МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33504—2015

Добавки пищевые

ДИГИДРОКВЕРЦЕТИН

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

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 Открытым акционерным обществом Завод экологической техники и экопитания «ДИОД», Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом молочной промышленности Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИМИ Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 октября 2015 г. № 81-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 13 ноября 2015 г. № 1810-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33504—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартинформ, 2016

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Поправка к ГОСТ 33504—2015 Добавки пищевые. Дигидрокверцетин. 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
ДИГИДРОКВЕРЦЕТИН
Технические условия

Food additives. Dihydroquercetin.
Specifications

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку дигидрокверцетин (далее – дигидрокверцетин), представляющий собой флавононол, получаемый из природного растительного сырья – комлевой части древесины сибирской лиственницы (Larix sibirica Ledeb), лиственницы Гмелина или даурской лиственницы [Larix gmelini (Rupr) Rupr, синоним L. dahurica Turcz], предназначенный для использования в пищевой промышленности в качестве антиокислителя.

Требования, обеспечивающие безопасность дигидрокверцетина, изложены в 4.1.6, 4.1.7, требования к качеству – в 4.1.4, 4.1.5, к маркировке – в 4.4.

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 12.3.002—75 Система стандартов безопасности труда. Процессы производственные. Общие требования безопасности

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

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

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

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

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

ГОСТ 3956—76 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 5962—2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6309—93 Нитки швейные хлопчатобумажные и синтетические. Технические условия

ГОСТ 6552—80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

Издание официальное

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

ГОСТ 9347—74 Картон прокладочный и уплотнительные прокладки из него. Технические условия

ГОСТ 9463—88 Лесоматериалы круглые хвойных пород. Технические условия

ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 10444.12—2013 Микробиология пищевых продуктов и кормов для животных. Методы выявления и подсчета количества дрожжей и плесневых грибов

ГОСТ 10444.15—94 Продукты пищевые. Методы определения количества мезофильных аэробных и факультативно-анаэробных микроорганизмов

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 12302—2013 Пакеты из полимерных пленок и комбинированных материалов. Общие технические условия

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

ГОСТ 13830—97* Соль поваренная пищевая. Общие технические условия

ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов

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

ГОСТ 16337—77 Полиэтилен высокого давления. Технические условия

ГОСТ 17527—2014 (ISO 21067:2007) Упаковка. Термины и определения

ГОСТ 18251—87 Лента клеевая на бумажной основе. Технические условия

ГОСТ 20477—86 Лента полиэтиленовая с липким слоем. Технические условия

ГОСТ 23285—78 Пакеты транспортные для пищевых продуктов и стеклянной тары. Технические условия

ГОСТ 23683—89 Парафины нефтяные твердые. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25776—83 Продукция штучная и в потребительской таре. Упаковка групповая в термоусадочную пленку

ГОСТ 25951—83 Пленка полиэтиленовая термоусадочная. Технические условия

ГОСТ 26663—85 Пакеты транспортные. Формирование с применением средств пакетирования. Общие технические требования

ГОСТ 26927—86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения ртути

ГОСТ 26929—94 Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов

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

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

ГОСТ 26933—86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения кадмия

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

ГОСТ 28311—89 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

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

ГОСТ 30538—97 Продукты пищевые. Методика определения токсичных элементов атомно-эмиссионным методом

ГОСТ 30726—2001 Продукты пищевые. Методы выявления и определения количества бактерий вида Escherichia coli

ГОСТ 31659—2012 (ISO 6579:2002) Продукты пищевые. Метод выявления бактерий рода Salmonella

ГОСТ 31747—2012 Продукты пищевые. Методы выявления и определения количества бактерий группы кишечных палочек (колиформных бактерий)

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

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 51574—2000 «Соль поваренная пищевая. Технические условия».

указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по [1], [2], [3], [4], ГОСТ 17527, а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **дигидрокверцетин:** Антиокислитель пищевого продукта, получаемый из древесины сибирской лиственницы (Larix sibirica Ledeb), лиственницы Гмелина или даурской лиственницы [Larix gmelini (Rupr) Rupr, синоним L. dahurica Turcz], представляющий собой мелкокристаллический порошок от белого до кремового или светло-желтого цвета, имеющий температуру плавления от 222 °С до 226 °С, с содержанием дигидрокверцетина в сухом веществе не менее 90 %.

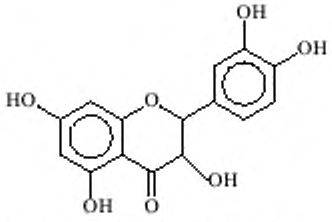
4 Технические требования

4.1 Основные показатели и характеристики

4.1.1 Пищевая добавка дигидрокверцетин представляет собой флавононол

Формулы: эмпирическая $C_{15}H_{12}O_7$;

структурная



Химическое название – 3, 3', 4', 5, 7 пентагидроксифлаванон.

Молекулярная масса – 304,25 а. е. м.

4.1.2 Дигидрокверцетин изготавливают в соответствии с требованиями [1], [2] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государств, принявших стандарт, и настоящего стандарта, и применяют в пищевых продуктах в соответствии с требованиями [1] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государств, принявших стандарт.

4.1.3 Дигидрокверцетин мало растворим в воде (растворимость возрастает при повышении температуры воды), растворим в этиловом спирте, пропиленгликоле (пронан-1,2-диоле).

