МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
32747—
2014**

Добавки пищевые

ГЛЮКОНО-ДЕЛЬТА-ЛАКТОН Е575

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 (Росстандарт)

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

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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 июля 2014 г. № 722-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32747—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 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 Е575 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 Общие 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 Цветная реакция с хлоридом железа . . . 7
6.4 Тест на глюконат . . . 8
6.5 Определение массовой доли основного вещества . . . 9
6.6 Определение массовой доли редуцирующих веществ (в пересчете на D-глюкозу) . . . 10
6.7 Определение массовой доли потерь при высушивании . . . 13
6.8 Определение массовой доли сульфатной золы . . . 14
6.9 Определение токсичных элементов . . . 15
7 Транспортирование и хранение . . . 15
Библиография . . . 15

МКС 67.220.20

Поправка к ГОСТ 32747—2014 Добавки пищевые. Глюконо-дельта-лактон Е575. 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

ГЛЮКОНО-ДЕЛЬТА-ЛАКТОН Е575

Технические условия

Food additives. Glucono-delta-lactone E575. Specifications

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку глюконо-дельта-лактон (далее — пищевой глюконо-дельта-лактон), представляющую собой внутренний эфир глюконовой кислоты и предназначенную для использования в пищевой промышленности как разрыхлитель, антиокислитель и регулятор кислотности пищевых продуктов.

Требования, обеспечивающие безопасность пищевого глюконо-дельта-лактона, изложены в 3.1.6, требования к качеству — в 3.1.4, 3.1.5, 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

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 427—75 Линейки измерительные металлические. Технические условия

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

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

ГОСТ 3652—69 Реактивы. Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия

ГОСТ 3765—78 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 3770—75 Реактивы. Аммоний углекислый. Технические условия

ГОСТ 4147—74 Реактивы. Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4165—78 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6755—88 Поглотитель химический известковый ХП-И. Технические условия

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

ГОСТ 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов

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

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

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

ГОСТ 17299—78 Спирт этиловый технический. Технические условия

ГОСТ 17308—88 Шпагаты. Технические условия

ГОСТ 19360—74 Мешки вкладыши пленочные. Общие технические условия

ГОСТ 21241—89 Пинцеты медицинские. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 21400—75 Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний

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

ГОСТ 24147—80 Аммиак водный особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. 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 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 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

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 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.

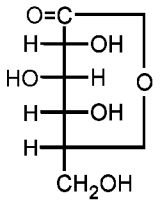
3 Общие технические требования

3.1 Характеристики

3.1.1 Пищевая добавка Е575 представляет собой внутренний эфир глюконовой кислоты.

Формулы: эмпирическая $C_6H_{10}O_6$,

структурная:



Химическое название — D-глюконо-1,5-лактон.

Молекулярная масса 178,14 а. е. м.

3.1.2 Пищевой глюконо-дельта-лактон вырабатывают в соответствии с требованиями [1], [2] и настоящего стандарта, и применяют в пищевых продуктах в соответствии с требованиями [1] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.1.3 Пищевой глюконо-дельта-лактон хорошо растворим в воде и плохо растворим в этаноле.

3.1.4 По органолептическим показателям пищевой глюконо-дельта-лактон должен соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Органолептические показатели

Наименование показателя	Характеристика
Внешний вид	Кристаллы или кристаллический порошок
Цвет	Белый
Запах	Без запаха или почти без запаха
Вкус	Слабый сладковатый, переходящий в кислый

3.1.5 По физико-химическим показателям пищевой глюконо-дельта-лактон должен соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

Таблица 2 — Физико-химические показатели

Наименование показателя	Характеристика (значение) показателя
Цветная реакция с хлоридом железа	Выдерживает испытание
Тест на глюконат	Выдерживает испытание
Массовая доля глюконо-дельта-лактона ($C_6H_{10}O_6$), %, не менее	99,0*
Массовая доля редуцирующих веществ (в пересчете на D-глюкозу), %, не более	0,5
Массовая доля потерь при высушивании, %, не более	1,0
Массовая доля сульфатной золы, %, не более	0,1
* В соответствии с [1] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.	

