воздуха ..... от 40 % до 75 %;

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 анализы следует проводить в вытяжном шкафу

6.3.4 Проведение анализа

Анализируемую пробу пищевой сорбиновой кислоты помещают в колбу, которая содержит определенный объем растворителя (дистиллированной воды или этилового спирта). При выборе количества объемных частей растворителя на одну массовую часть пробы руководствуются таблицей 4. Содержимое перемешивают круговыми движениями колбы не менее 30 с, но не более 5 мин до растворения пробы. Конечный результат определения сравнивают с критериями растворимости сорбиновой кислоты, приведенными в таблице 4.

Таблица 4 — Критерии растворимости пищевой сорбиновой кислоты

Критерии растворимости пищевой сорбиновой кислоты	Количество объемных частей растворителя на одну массовую часть пробы
Очень хорошо растворима	Менее 1
Хорошо растворима	От 1 до 10
Растворима	От 10 до 30
Умеренно растворима	От 30 до 100
Слабо растворима	От 100 до 1000
Очень слабо растворима	От 1000 до 10000
Нерастворима	Более 10000

Пищевая сорбиновая кислота должна удовлетворять следующим критериям растворимости — «Хорошо растворима» или «Слабо растворима».

6.4 Тест на сорбиновую кислоту

Метод основан на определении температуры плавления сорбиновой кислоты или длины волны, соответствующей максимуму светопоглощения.

6.4.1 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.

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

Спектрофотометр с диапазоном измерения в диапазоне длин волн от 210 до 300 нм, допустимой абсолютной погрешностью коэффициента пропускания не более 1 %, спектральной шириной не более 1 нм, укомплектованный компьютером, принтером и соответствующим программным обеспечением.

Кюветы кварцевые толщиной поглощающего слоя 1 см.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Баня с жидким парафином или силиконовым маслом, снабженная перемешивающим устройством.

Стеклянная капиллярная трубка длиной 10 см внутренним диаметром (1,0 ± 0,1) мм толщиной стенок от 0,10 до 0,15 мм, один конец которой запаян.

Пипетки 2–2–1–5(20) по ГОСТ 29227.

Стакан В(Н)-1–50 ТС (ТСХ) по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные.

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 реактивов, по качеству не хуже вышеуказанных.

6.4.2 Отбор проб — по 6.1

6.4.3 Условия проведения анализа – по 6.3.3.

6.4.4 Проведение анализа

Способ 1. Небольшое количество анализируемой пробы порциями помещают в капиллярную трубку, плотно утрамбовывая постукиванием трубки о твердую поверхность, на высоту 2–4 мм. Заполненную капиллярную трубку прикрепляют к термометру так, чтобы нижний запаянный конец трубки находился примерно на середине шарика термометра.

Нижний конец трубки с прикрепленным термометром помещают в баню, заполненную жидким парафином или силиконовым маслом, таким образом, чтобы шарик термометра полностью был погружен в жидкость. Нагревают баню на электроплитке до температуры 127 °С со скоростью 3 °С/мин. Затем скорость нагревания снижают до (1,5 ± 0,5) °С/мин, внимательно наблюдая за агрегатным состоянием содержимого капиллярной трубки. Отмечают температуру, при которой в трубке начнет образовываться жидкость, а также температуру, при которой содержимое трубки полностью расплавится с образованием четкого мениска. Нахождение обеих температур в интервале от 133 °С до 135 °С подтверждает присутствие сорбиновой кислоты.

Способ 2. В стеклянном стаканчике вместимостью 50 $см^3$ взвешивают 0,05 г сорбиновой кислоты. Затем в стаканчик добавляют 20 $см^3$ изопропилового спирта и перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения.

Приготовленный раствор дозируют пипеткой в кювету спектрофотометра и измеряют его оптическую плотность относительно оптической плотности изопропилового спирта в диапазоне длин волн от 210 до 300 нм. Максимум светопоглощения, регистрируемый при длине волны (254 ± 2) нм, подтверждает присутствие сорбиновой кислоты.

6.5 Тест на двойные связи

Метод основан на обесцвечивании брома веществами, содержащими двойные связи.

6.5.1 Средства измерений, посуда, реактивы

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

Пипетки 2–2–1–5(10) по ГОСТ 29227.

Колбы 1–250–14/23ТС по ГОСТ 25336.

Стакан В(Н)-1–100 ТС (ТСХ) по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)–100 по ГОСТ 1770.

Пробирка П2-21–70 по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бром по ГОСТ 4109, ч.

Допускается применение других средств измерений и посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам, и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов, по качеству не хуже вышеуказанных.

6.5.2 Отбор проб — по 6.1.

6.5.3 Условия проведения анализа – по 6.3.3.

6.5.4 Подготовка к анализу

Бромную воду (насыщенный водный раствор брома) готовят по ГОСТ 4517 (пункт 2.32).

Раствор используют свежеприготовленный.