4.1.4 По органолептическим характеристикам дигидрокверцетин должен соответствовать требованиям таблицы 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Характеристика
Вкус и запах	Слабый горьковатый вкус, без запаха
Внешний вид и консистенция	Мелкокристаллический порошок
Цвет	От белого до кремового или светло-желтого цвета

4.1.5 По физико-химическим показателям дигидрокверцетин должен соответствовать значениям, указанным в таблице 2.

Таблица 2

Наименование показателя	Значение
Массовая доля сухого вещества, %, не менее	93,0
Массовая доля дигидрокверцетина в сухом веществе, %, не менее	90,0
Массовая доля 2R3R изомера дигидрокверцетина в сухом дигидрокверцетине, %, не менее	95,0
Массовая доля родственных биофлавоноидных соединений в сухом веществе, %, не более	8,5
Посторонние примеси, в том числе смолы, в сухом веществе, %, не более	1,5
Температура плавления, °С	222–226

4.1.6 Допустимые уровни содержания токсичных элементов (мышьяка, свинца, ртути, кадмия) и пестицидов (гексахлорциклогексана (α-, β-, γ-изомеров), дихлордифенил-трихлорэтана и его метаболитов, гептахлора, алдрина) в дигидрокверцетине не должны превышать требований, установленных [2] применительно к биологически активным добавкам на основе чистых субстанций или нормативными правовыми актами, действующими на территории государств, принявших стандарт.

4.1.7 Допустимые уровни содержания микроорганизмов [мезофильных аэробных и факультативно-анаэробных микроорганизмов, бактерий группы кишечных палочек (колиформы), Escherichia coli, патогенных микроорганизмов, в том числе сальмонелл и плесневых грибов] в дигидрокверцетине не должны превышать требований, установленных [2] применительно к биологически активным добавкам на основе чистых субстанций или нормативными правовыми актами, действующими на территории государств, принявших стандарт.

4.2 Требования к сырью

4.2.1 Для изготовления дигидрокверцетина применяют следующее сырье:

- комлевую часть древесины сибирской лиственницы (Larix sibirica Ledeb), лиственницы Гмелина или даурской лиственницы [Larix gmelini (Rupr) Rupr, синоним L. dahurica Turcz] по ГОСТ 9463 без грибковых поражений, червоточины и без ограничений по кривизне комлевой части лиственницы;
- полупродукт дигидрокверцетин-сырец с массовой долей дигидрокверцетина в сухом веществе от 20 % до 90 % по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт;
- спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ 5962;
- пропиленгликоль-1,2 (пронан-1,2-диол) (Е1520) по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт;
- соль поваренную пищевую по ГОСТ 13830;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- воду питьевую по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт.

Допускается использование других экстракционных и технологических растворителей, разрешенных к применению в пищевой промышленности и соответствующих [1] или нормативным правовым актам, действующим на территории государств, принявших стандарт.

4.2.2 Допускается использование аналогичного сырья по показателям качества и безопасности не уступающего требованиям, указанным в 4.2.1.

4.3 Упаковка

4.3.1 Упаковка и упаковочные материалы, используемые для упаковывания дигидрокверцетина, должны соответствовать требованиям [4] или нормативных правовых актов, действующих на территории государств, принявших стандарт, документов, в соответствии с которыми они изготовлены, быть допущены к применению для контакта с пищевыми продуктами и должны обеспечивать сохранность качества и безопасность дигидрокверцетина при его транспортировании, хранении и реализации в течение срока годности при соблюдении условий хранения.

Дигидрокверцетин упаковывают в чистую, не имеющую механических повреждений потребительскую упаковку:

- пакеты полиэтиленовые по ГОСТ 12302. Пакет помещают во второй полиэтиленовый пакет по ГОСТ 12302, укупоривают термосваркой или обвязывают хлопчатобумажными нитками по ГОСТ 6309. Этикетку или листок-вкладыш помещают на поверхность внутреннего пакета;
- флаконы с навинчиваемыми пластмассовыми крышками из полиэтилена по ГОСТ 16337. Флаконы должны быть герметично укупорены смесью парафина по ГОСТ 23683 с полиэтиленом по

ГОСТ 10354 в соотношении (7:1). Флаконы должны быть заполнены дигидрокверцетином доверху. Этикетку помещают на поверхность флакона. Флаконы упаковывают в полиэтиленовые пакеты по ГОСТ 12302, обвязывают хлопчатобумажными нитками по ГОСТ 6309. В полиэтиленовый пакет с флаконами вкладывают листок-вкладыш.

Допускается использование других видов упаковки, разрешенных для контакта с пищевыми продуктами и изготовленных из материалов, соответствующих требованиям, установленным [4] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государств, принявших стандарт.

Масса нетто одной единицы потребительской упаковки – от 0,01 до 10,00 кг включительно.

Потребительскую упаковку с дигидрокверцетином укладывают в транспортную или групповую упаковку.

4.3.2 Транспортная упаковка и групповая упаковка, используемые для упаковывания потребительской упаковки, должны соответствовать требованиям документов, в соответствии с которыми они изготовлены, и должны обеспечивать сохранность потребительской упаковки при ее транспортировании, хранении и реализации.