3.1.6 Содержание токсичных элементов (свинец) в пищевом глюконо-дельта-лактоне 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 пищевого глюконо-дельта-лактона в качестве сырья используют пищевую глюконовую кислоту по нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт.

3.2.2 Допускается применение аналогичного сырья, обеспечивающего получение пищевого глюконо-дельта-лактона в соответствии с требованиями настоящего стандарта и разрешенного к применению в пищевой промышленности на территории государства, принявшего стандарт.

3.3 Упаковка

3.3.1 Пищевой глюконо-дельта-лактон упаковывают в продуктовые мешки из мешочных тканей по ГОСТ 30090, открытые бумажные мешки 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 упаковываемого пищевого глюконо-дельта-лактона 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 пищевого глюконо-дельта-лактона 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 Пищевой глюконо-дельта-лактон, отправляемый 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 Транспортная маркировка 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 Пищевой глюконо-дельта-лактон не токсичен, пожаро- и взрывобезопасен.

4.2 По степени воздействия на организм человека пищевой глюконо-дельта-лактон в соответствии с ГОСТ 12.1.005 и ГОСТ 12.1.007 относится к веществам малоопасным — четвертому классу опасности.

4.3 При работе с пищевым глюконо-дельта-лактоном 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 пищевым глюконо-дельта-лактоном, 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 Пищевой глюконо-дельта-лактон принимают партиями.

Партией считают количество пищевого глюконо-дельта-лактона, 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 пищевого глюконо-дельта-лактона требованиям настоящего стандарта проводят приемо-сдаточные испытания по качеству упаковки, правильности нанесения маркировки, массе нетто, органолептическим и физико-химическим показателям и периодические испытания по показателям, обеспечивающим безопасность.

5.3 При проведении приемо-сдаточных испытаний применяют одноступенчатый выборочный план при нормальном контроле, специальном уровне контроля S-4, приемлемом уровне качества AQL, равном 6,5, по [5].

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

Таблица 3

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

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

5.5 Контроль массы нетто пищевого глюконо-дельта-лактона 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 пищевого глюконо-дельта-лактона в каждой упаковочной единице — по 3.3.5.

5.6 Приемка партии пищевого глюконо-дельта-лактона по массе нетто, качеству упаковки и правильности маркировки упаковочных единиц

5.6.1 Партию принимают, если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто пищевого глюконо-дельта-лактона, меньше или равно приемочному числу (см. таблицу 3).

5.6.2 Если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто пищевого глюконо-дельта-лактона, 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 маркировки и массе нетто пищевого глюконо-дельта-лактона, больше или равно браковочному числу.

5.7 Приемка партии пищевого глюконо-дельта-лактона по органолептическим и физико-химическим показателям

5.7.1 Для контроля органолептических и физико-химических показателей пищевого глюконо-дельта-лактона 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 хотя бы по одному из органолептических или физико-химических 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.

В случае получения неудовлетворительных результатов испытаний партию бракуют.

5.7.3 Органолептические и физико-химические показатели пищевого глюконо-дельта-лактона в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты испытаний распространяют только на пищевой глюконо-дельта-лактон в этой упаковке.

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

6 Методы контроля

6.1 Отбор и подготовка проб

6.1.1 Для составления суммарной пробы пищевого глюконо-дельта-лактона 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 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.

6.1.4 Суммарную пробу делят на две части и каждую часть помещают в чистые, сухие, плотно закрывающиеся стеклянные или полимерные емкости.

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 и безопасности пищевого глюконо-дельта-лактона.

Рекомендуемый срок хранения суммарной пробы пищевого глюконо-дельта-лактона при температуре от 18 °С до 25 °С и относительной влажности 70 % — два года.

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

- полное наименование пищевой добавки и ее Е номер;
- 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, запаха и вкуса пищевого глюконо-дельта-лактона.