6.5.5 Проведение анализа

(0,020 ± 0,001) г анализируемой пробы помещают в пробирку и добавляют пипеткой 1 $см^3$ бромной воды по 6.5.4. Исчезновение оранжевой окраски после взбалтывания содержимого пробирки подтверждает наличие двойных связей.

6.6 Определение массовой доли влаги

6.6.1 Отбор проб — по 6.1.

6.6.2 Условия проведения анализа — по 6.3.3.

6.6.3 Массовую долю влаги в пищевой сорбиновой кислоте определяют методом Фишера по ГОСТ 14870.

6.7 Определение массовой доли основного вещества

Метод основан на титровании пищевой сорбиновой кислоты раствором гидроокиси натрия в среде предварительно нейтрализованного безводного метанола в присутствии индикатора фенолфталеина.

6.7.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

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

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного режима температуры от 20 °С до 200 °С с погрешностью ± 2 °С.

Эксикатор 2–250 по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1–50–1, 1(3)–100–1 по ГОСТ 1770.

Палочки стеклянные.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

Фенолфталеин.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Метанол-яд по ГОСТ 6995.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.7.2 Отбор проб — по 6.1.

6.7.3 Условия проведения анализа — по 6.3.3.

6.7.4 Подготовка к анализу

6.7.4.1 Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1. Коэффициент поправки водного раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 определяют по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.2.3).

6.7.4.2 Спиртовой раствор фенолфталеина готовят по ГОСТ 4919.1.

6.7.4.3 Нейтрализация безводного метанола

Метанол объемом 50 см^3 помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют две-три капли раствора индикатора фенолфталеина по 6.7.4.2 и осторожно по каплям прибавляют раствор гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 по 6.7.4.1 до первого появления розового окрашивания.

6.7.5 Проведение анализа

(0,250 ± 0,001) г анализируемой пробы помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 50 см^3 нейтрализованного метанола по 6.7.4.3 и растворяют при перемешивании. Затем добавляют две-три капли раствора индикатора фенолфталеина по 6.7.4 и титруют раствором гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 до появления розового окрашивания, не исчезающего в течение 30 с.

6.7.6 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества пищевой сорбиновой кислоты X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{0{,}1121 \cdot K \cdot V \cdot 100}{m}, \qquad (1)$$

где 0,1121 — эквивалентная масса сорбиновой кислоты, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, г;

K — поправочный коэффициент титра раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, определенный по 6.7.4.1;

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

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m — масса анализируемой пробы по 6.7.5, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{2ср}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух последовательных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,30 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,60 %.

Границы абсолютной погрешности определения массовой доли основного вещества сорбиновой кислоты ± 0,4 % при P = 95 %.

6.8 Определение массовой доли сульфатной золы

Метод основан на определении несгораемого остатка в виде сульфатов после прокаливания сорбиновой кислоты, предварительно обработанной серной кислотой.

6.8.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

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

Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники 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.

Эксикатор 2–250 по ГОСТ 25336.

Чашка из прозрачного кварцевого стекла или чашка из платины вместимостью от 50 до 100 см^3.

Палочка стеклянная.

Аммоний углекислый ГОСТ 3770.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262.

Кальций хлористый по ГОСТ 450, плавленый, предварительно прокаленный.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.8.2 Отбор проб – по 6.1.

6.8.3 Условия проведения анализа – по 6.3.3.

6.8.4 Подготовка к анализу

6.8.4.1 Водный раствор серной кислоты массовой долей 10 % готовят разбавлением концентрированной серной кислоты по ГОСТ 4517 (пункт 2.89).

6.8.4.2 Чистую пустую чашку из прозрачного кварцевого стекла или из платины прокаливают при температуре (800 ± 25) °С в муфельной печи до постоянной массы, охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе над хлористым кальцием и взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака. Массу считают постоянной, если разница между двумя последовательными взвешиваниями не превышает 0,0002 г. В случае увеличения массы, берут данные предыдущих взвешиваний.

6.8.5 Проведение анализа

В предварительно прокаленную до постоянной массы и взвешенную по 6.8.4.2 чашку помещают анализируемую пробу пищевой сорбиновой кислоты массой 10 г с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака. Добавляют водный раствор серной кислоты по 6.8.4.1 в количестве, достаточном для увлажнения всей пробы, перемешивают стеклянной палочкой. Чашку медленно нагревают на электроплитке до полного озоления пробы. Если после озоления на дне чашки не видно темных частиц, озоление считают законченным. В противном случае озоление продолжают до полного сгорания. Эту операцию рекомендуется выполнять в вытяжном шкафу.