В качестве транспортной упаковки используют ящики из картона по ГОСТ 13511, полимерные многооборотные ящики по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт. Каждый слой потребительских упаковок разделяют прокладками из картона по ГОСТ 9347. Для оклеивания ящиков используют полиэтиленовую ленту с липким слоем по ГОСТ 20477 или клеевую ленту на бумажной основе по ГОСТ 18251.

В качестве групповой упаковки используют поддоны, лотки из гофрированного картона, полимерные многооборотные ящики по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт. При этом используют упаковочные материалы: многослойную растягивающуюся пленку по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт, или полиэтиленовую термоусадочную пленку по ГОСТ 25951. Формирование групповой упаковки в термоусадочную пленку проводят в соответствии с ГОСТ 25776.

Допускается использование аналогичных видов транспортной, групповой упаковки и упаковочных материалов, разрешенных для контакта с пищевыми продуктами и изготовленных из материалов, соответствующих требованиям, установленным [4] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государств, принявших стандарт.

В каждую единицу транспортной упаковки (ящик) или групповой упаковки помещают дигидрокверцетин одной партии, одной даты изготовления, одного вида упаковки.

Транспортные пакеты формируют по ГОСТ 23285 и ГОСТ 26663.

Укладку транспортного пакета осуществляют так, чтобы была видна маркировка не менее одной единицы транспортной и/или групповой упаковки с каждой боковой стороны транспортного пакета.

Укладку транспортного пакета осуществляют способами, обеспечивающими сохранность нижних рядов транспортной и/или групповой упаковки без их деформации.

4.3.3 Дигидрокверцетин, отправляемый в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, упаковывают по ГОСТ 15846.

4.3.4 Пределы допустимых отрицательных отклонений содержимого массы нетто от номинальной – по ГОСТ 8.579.

4.4 Маркировка

4.4.1 Маркировка должна соответствовать требованиям, установленным [1] и [3] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государств, принявших стандарт.

Маркировку допускается наносить в процессе изготовления упаковки полиграфическим способом или нумератором в процессе упаковки.

4.4.2 Маркировка транспортной упаковки должна соответствовать требованиям, установленным [3] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государств, принявших стандарт, с нанесением манипуляционных знаков, указывающих на способ обращения с грузами, с учетом вида упаковки, условий хранения и сроков годности – по ГОСТ 14192.

4.4.3 При обандероливании прозрачными полимерными материалами маркировку на боковые поверхности транспортной, групповой упаковки и транспортного пакета допускается не наносить. Маркировкой в этом случае служат видимые надписи на транспортной или групповой упаковке, дополненные информацией о количестве мест и массе брутто. Непросматриваемые надписи, в том числе манипуляционные знаки, наносят на листы-вкладыши или представляют любым другим доступным способом.

4.4.4 Дигидрокверцетин, отправляемый в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, маркируют по ГОСТ 15846.

5 Требования безопасности

5.1 Общие требования безопасности при производстве дигидрокверцетина – по ГОСТ 12.3.002.

5.2 Дигидрокверцетин является нетоксичным, пожаро- и взрывобезопасным продуктом.

5.3 По степени воздействия на организм человека дигидрокверцетин в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относят к четвертому классу опасности (малоопасные вещества).

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

5.5 Организацию обучения персонала требованиям безопасности труда проводят в соответствии с ГОСТ 12.0.004.

5.6 Помещения, в которых проводят работы с дигидрокверцетином, и помещения, в которых проводят работы с реактивами, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

5.7 Электробезопасность при работе с электроустановками – по ГОСТ 12.2.007.0.

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

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

6 Правила приемки

6.1 Дигидрокверцетин принимают партиями.

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

6.2 Для проверки соответствия дигидрокверцетина требованиям настоящего стандарта проводят приемо-сдаточные и периодические испытания.

6.3 Приемо-сдаточные испытания проводят на соответствие требованиям настоящего стандарта для каждой партии дигидрокверцетина по качеству упаковки, правильности нанесения маркировки, массы нетто, органолептическим и физико-химическим показателям в лаборатории предприятия-изготовителя или в любой другой аккредитованной лаборатории.

6.4 Для проведения испытаний дигидрокверцетина на соответствие требованиям настоящего стандарта проводят двухступенчатый выборочный контроль.

Из каждой ступени упаковочные единицы отбирают случайным образом в пропорциональных количествах из единиц, отобранных в предыдущей ступени.

Первая ступень выборки упаковочных единиц: отбор единиц транспортной или групповой упаковки.

Вторая ступень выборки упаковочных единиц: отбор единиц потребительской упаковки, находящихся в транспортной или групповой упаковке.

Для расчета выборки упаковочных единиц на каждой ступени X, шт., используют формулу

$$X = 0{,}4 \cdot \sqrt{n}\,, \qquad (1)$$

где 0,4 – эмпирический коэффициент;

n – количество упаковочных единиц данной ступени одной партии, шт.

Полученное в результате подсчета по формуле (1) дробное число округляют в сторону увеличения до целого числа. Оно должно быть не менее 3 и не более 30.

В случае недостаточного количества упаковочных единиц для проведения испытаний упаковку повторно отбирают как указано выше.

6.5 Качество упаковки и правильность нанесения маркировки контролируют путем внешнего осмотра всех упаковочных единиц, попавших в выборку.

6.6 Контроль массы дигидрокверцетина в каждой потребительской упаковке, попавшей в выборку, проводят, не нарушая целостности упаковки и не освобождая ее от содержимого, путем вычисления разницы массы брутто и массы отдельно взятой пустой упаковки, предназначенной для упаковывания.