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 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.

Ложка чайная пластиковая.

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, вспомогательных устройств, посуды и материалов, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам, и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов, по качеству не хуже вышеуказанных.

6.2.2 Отбор проб — по 6.1.

6.2.3 Проведение анализа

6.2.3.1 Внешний вид и цвет пищевого глюконо-дельта-лактона 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.

6.2.3.2 Для определения запаха готовят раствор массовой долей 2 %. Для этого растворяют анализируемую пробу массой 2 г в 98 см^3 дистиллированной воды в стакане вместимостью 250 см^3. Чистый, без постороннего запаха стаканчик заполняют на 1/2 объема приготовленным раствором. Стаканчик закрывают крышкой и выдерживают в течение 1 ч при температуре воздуха (20 ± 5) °С. Запах определяют органолептически на уровне края стаканчика сразу же после открывания крышки.

6.2.3.3 Для определения вкуса часть раствора, приготовленного по 6.2.3.2, отбирают пластиковой чайной ложкой и пробуют кончиком языка на вкус.

6.3 Цветная реакция с хлоридом железа

Метод основан на образовании интенсивного желтого окрашивания при взаимодействии глюконо-дельта-лактона с хлоридом железа (III).

6.3.1 Средства измерений, посуда и реактивы

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

Стакан В (Н)-1(2)—100 ТС (ТСХ) по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770.

Пипетка 1—1—1—1 по ГОСТ 29227.

Палочка стеклянная.

Железо треххлористое 6-водное ГОСТ 4147.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, 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 %.

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

6.3.4 Подготовка к анализу

6.3.4.1 Раствор глюконо-дельта-лактона с массовой долей 2 % готовят растворением 1 г глюконо-дельта-лактона в 49 см^3 дистиллированной воды.

Раствор используют свежеприготовленным.

6.3.4.2 Раствор хлорида железа с массовой долей 9 % готовят растворением 4,5 г треххлористого 6-водного железа ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$) в 45,5 см^3 дистиллированной воды.

Раствор используют свежеприготовленным.

6.3.5 Проведение анализа

К 1 см^3 раствора глюконо-дельта-лактона прибавляют одну каплю раствора треххлористого железа. Должно образовываться интенсивное желтое окрашивание.

6.4 Тест на глюконат

Метод основан на хроматографическом определении в тонком слое сорбента (ТСХ) и сравнении цвета, размера и задержки пятен раствора анализируемого вещества глюконо-дельта-лактона и раствора контрольного вещества (глюконата калия).

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

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

Линейка металлическая по ГОСТ 427.

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

Шприц медицинский инъекционный вместимостью от 5 до 10 см^3.

Микрошприц типа М-5 вместимостью 5,0 мм^3 (5 мкл).

Пластины для тонкослойной хроматографии (10 см), покрытые хроматографическим силикагелем с толщиной слоя 0,25 мм.

Воронка ВФ-1—90-ПОР 10 ТХС ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2—50(100)—2 по ГОСТ 1770.

Стаканчики для взвешивания СВ-14/8 по ГОСТ 25336.

Колба П-1—250—29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Пробка стеклянная с конусом 29/32 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—50—1 по ГОСТ 1770.

Пипетка 2—2—1—10 по ГОСТ 29227.

Пинцет медицинский по ГОСТ 21241.

Калия глюконат, массовая доля основного вещества не менее 97 %.

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299.

Эфир этиловый уксусной кислоты по ГОСТ 22300, ч. д. а.

Аммиак водный по ГОСТ 24147, марки ос. ч. 23—5.

Аммоний молибденовокислый ГОСТ 3765, ч. д. а.