Затем чашку с остатком охлаждают в эксикаторе, добавляют 0,5 см^3 концентрированной серной кислоты и медленно нагревают содержимое чашки на электроплитке до полного исчезновения черных частиц, пока цвет золы не станет белым или слегка сероватым. После этого помещают чашку в предварительно нагретую муфельную печь. Для облегчения процесса удаления серной кислоты ре-

комендуется непосредственно перед помещением чашки в муфельную печь добавить к содержимому пять кристалликов углекислого аммония. Чашку выдерживают в печи при температуре (800 ± 25) °С в течение 15 мин, затем вынимают, охлаждают в эксикаторе с хлористым кальцием до комнатной температуры и взвешивают, записывая результат с точностью до четвертого десятичного знака. Прокаливание повторяют до тех пор, пока расхождение между двумя повторными взвешиваниями будет составлять не более 0,0002 г.

6.8.6 Обработка результатов

Массовую долю сульфатной золы в пищевой сорбиновой кислоте X_3, %, вычисляют по формуле

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

где m — масса чашки с анализируемой пробой до прокаливания, г;

m_1 — масса чашки с анализируемой пробой после прокаливания, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m_2 — масса прокаленной чашки, г.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат определений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{3ср}$, %, округленное до второго десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух последовательных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,01 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,01 %.

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли сульфатной золы ± 0,01 % при P = 95 %.

6.9 Определение массовой доли альдегидов

Метод основан на определении альдегидов в пищевой сорбиновой кислоте с использованием реактива фуксинсернистого (реактива Шиффа).

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

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

pH-метр со стеклянным электродом с диапазоном измерения от 1 до 14 ед. pH, абсолютной допускаемой погрешностью измерений ± 0,05 ед. pH.

Капельница 2–50 ХС или 3-7/11 ХС по ГОСТ 25336.

Колба К-1–250–14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1–10–1, 1–50–1, 1–100–1 по ГОСТ 1770.

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

Колбы 2–100–2, 2–1000–2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1–2–1–5, 1–2–1–10 по ГОСТ 29227.

Фильтр обеззоленный.

Формалин по ГОСТ 1625, марки ФБМ.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.9.2 Отбор проб — по 6.1.

6.9.3 Условия проведения анализа – по 6.3.3.

6.9.4 Подготовка к анализу

6.9.4.1 Реактив фуксинсернистый (реактив Шиффа) готовят по ГОСТ 4517 (пункт 2.138).

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

6.9.4.3 Приготовление контрольного раствора формальдегида

(0,81 ± 0,01) г формалина помещают в плоскодонную колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см^3 и приливают 100 см^3 дистиллированной воды. После перемешивания содержимое колбы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят ее содержимое до метки дистиллированной водой. После тщательного перемешивания содержимого отбирают пипеткой 10 см^3, переносят в другую мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят ее содержимое до метки дистиллированной водой. Затем тщательно перемешивают.

6.9.5 Проведение анализа

6.9.5.1 (0,030 ± 0,001) г анализируемой пробы помещают в стакан вместимостью 50 см^3 и растворяют в 15 см^3 дистиллированной воды при слабом нагревании. Затем раствор фильтруют через обеззоленный фильтр. Затем от фильтрата пипеткой отбирают 1 см^3 в пробирку вместимостью 5 см^3, добавляют 0,5 см^3 реактива Шиффа по 6.9.4.1 и оставляют на 10–15 мин.

6.9.5.2 Приготовление контрольного раствора

В пробирку вместимостью 5 см^3 помещают с помощью пипетки 1 см^3 раствора формальдегида по 6.9.4.3, добавляют к нему пипеткой 0,5 см^3 реактива Шиффа и оставляют на 10–15 мин.

6.9.5.3 Сравнение анализируемого раствора с контрольным

Через 10–15 мин после приготовления сравнивают интенсивность окраски анализируемого и контрольного растворов. Массовая доля альдегидов в анализируемой пробе пищевой сорбиновой кислоты составляет не более 0,1 %, если интенсивность окраски анализируемого раствора не больше интенсивности окраски контрольного.

6.10 Определение токсичных элементов

6.10.1 Отбор проб — по 6.1.

6.10.2 Массовую долю свинца определяют по ГОСТ 26932, ГОСТ 30178, ГОСТ 30538.

6.10.3 Массовую долю мышьяка определяют по ГОСТ 26930, ГОСТ 30538.

6.10.4 Массовую долю ртути определяют по ГОСТ 26927.

7 Транспортирование и хранение

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

7.2 Пищевую сорбиновую кислоту хранят в упаковке изготовителя при температуре от 0 °С до 25 °С и относительной влажности воздуха не более 80 % в крытых складских помещениях.

7.3 Срок годности пищевой сорбиновой кислоты устанавливает изготовитель.

Рекомендуемый срок годности — не менее двух лет со дня изготовления.

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, пищевая сорбиновая кислота, показатели качества и безопасности, упаковка, маркировка, правила приемки, методы контроля, транспортирование, хранение

Подписано в печать 03.03.2015.Формат 60х84⅛.
Усл. печ. л. 2,33. Тираж 31 экз. Зак. 1010

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

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

gost.e-ecolog.ru