Предел допускаемых отрицательных отклонений от номинальной массы нетто дигидрокверцетина в каждой потребительской упаковке – по 4.3.4.

6.7 Приемка партии дигидрокверцетина по массе нетто, качеству упаковки и правильности маркировки

6.7.1 Партию принимают, если каждая единица попавших в выборку транспортной, групповой или потребительской упаковки соответствует массе нетто, требованиям по упаковке (см. 4.3) и маркировке (см. 4.4).

6.7.2 Если упаковочные единицы в выборке не отвечают требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто, контроль проводят на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Партию принимают, если выполняются условия 6.7.1.

6.7.3 Партию бракуют, если упаковочные единицы в удвоенном объеме выборки не отвечают требованиям 6.7.1 по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто.

6.8 Приемка партии дигидрокверцетина по органолептическим и физико-химическим показателям

6.8.1 Для контроля органолептических и физико-химических показателей дигидрокверцетина из каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку в соответствии с 6.4, проводят отбор проб по 7.1.

Дигидрокверцетин считают выдержавшим приемо-сдаточные испытания, если по всем видам испытаний получены результаты, соответствующие требованиям настоящего стандарта.

Партию дигидрокверцетина, прошедшую приемо-сдаточные испытания с удовлетворительными результатами, считают принятой и сдают на склад готовой продукции.

6.8.2 При получении отрицательных результатов хотя бы по одному из показателей качества, установленных в настоящем стандарте, проводят повторные испытания по всем показателям на пробе, отобранной от удвоенного количества не вскрытых упаковочных единиц той же партии.

Результаты повторных испытаний являются окончательными и распространяются на всю партию.

При получении отрицательных результатов хотя бы по одному из показателей качества при повторном испытании всю партию бракуют и направляют на утилизацию.

6.8.3 Упаковочные единицы, попавшие в выборку, из которых были отобраны пробы для контроля органолептических и физико-химических показателей маркируют этикеткой «Проба отобрана».

6.8.4 Периодические испытания проводят на партии дигидрокверцетина, прошедшей приемо-сдаточные испытания.

Периодические испытания проводят по следующим показателям: содержанию токсичных элементов (мышьяка, свинца, ртути, кадмия) и пестицидов (гексахлорциклогексана (α-, β-, γ-изомеров), дихлордифенил-трихлорэтана и его метаболитов, гептахлора, алдрина), микробиологическим показателям [мезофильных аэробных и факультативно-анаэробных микроорганизмов, бактерий группы кишечных палочек (колиформы), Escherichia coli, патогенных микроорганизмов, в том числе сальмонелл и плесневых грибов] в соответствии с программой производственного контроля, разработанной предприятием-изготовителем, но не реже одного раза в три месяца и обязательно при поступлении другой партии сырья.

7 Методы контроля

7.1 Отбор проб

Для составления суммарной пробы дигидрокверцетина из каждой упаковочной единицы, отобранной по 6.4, отбирают мгновенные пробы.

Масса мгновенной пробы должна быть не более 0,1 г. Масса мгновенной пробы и число мгновенных проб от каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку, должны быть одинаковыми. Мгновенные пробы отбирают с помощью пробоотборника, погружая пробоотборник в дигидрокверцетин не менее чем на 3/4 глубины.

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

Масса суммарной пробы должна быть не менее 0,5 г.

Суммарную пробу дигидрокверцетина делят на две равные части, которые помещают в чистые, сухие, плотно закрывающиеся стеклянные или полимерные емкости, каждую из которых дополнительно маркируют этикеткой с указанием:

- полного наименования пищевой добавки;
- наименования и местонахождения изготовителя;
- номера партии;
- массы нетто партии;
- числа упаковочных единиц в партии;
- даты изготовления;

- даты отбора проб;
- срока хранения пробы;
- фамилии лиц, проводивших отбор данной пробы;
- обозначения настоящего стандарта.

Составляют акт отбора проб.

Одну емкость с пробой опечатывают и хранят в отапливаемом сухом помещении в защищенном от света месте при температуре не выше 25 °С и относительной влажности не более 70 % в течение срока годности данной партии для проведения повторного анализа в случае возникновения разногласий в оценке качества продукта.

Вторую емкость с пробой отправляют в лабораторию для проведения анализа.

7.2 Определение органолептических показателей

7.2.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда и материалы

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

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Лампы люминесцентные типа ЛД по ГОСТ 6825.

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

Бумага белая фильтровальная ГОСТ 12026.

Стаканчик СВ-34/12 по ГОСТ 25336.

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

7.2.2 Отбор проб – по 7.1.

7.2.3 Условия проведения анализа

При проведении анализа должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха.....от 18 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха.....от 40 % до 75 %.

7.2.4 Проведение анализа

7.2.4.1 Внешний вид и цвет дигидрокверцетина определяют просмотром анализируемой пробы массой 0,5 г, помещенной на лист белой фильтровальной бумаги, при рассеянном дневном свете или освещении люминесцентными лампами. Освещенность поверхности рабочего стола должна быть не менее 500 лк.

7.2.4.2 Для определения запаха стаканчик для взвешивания заполняют на половину его вместимости дигидрокверцетином, 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.

7.2.4.3 Для определения вкуса отбирают дигидрокверцетин чайной ложкой и пробуют кончиком языка на вкус.