Церий (IV) сернокислый четырехводный, массовая доля основного вещества не менее 97 %, ч. д. а.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,830 г/см^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, материалов, 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 Подготовка к анализу

6.4.4.1 Приготовление раствора глюконо-дельта-лактона массовой концентрации 10 мг/см^3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят 0,50 г глюконо-дельта-лактона. Доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в плотно закрытой емкости при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

6.4.4.2 Приготовление раствора глюконата калия массовой концентрации 10 мг/см^3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят 0,50 г глюконата калия. Доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в плотно закрытой емкости при температуре от (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

6.4.4.3 Приготовление смеси растворителей

В колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 250 см^3 вносят 50 см^3 этилового спирта, 30 см^3 дистиллированной воды, 10 см^3 аммиака водного и 10 см^3 этилового эфира уксусной кислоты, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в плотно закрытой емкости при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

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

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вливают от 500 до 600 см^3 дистиллированной воды, затем осторожно при перемешивании прибавляют 58 см^3 концентрированной серной кислоты плотностью 1,830 г/см^3, охлаждают до температуры (20 ± 5) °С, доводят содержимое колбы дистиллированной водой до метки, перемешивают, при наличии взвешенных частиц фильтруют.

Срок хранения раствора в плотно закрытой емкости при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 года.

6.4.4.5 Приготовление реактива для опрыскивания

В мерной колбе на 100 см^3 растворяют 2,5 г молибденовокислого аммония в 50 см^3 серной кислоты по 6.4.4.4, прибавляют 1,0 г сернокислого четырехводного церия, перемешивают до растворения, доводят серной кислотой до метки, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в плотно закрытой емкости при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

6.4.5 Проведение анализа

На соответствующие тонкослойные хроматографические пластины наносят отдельно по 5 мм^3 раствора анализируемой пробы глюконо-дельта-лактона по 6.4.4.1 и раствора глюконата калия по 6.4.4.2 и оставляют сохнуть. Проявляют хроматограмму в приготовленной по 6.4.4.3 смеси растворителей, пока фронт растворителя не переместится на три четверти длины пластины. Затем пластины на 20 мин помещают в сушильный шкаф, прогретый до температуры (110 ± 2) °С. После остывания пластины опрыскивают реактивом, приготовленным по 6.4.4.5 и нагревают в сушильном шкафу при температуре (110 ± 2) °С приблизительно 10 мин. Главное пятно, полученное из испытуемого раствора глюконо-дельта-лактона, должно соответствовать по цвету, размеру и задержке пятну, полученному из раствора глюконата калия.

6.5 Определение массовой доли основного вещества

Метод основан на гидролизе глюконо-дельта-лактона до глюконовой кислоты в присутствии гидроокиси натрия, образовании глюконата натрия и титровании избытка гидроокиси натрия раствором соляной кислоты при использовании в качестве индикатора фенолфталеина.

6.5.1 Средства измерений, посуда, реактивы

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Бюретки I-1—2—25(50)—0,1 по ГОСТ 29251.

Колба Кн-1—250 по ГОСТ 25336.

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

Воронка В—56(75)—110 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканчик для взвешивания СВ—14/8(19/9) по ГОСТ 25336.

Колба 2а—1000—2 по ГОСТ 1770.

Трубка хлоркальциевая ТХ-П-1-17 по ГОСТ 25336.

Известь натриевая, соответствующая ГОСТ 6755.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Кислота соляная, стандарт-титр молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3.

Фенолфталеин (индикатор).

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, 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

6.5.4.1 Раствор гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н) готовят по ГОСТ 25794.1.

6.5.4.2 Раствор соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н) готовят из стандарт-титра, для этого содержимое одной ампулы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и добавляют дистиллированную воду до метки.

Срок хранения раствора в плотно закрытой емкости при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

6.5.4.3 Спиртовой раствор фенолфталеина массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4919.1.

6.5.5 Проведение анализа

От 0,75 до 0,85 г анализируемой пробы глюконо-дельта-лактона взвешивают в сухом стаканчике. Результат взвешивания записывают с точностью до третьего десятичного знака. Пробу количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и растворяют в 50 см^3 раствора гидроокиси натрия по 6.5.4.1, затем выдерживают в течение 20 мин, добавляют две-три капли раствора фенолфталеина по 6.5.4.3 и титруют избыток гидроокиси натрия раствором соляной кислоты по 6.5.4.2 до обесцвечивания, сохраняющегося в течение 1 мин.