7.2.4.4 Внешний вид, цвет, запах и вкус должны соответствовать требованиям 4.1.4.

7.3 Определение массовой доли сухого вещества

Метод определения массовой доли сухого вещества основан на высушивании анализируемой пробы при постоянной температуре до постоянной массы.

7.3.1 Определение потери в массе при высушивании

7.3.1.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и посуда

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

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного режима температуры от 20 °С до 200 °С с погрешностью ± 1 °С.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) с притертой крышкой по ГОСТ 25336.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Силикагель по ГОСТ 3956.

7.3.1.2 Подготовка к анализу

Анализируемую пробу дигидрокверцетина массой 1 г с записью результата взвешивания до второго десятичного знака помещают в предварительно высушенную и взвешенную вместе с крышкой бюксу.

7.3.1.3 Проведение анализа

Бюксу с анализируемой пробой помещают в открытом виде вместе с крышкой в нагретый сушильный шкаф и сушат при температуре от 100 °С до 105 °С. Первое взвешивание проводят через 1 ч. Высушивание проводят до постоянной массы. Постоянная масса считается достигнутой, если разница между двумя последующими взвешиваниями после 30 мин высушивания и 30 мин охлаждения в эксикаторе не превышает 0,01 г.

7.3.1.4 Обработка результатов

Потерю в массе при высушивании W, %, рассчитывают по формуле

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

где m – масса анализируемой пробы до высушивания, г;

m_1 – масса анализируемой пробы после высушивания, г.

7.3.2 Массовую долю сухого вещества X_C, %, вычисляют по формуле

$$X_C = 100 - W, \quad (3)$$

где 100 – массовая доля составных частей дигидрокверцетина, %;

W – потеря в массе при высушивании по 7.3.1, %.

Вычисления проводят до первого десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{Cср}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия: абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости при $P = 95$ %, не превышает предела повторяемости $r = 0{,}50$ %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученных в условиях воспроизводимости при $P = 95$ %, не превышает предела воспроизводимости $R = 0{,}70$ %.

Границы абсолютной погрешности определения массовой доли сухого вещества ± 0,5 % при $P = 95$ %.

7.4 Определение массовой доли дигидрокверцетина и родственных биофлавоноидных соединений в сухом веществе

7.4.1 Определение массовой доли дигидрокверцетина и родственных биофлавоноидных соединений в сухом веществе проводят методом обращеннофазной высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ).

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

Весы со значением среднеквадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,03 мг, погрешностью от нелинейности ± 0,06 мг [для взвешивания масс 20,0 мг (см. 7.4.5.1) и 50,0 мг (см. 7.4.5.2)].

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

Жидкостный хроматограф с УФ-детектором, позволяющим проводить детектирование в диапазоне от 190 до 380 нм.

Колонка длиной 150 мм, с внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная сорбентом С18 (2) с размером частиц 5 мкм.

Баня ультразвуковая.

Колбы вместимостью 25, 50, 100, 1000 см^3 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

Дозаторы медицинские лабораторные по ГОСТ 28311.

Фильтр мембранный с размером пор 0,45 мкм.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Ацетонитрил для ВЭЖХ.

Кислота трифторуксусная с содержанием основного вещества не менее 98,0 %.

Стандартный образец состава дигидрокверцетина – ДГК МСО 1736 или аналогичный МСО с аттестованным значением СО от 99,95 % до 100 %, при P = 0,95, погрешность аттестованного значения 0,05.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, посуды с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов и материалов по качеству не ниже вышеуказанных.

7.4.3 Отбор проб – по 7.1.

7.4.4 Условия проведения анализа

Режим ВЭЖХ анализа – изократический.

Подвижная фаза: ацетонитрил – кислота трифторуксусная 0,03 % (30 : 70) (об./об.).

Скорость потока подвижной фазы – 1 см^3/мин.

Длина волны – 290 нм.

Температура колонки – 20 °С.

Объем вводимой пробы – 0,02 см^3.

Время анализа – 20 мин.

7.4.5 Подготовка к анализу

7.4.5.1 Приготовление раствора стандартного образца (СО)

СО дигидрокверцетина массой 20,0 мг, взвешенный с точностью до 0,2 мг, предварительно высушенный в сушильном шкафу в течение 60 мин при температуре 105 °С, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, прибавляют 60 см^3 подвижной фазы и помещают в ультразвуковую баню до полного растворения. После охлаждения раствора до температуры 20 °С объем содержимого колбы доводят до метки подвижной фазой, перемешивают и фильтруют через фильтр с размером пор 0,45 мкм, отбрасывая первые 5 см^3 фильтрата. Полученный фильтрат является раствором стандартного образца.

7.4.5.2 Приготовление раствора анализируемой пробы

Анализируемую пробу массой 50,0 мг, взвешенную с точностью до 0,2 мг, предварительно высушенную в сушильном шкафу в течение 60 мин при температуре 105 °С, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, прибавляют 30 см^3 подвижной фазы и помещают в ультразвуковую баню до полного растворения. После охлаждения раствора до температуры 20 °С объем содержимого колбы доводят до метки подвижной фазой, перемешивают и фильтруют через фильтр с размером пор 0,45 мкм, отбрасывая первые 5 см^3 фильтрата. 5 см^3 полученного фильтрата помещают в мерную колбу вместимостью 25 см^3, доводят объем содержимого колбы до метки подвижной фазой и перемешивают.