6.5.6 Обработка и оформление результатов

Массовую долю глюконо-дельта-лактона X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(50K - V) \cdot 0{,}01781 \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где 50 — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, взятый при растворении пробы, см^3;

K — поправочный коэффициент титра раствора гидроокиси натрия: определяют по ГОСТ 25794.1, используя установочный раствор стандарт-титр (фиксанал) c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н);

V — объем раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

0,01781 — количество глюконо-дельта-лактона, соответствующее 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, г/см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса анализируемой пробы по 6.5.5, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $X_{1ср}$, %, округленное до первого 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 = 0,20 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,40 %.

Границы абсолютной погрешности метода ± 0,3 % при P = 95 %.

6.6 Определение массовой доли редуцирующих веществ (в пересчете на D-глюкозу)

Метод основан на восстановлении щелочного раствора меди раствором редуцирующих веществ и определении количества невосстановившейся меди йодометрическим способом.

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

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

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

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

Стаканчики для взвешивания СВ-14/8(19/9) по ГОСТ 25336.

Воронка ВФ-56—80(110) ХС по ГОСТ 25336.

Колба Кн-2—250—34 ТС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2—100(500, 1000)—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2—2—1—10 по ГОСТ 29227.

Стаканы В—1—150(250,1000) ТС (ТХС) по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1(3)—5(100, 250)—1(2) по ГОСТ 1770.

Стекло химико-лабораторное (палочки) по ГОСТ 21400.

Холодильник ХШ-3—200(300) ХС по ГОСТ 25336.

Бумага индикаторная универсальная или лакмусовая.

Бумага фильтровальная лабораторная ФМ—III по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х. ч.

Кислота лимонная, моногидрат или безводная по ГОСТ 3652, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, х. ч.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) стандарт-титр c ($Na_2S_2O_3$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н).

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

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч. д. а.

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

6.6.2 Отбор проб — по 6.1.

6.6.3 Условия проведения анализа — по 6.3.3.

6.6.4 Подготовка к анализу

6.6.4.1 Приготовление щелочного цитратного раствора меди

Раствор 1. В стакан вместимостью 250 см^3 помещают 25 г сернокислой меди и растворяют в 120 см^3 дистиллированной воды.

Раствор используют свежеприготовленным.

Раствор 2. В стакан вместимостью 250 см^3 помещают 50 г лимонной кислоты и растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды.

Раствор используют свежеприготовленным.

Раствор 3. В стакан вместимостью 1000 см^3 помещают 143,7 г безводного углекислого натрия и растворяют в 500 см^3 дистиллированной воды.

Раствор лимонной кислоты (раствор 2) осторожно вливают в раствор углекислого натрия (раствор 3). После прекращения выделения углекислого газа в полученный раствор небольшими порциями при перемешивании вливают раствор сернокислой меди (раствор 1). Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, охлаждают до температуры (20 ± 5) °С и доводят содержимое колбы дистиллированной водой до метки, перемешивают, при наличии взвешенных частиц фильтруют.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С — не более 48 ч.

6.6.4.2 Раствор серноватистокислого натрия молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н) готовят из стандарт-титра по ГОСТ 25794.1.

6.6.4.3 Приготовление раствора крахмала массовой долей 1 %

В конической колбе доводят до кипения 95 см^3 дистиллированной воды. В стакане вместимостью 150 см^3 смешивают 1 г крахмала с 5 см^3 дистиллированной воды, полученную суспензию вливают в коническую колбу с кипящей дистиллированной водой и кипятят 1 мин, после чего охлаждают до температуры (20 ± 5) °С.

Срок хранения раствора в плотно закрытой емкости при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

6.6.4.4 Приготовление раствора гидроокиси калия молярной концентрации c (KOH) = 4 моль/дм^3

В стакан вместимостью 1000 см^3 помещают 130 г гидроокиси калия и растворяют в 250 см^3 дистиллированной воды. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, охлаждают до температуры (20 ± 5) °С, доводят содержимое колбы дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора в плотно закрытой емкости при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

6.6.4.5 Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = = 4 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вливают от 500 до 600 см^3 дистиллированной воды, затем осторожно при перемешивании прибавляют 116 см^3 концентрированной серной кислоты плотностью 1,830 г/см^3, охлаждают до температуры (20 ± 5) °С, доводят содержимое колбы дистиллированной водой до метки, перемешивают, при наличии взвешенных частиц фильтруют.

Срок хранения раствора в плотно закрытой емкости при температуре (20 ± 5) °С — не более одного года.

6.6.5 Проведение анализа

20 г анализируемой пробы глюконо-дельта-лактона взвешивают. Результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака. Пробу помещают в стакан вместимостью 150 см^3, растворяют при перемешивании в 40 см^3 дистиллированной воды, нагретой до температуры (65 ± 5) °С и нейтрализуют раствором гидроокиси калия по 6.6.4.4 (около 23 см^3) до нейтрального значения pH

(7 ед. pH). Конец нейтрализации проверяют по лакмусовой или универсальной индикаторной бумаге, опущенной в стакан. Раствор охлаждают до температуры (20 ± 5) °С и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и хорошо перемешивают; при наличии взвешенных частиц фильтруют (анализируемый раствор).

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 вносят пипетками 10 см^3 щелочного цитратного раствора меди по 6.6.4.1, 10 см^3 анализируемого раствора и 30 см^3 дистиллированной воды, затем помещают в колбу для равномерного кипения кусочек пемзы или два-три кусочка пористой керамики. Колбу присоединяют к обратному холодильнику. Раствор в течение трех-четырех минут доводят до кипения, кипятят 10 мин, затем колбу быстро охлаждают до температуры (20 ± 5) °С.

В остывшую жидкость прибавляют 1,5 г йодистого калия, растворенного в 5 см^3 дистиллированной воды, и 20 см^3 раствора серной кислоты по 6.6.4.5. Серную кислоту приливают осторожно, все время взбалтывая жидкость, во избежание выбрасывания ее из колбы за счет выделившегося углекислого газа. После этого сразу же титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия до светло-желтой окраски жидкости. Затем прибавляют от 2 до 3 см^3 раствора крахмала и продолжают титровать окрасившуюся в грязно-синий цвет жидкость до появления окраски молочного цвета.

Контрольный опыт проводят в тех же условиях, для этого берут 10 см^3 щелочного цитратного раствора меди и 40 см^3 дистиллированной воды.

6.6.6 Обработка и оформление результатов

Разность между объемом раствора тиосульфата натрия (см^3), затраченным при контрольном опыте и при определении, дает соответствующее количество меди, выраженное в кубических сантиметрах раствора тиосульфата натрия молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н) по 6.6.4.2, по которому находят количество миллиграммов редуцирующих веществ во взятых 10 см^3 анализируемого раствора по 6.6.5 (см. таблицу 4).

Таблица 4 — Масса редуцирующих веществ, определенная йодометрическим методом

Разность объемов 0,1 н раствора тиосульфата натрия, см^3	Масса редуцирующих веществ, мг, при разности между объемом раствора тиосульфата натрия, затраченным при контрольном опыте и при определении, см^3									
	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
0	0	0,25	0,50	0,75	1,00	1,25	1,50	1,75	2,00	2,25
1	2,51	2,77	3,03	3,29	3,55	3,81	4,07	4,33	4,59	4,85
2	5,11	5,37	5,63	5,89	6,15	6,41	6,67	6,93	7,19	7,45
3	7,71	7,97	8,23	8,49	8,75	9,01	9,27	9,53	9,79	10,05
4	10,31	10,57	10,83	11,09	11,35	11,61	11,87	12,13	12,39	12,65
5	12,92	13,19	13,46	13,73	14,00	14,27	14,54	14,81	15,08	15,35
6	15,62	15,89	16,16	16,43	16,70	16,97	17,24	17,51	17,78	18,05
7	18,32	18,59	18,86	19,13	19,40	19,67	19,94	20,21	20,48	20,75
8	21,02	21,29	21,56	21,83	22,10	22,37	22,64	22,91	23,18	23,45
9	23,73	24,01	24,29	24,57	24,85	25,13	25,41	25,69	25,97	26,25