7.4.5.3 Приготовление раствора подвижной фазы

Для приготовления подвижной фазы смешивают 30 объемов ацетонитрила и 70 объемов 0,03% трифторуксусной кислоты.

Приготовление 0,03 % трифторуксусной кислоты: в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 500 см^3 дистиллированной воды и 0,3 см^3 трифторуксусной кислоты, доводят объем колбы дистиллированной водой до метки и перемешивают.

7.4.6 Проведение анализа

Последовательно вводят в прибор по 0,02 см^3 растворов стандартного образца и анализируемой пробы, дожидаются окончания анализа.

На хроматограмме анализируемого раствора, кроме пика дигидрокверцетина, допускается присутствие пиков сопутствующих биофлавоноидов: аромадендрина, эриодиктиола, кверцетина, нарингенина, кемпферола и пиноцембрина, а также пиков неидентифицированных соединений.

7.4.7 Обработка результатов

7.4.7.1 Массовую долю дигидрокверцетина $X_{ДГК}$, %, вычисляют по формуле

$$X_{ДГК} = \frac{S_1 \cdot m_0 \cdot P \cdot 50 \cdot 25}{S_0 \cdot m_1 \cdot 100 \cdot 5} = \frac{S_1 \cdot m_0 \cdot P \cdot 2{,}5}{S_0 \cdot m_1}, \quad (4)$$

где S_1 – площадь пика дигидрокверцетина на хроматограмме раствора анализируемой пробы, mAU·с;

m_0 – масса стандартного образца (см. 7.4.5.1), мг;

P – массовая доля дигидрокверцетина в стандартном образце, %;

25, 50 – вместимость мерных колб, используемых для приготовления раствора анализируемой пробы, см^3;

S_0 – площадь пика дигидрокверцетина на хроматограмме раствора стандартного образца, mAU·с;

m_1 – масса анализируемой пробы (см. 7.4.5.2), мг;

100 – вместимость мерной колбы, используемой для приготовления раствора стандартного образца, см^3;

5 – объем фильтрата, используемый для приготовления раствора анализируемой пробы, см^3.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{ДГКср}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,50 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,75 %.

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли дигидрокверцетина ± 0,5 % при P = 95 %.

7.4.7.2 Массовую долю сопутствующих родственных биофлавоноидных соединений в сухом веществе A, %, вычисляют по формуле

$$A = \frac{S_n}{S + S_n} \cdot 100, \qquad (5)$$

где S_n – сумма площадей пиков сопутствующих биофлавоноидов на хроматограмме испытуемого раствора, mAU·с;

S – площадь пика дигидрокверцетина на хроматограмме испытуемого раствора, mAU·с;

100 – коэффициент пересчета в проценты.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $A_{ср}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,50 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,75 %.

Границы абсолютной погрешности определений суммарного содержания сопутствующих биофлавоноидов ± 0,5 % при P = 95 %.

Массовая доля дигидрокверцетина и суммарное содержание сопутствующих биофлавоноидов в сухом веществе должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

7.5 Определение массовой доли 2R3R изомера дигидрокверцетина в сухом дигидрокверцетине

7.5.1 Определение массовой доли 2R3R изомера дигидрокверцетина в сухом дигидрокверцетине проводят методом хиральной ВЭЖХ.

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

Весы со значением среднеквадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,03 мг, погрешностью от нелинейности ± 0,06 мг [для взвешивания масс 20,0 мг (см. 7.5.5.1) и 50,0 мг (см. 7.5.5.2)].

Жидкостный хроматограф с УФ-детектором, позволяющим проводить детектирование в диапазоне от 190 до 380 нм.

Колонка длиной 150 мм, с внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная сорбентом Chiralcel OJ-RH с размером частиц 5 мкм.

Предколонка длиной 10 мм, с внутренним диаметром 4,0 мм, заполненная сорбентом Chiralcel OJ-RH с размером частиц 5 мкм.

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

Баня ультразвуковая.

Колбы вместимостью 25, 50, 100, 1000 см^3 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

Дозаторы медицинские лабораторные по ГОСТ 28311.

Фильтр мембранный с размером пор 0,45 мкм.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Ацетонитрил для ВЭЖХ.

Кислота фосфорная концентрированная по ГОСТ 6552.

Стандартный образец состава 2R3R-дигидрокверцетина – 2R3R-ДГК МСО 1743 или аналогичный МСО с аттестованным значением СО от 99,59 % до 100 %, при P = 0,95, погрешность аттестованного значения равна 0,05 %.

Допускается применение других средств измерения, посуды с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов и материалов по качеству не ниже вышеуказанных.

7.5.3 Отбор проб – по 7.1.

7.5.4 Условия проведения анализа

Режим ВЭЖХ анализа – изократический.

Подвижная фаза – ацетонитрил – кислота фосфорная 0,5 % (15 : 85) (об./об.).

Скорость потока подвижной фазы – 0,5 см^3/мин.

Длина волны – 290 нм.

Температура – 20 °С.

Объем вводимой пробы – 0,02 см^3.

Время анализа – 60 мин.