Массовую долю редуцирующих веществ X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 V \cdot 100}{V_1 1000 m} = \frac{m_1 V}{10 V_1 m}, \quad (2)$$

где m_1 — масса редуцирующих веществ, определенная по таблице 4, мг;

V — вместимость мерной колбы, см^3; V = 100 см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

V_1 — объем анализируемого раствора, взятый для анализа, см^3; V = 10 см^3;

1000 — коэффициент пересчета миллиграммов редуцирующих веществ в граммы;

m — масса анализируемой пробы по 6.6.5, г.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $X_{1ср}$, %, 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 = 0,050 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,100 %.

Границы абсолютной погрешности метода ± 0,07 % при P = 95 %.

6.7 Определение массовой доли потерь при высушивании

Метод основан на гравиметрическом определении потерь при высушивании глюконо-дельта-лактона до постоянной массы.

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 температуры сушки от 20 °С до 200 °С с погрешностью ± 2 °С.

Эксикатор 2—250 по ГОСТ 25336 с хлористым кальцием, предварительно обезвоженным при температуре (300 ± 50) °С в течение 2 ч.

Рукавицы тканевые или держатели для стаканчика.

Стаканчики для взвешивания СН-60/14 или СН-34/12 по ГОСТ 25336.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

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.

6.7.2 Отбор проб — по 6.1.

6.7.3 Условия проведения анализа — по 6.3.3.

6.7.4 Подготовка к анализу

Открытый стаканчик для взвешивания вместе с крышкой помещают в сушильный шкаф, нагретый до температуры (105 ± 2) °С и выдерживают в течение 30 мин. Затем стаканчик закрывают крышкой, помещают в эксикатор, на 1/3 заполненный обезвоженным хлористым кальцием, охлаждают до температуры, не превышающей более чем на 3 °С температуру окружающего воздуха, и взвешивают. Результат взвешивания записывают с точностью до третьего десятичного знака.

Высушивание стаканчика с крышкой повторяют при тех же условиях до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний будет не более 0,001 г.

6.7.5 Проведение анализа

В подготовленный стаканчик вносят от 2,000 до 3,000 г анализируемой пробы глюконо-дельта-лактона, стаканчик закрывают крышкой и взвешивают. Пробу распределяют равномерным слоем постукиванием по стаканчику и сушат в открытом стаканчике вместе с крышкой в течение 2 ч при температуре (105 ± 2) °С.

После этого стаканчик с высушенной пробой быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе над обезвоженным хлористым кальцием до температуры, не превышающей более чем на 3 °С температуру окружающего воздуха, и взвешивают. Результат взвешивания записывают с точностью до третьего десятичного знака.

6.7.6 Обработка и оформление результатов

Массовую долю потерь при высушивании X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(m - m_2) \cdot 100}{m - m_1}, \quad (3)$$

где m — масса стаканчика с крышкой и анализируемой пробой до высушивания, г;

m_2 — масса стаканчика с крышкой и анализируемой пробой после высушивания, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m_1 — масса сухого стаканчика с крышкой, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{3ср}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия: абсолютное значение разности между результатами двух последовательных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,20 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не должно превышать предела воспроизводимости R = 0,50 %.

Границы абсолютной погрешности метода ± 0,3 % при P = 95 %.

6.8 Определение массовой доли сульфатной золы

Метод заключается в озолении пробы, предварительно обработанной серной кислотой, и последующем прокаливании остатка в муфельной печи до постоянной массы.

6.8.1 Средства измерений, вспомогательные оборудование, посуда и реактивы

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

Печь муфельная, обеспечивающая поддержание температуры в диапазоне (800 ± 25) °С.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Эксикатор 2—190 по ГОСТ 25336 с хлористым кальцием, предварительно обезвоженным при температуре (300 ± 50) °С в течение 2 ч.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

Держатели для стаканчика.

Тигель платиновый 100—10 по ГОСТ 6563.

Пипетка 1—1—1—1 по ГОСТ 29227.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,83 г/см^3.

Аммоний углекислый безводный по ГОСТ 3770.

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

Тигель прокаливают в муфельной печи при температуре (800 ± 25) °С до постоянной массы, охлаждают в течение 1 ч в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание до постоянной массы проводят до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний не будет менее 0,0002 г.

6.8.5 Проведение анализа

От 1,8000 до 2,2000 г анализируемой пробы глюконо-дельта-лактона переносят в предварительно прокаленный до постоянной массы платиновый тигель и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. В тигель добавляют концентрированную серную кислоту плотностью 1,83 г/см^3 до полного смачивания пробы и осторожно, избегая потерь золы, нагревают на плитке до высыхания анализируемой пробы и полного обугливания. Продолжают нагревать до тех пор, пока вся проба не улетучится, или почти весь углерод не окислится, затем тигель охлаждают. Остаток в тигле увлажняют 0,5 см^3 серной кислоты плотностью 1,830 г/см^3 и осторожно нагревают до удаления паров серной кислоты. Пробу охлаждают до температуры (20 ± 5) °С и добавляют 2 г углекислого аммония, осторожно нагревают, избегая потерь золы, до удаления паров, после чего тигель с пробой помещают в муфельную печь, предварительно нагретую до температуры (400 ± 50) °С и медленно сжигают пробу, поднимая температуру на 50 °С каждые 40 мин до достижения (600 ± 50) °С. После полного сгорания пробы температуру печи повышают до (800 ± 25) °С и прокаливают остаток в течение 30 мин. После завершения прокаливания тигель охлаждают в эксикаторе в течение 1 ч и взвешивают. Прокаливание повторяют до тех пор, пока разность результатов двух последовательных взвешиваний будет не более 0,0002 г.

6.8.6 Обработка и оформление результатов

Массовую долю сульфатной золы X_4, %, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m - m_1}, \quad (4)$$

где m_2 — масса тигля с анализируемой пробой после озоления, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m — масса тигля с анализируемой пробой до озоления, г.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{4ср}$, %, округленное до второго десятичного знака, если выполняются условия: абсолютное значение разности между результатами двух последовательных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,020 %.

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

Границы абсолютной погрешности метода ± 0,03 % при P = 95 %.

6.9 Определение токсичных элементов

6.9.1 Отбор проб — по 6.1.

6.9.2 Массовую долю свинца определяют по ГОСТ 26932, ГОСТ 30178 и ГОСТ 30538.

7 Транспортирование и хранение

7.1 Пищевой глюконо-дельта-лактон перевозят в крытых транспортных средствах всеми видами транспорта в соответствии с правилами транспортирования грузов, действующими на соответствующих видах транспорта.

7.2 Пищевой глюконо-дельта-лактон хранят в упаковке изготовителя в сухих отапливаемых складских помещениях при температуре от 10 °С до 25 °С на деревянных стеллажах или поддонах при относительной влажности воздуха не более 70 %.

7.3 Срок годности устанавливает изготовитель.

Рекомендуемый срок годности пищевого глюконо-дельта-лактона — 1 год 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, глюконо-дельта-лактон, показатели качества и безопасности, упаковка, маркировка, требования безопасности, правила приемки, методы контроля, транспортирование и хранение

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 05.03.2015. Подписано в печать 31.03.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,75. Тираж 38 экз. Зак. 1492.

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

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

gost.e-ecolog.ru