7.5.5 Подготовка к анализу

7.5.5.1 Приготовление раствора стандартного образца

СО 2R3R изомера дигидрокверцетина массой 20,0 мг, взвешенный с точностью до 0,2 мг, предварительно высушенный в сушильном шкафу в течение 60 мин при температуре 105 °С, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, прибавляют 60 см^3 подвижной фазы и помещают в ультразвуковую баню до полного растворения. После охлаждения раствора до температуры 20 °С объем содержимого колбы доводят до метки подвижной фазой, перемешивают и фильтруют через фильтр с размером пор 0,45 мкм, отбрасывая первые 5 см^3 фильтрата. Полученный фильтрат является раствором стандартного образца.

7.5.5.2 Приготовление раствора анализируемой пробы

Анализируемую пробу массой 50,0 мг, взвешенную с точностью до 0,2 мг, предварительно высушенную в сушильном шкафу в течение 60 мин при температуре 105 °С, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, прибавляют 30 см^3 подвижной фазы и помещают в ультразвуковую баню до полного растворения. После охлаждения раствора до температуры 20 °С объем содержимого колбы доводят до метки подвижной фазой, перемешивают и фильтруют через фильтр с размером пор 0,45 мкм, отбрасывая первые 5 см^3 фильтрата. 5 см^3 полученного фильтрата помещают в мерную колбу вместимостью 25 см^3, доводят объем содержимого колбы до метки подвижной фазой и перемешивают.

7.5.5.3 Приготовление раствора подвижной фазы для ВЭЖХ

Для приготовления подвижной фазы смешивают 15 объемов ацетонитрила и 85 объемов 0,5 % фосфорной кислоты.

Приготовление 0,5 % фосфорной кислоты: в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 500 см^3 дистиллированной воды и 5 см^3 фосфорной кислоты, доводят объем колбы дистиллированной водой до метки и перемешивают.

7.5.6 Проведение анализа

Последовательно вводят в прибор по 0,02 см^3 растворов стандартного образца и анализируемой пробы, дожидаются окончания анализа.

7.5.7 Обработка результатов

Массовую долю 2R3R изомера дигидрокверцетина в сухом дигидрокверцетине X_{2R3R}, %, вычисляют по формуле

$$X_{2R3R} = \frac{S_1 \cdot m_0 \cdot P \cdot 100 \cdot 50 \cdot 25}{S_0 \cdot m_1 \cdot X_{ДГК} \cdot 100 \cdot 5} = \frac{S_1 \cdot m_0 \cdot P \cdot 250}{S_0 \cdot m_1 \cdot X_{ДГК}}, \quad (6)$$

где S_1 – площадь пика дигидрокверцетина на хроматограмме раствора анализируемой пробы, mAU·с;

m_0 – масса стандартного образца (см. 7.5.5.1), мг;

P – массовая доля 2R3R дигидрокверцетина в стандартном образце, %;

100 – коэффициент пересчета в проценты;

25, 50 – вместимость мерных колб, используемых для приготовления раствора анализируемой пробы, см^3;

S_0 – площадь пика дигидрокверцетина на хроматограмме раствора стандартного образца, mAU·с;

m_1 – масса анализируемой пробы (см. 7.5.5.2), мг;

$X_{ДГК}$ – массовая доля дигидрокверцетина, вычисленная по формуле (4), %.

100 – вместимость мерной колбы, используемой для приготовления раствора стандартного образца, см^3;

5 – объем фильтрата, используемый для приготовления раствора анализируемой пробы, см^3.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{2R3Rср}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,75 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 1,00 %.

Границы абсолютной погрешности определений содержания 2R3R изомера дигидрокверцетина ± 0,75 % при P = 95 %.

Массовая доля 2R3R изомера дигидрокверцетина в сухом веществе должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

7.6 Определение посторонних примесей, в том числе смол, в сухом веществе

7.6.1 Определение посторонних примесей, в том числе смол, в сухом веществе проводят гравиметрическим методом.

7.6.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

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

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного режима температуры от 20 °С до 100 °С с погрешностью ± 1 °С.

Баня водяная, обеспечивающая поддержание температуры до 100 °С с погрешностью ± 2 °С.

Насос вакуумный, диафрагменный.

Установка для фильтрования.

Фильтры диаметром 47 мм с размером пор 0,45 мкм.

Колба типа Кн номинальной вместимостью 1000 см^3 по ГОСТ 25336.

Колба вместимостью 1000 см^3 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные вместимостью 25, 500 см^3 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

Пропиленгликоль-1,2 (пропан-1,2-диол) по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт.

Натрия хлорид по ГОСТ 4233.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов и материалов по качеству не ниже вышеуказанных.

7.6.3 Отбор проб – по 7.1.

7.6.4 Подготовка к анализу

7.6.4.1 Приготовление 5 %-ного раствора хлорида натрия

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 50,0 г хлорида натрия, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

7.6.4.2 Приготовление раствора анализируемой пробы

(2,5 ± 0,1) г анализируемой пробы дигидрокверцетина помещают в коническую колбу вместимостью 1000 см^3, приливают мерным цилиндром 25 см^3 пропиленгликоля-1,2 (пропан-1,2-диол) и растворяют на водяной бане при температуре 80 °С. После охлаждения раствора до температуры 20 °С к полученному раствору медленно, при постоянном перемешивании, приливают мерным цилиндром 500 см^3 раствора 5 %-ного хлорида натрия. Раствор оставляют при температуре 20 °С на 20 мин.

7.6.5 Проведение анализа

Содержимое конической колбы фильтруют на установке для фильтрования через предварительно взвешенный фильтр с размером пор 0,45 мкм. Фильтр сушат в сушильном шкафу до постоянной массы при температуре 60 °С и взвешивают.

7.6.6 Обработка результатов

Содержание посторонних примесей, в том числе смол, в сухом веществе, в образце $X_{пр}$, %, вычисляют по формуле

$$X_{пр} = \frac{(m_1 - m_0) \cdot 100 \cdot 100}{a \cdot (100 - w)}, \qquad (7)$$

где m_1 – масса фильтра с осадком после высушивания, г;

m_0 – масса фильтра, г;

w – потеря в массе при высушивании по 7.3.1, %.

$\frac{100}{(100 - w)}$ – пересчет на сухое вещество;

a – масса анализируемой пробы (см. 7.6.4.2), г;

100 – коэффициент пересчета результата в проценты.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{пр.ср}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,1 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,15 %.

Границы абсолютной погрешности определений суммарного содержания посторонних примесей ± 0,1 % при P = 95 %.

Посторонние примеси, в том числе смолы, в сухом веществе должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

7.7 Определение температуры плавления

7.7.1 Определение температуры плавления в сухом веществе проводят капиллярным методом.

7.7.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование и посуда

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного режима температуры от 20 °С до 200 °С с погрешностью ± 1 °С.

Прибор для определения температуры плавления с диапазоном измерений в пределах от 20 °С до 360 °С с электрическим обогревом и таймером (секундомером), погрешностью в контрольных точках (83 ± 0,3) °С; (136 ± 0,5) °С; (237 ± 0,8) °С.

Запаянные с одного конца капиллярные трубки из нейтрального прочного стекла диаметром от 0,9 до 1,1 мм и толщиной стенок от 0,1 до 0,15 мм.

Ступка фарфоровая по ГОСТ 9147.

Пест фарфоровый по ГОСТ 9147.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не хуже вышеуказанных.

7.7.3 Отбор проб – по 7.1.

7.7.4 Подготовка к анализу

Измельчают пробу в тонкий порошок и сушат при температуре 105 °С в течение 1 ч.

Анализ вещества проводят в соответствии с инструкцией прибора.

7.7.5 Проведение анализа

Капиллярную трубку помещают в прибор, повышают температуру в приборе приблизительно на 10 °С ниже предполагаемой температуры плавления, и затем продолжают нагревание со скоростью 1 °С в минуту. Отмечают температуру, при которой вся масса анализируемой пробы перейдет в жидкую фазу. Проводят не менее двух определений.

7.7.6 Обработка результатов

Результаты определения записывают до первого десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, округленное до целого знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 1,0 °С.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 1,5 °С.

Границы абсолютной погрешности ± 1 °С при P = 95 %.

Температура плавления сухого вещества должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

7.8 Определение содержания токсичных элементов:

- свинца – по ГОСТ 26932, ГОСТ 30178, ГОСТ 30538 или нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт;
- мышьяка – по ГОСТ 26930, ГОСТ 30538 или нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт;
- кадмия – по ГОСТ 26933, ГОСТ 30178, ГОСТ 30538 или нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт;
- ртути – по ГОСТ 26927 или нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт.

Подготовку проб для определения содержания токсичных элементов проводят в соответствии с ГОСТ 26929.

7.9 Определение содержания пестицидов – по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт.

7.10 Определение микробиологических показателей:

- количества мезофильных аэробных и факультативно-анаэробных микроорганизмов – по ГОСТ 10444.15 или нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт;
- бактерий группы кишечных палочек (колиформы) – по ГОСТ 31747 или нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт;
- Escherichia coli – по ГОСТ 30726 или нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт;
- патогенных микроорганизмов, в том числе сальмонелл – по ГОСТ 31659 или нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт;
- плесневых грибов – по ГОСТ 10444.12 или нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт.

8 Транспортирование и хранение

8.1 Дигидрокверцетин транспортируют всеми видами крытого транспорта, обеспечивающими сохранность упаковки и исключающими попадание влаги, в соответствии с правилами по перевозке грузов.

8.2 Дигидрокверцетин хранят в упакованном виде (в потребительской, транспортной или групповой упаковке) в крытых складских помещениях, в защищенных от света местах. Рекомендуемая температура хранения – не выше 25 °С, относительная влажность воздуха – не более 70 %.

8.3 Срок годности устанавливает изготовитель. Рекомендуемый срок годности – 5 лет.

8.4 Дигидрокверцетин должен отвечать всем требованиям качества и безопасности настоящего стандарта на протяжении всего срока годности.

8.5 Транспортирование и хранение дигидрокверцетина, отправляемого в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, – по ГОСТ 15846.

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 022/2011 Технический регламент Таможенного союза «Пищевая продукция в части ее маркировки»

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

УДК 663.05:006.354 МКС 67.220.20

Ключевые слова: пищевая добавка, антиокислитель, дигидрокверцетин

Редактор *А.Э. Попова*

Корректор *М.В. Бучная*

Компьютерная верстка *Д.М. Кульчицкого*

Подписано в печать 11.02.2016.Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 2,33. Тираж 45 экз. Зак. 133.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Поправка к ГОСТ 33504—2015 Добавки пищевые. Дигидрокверцетин. Технические условия

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

(ИУС № 7 2019 г.)