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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**ГОСТ 31750— 2012**

# ИЗДЕЛИЯ МАКАРОННЫЕ

## Методы идентификации

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

## 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 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением Государственным научно-исследовательским институтом хлебопекарной промышленности Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ГОСНИИХП Россельхозакадемии) при участии Российского союза пекарей

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 1 октября 2012 г. № 51)

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 |
| Кыргызстан | KG | Кыргызстандарт |
| Молдова | MD | Молдова-Стандарт |
| Российская Федерация | RU | Росстандарт |
| Таджикистан | TJ | Таджикстандарт |
| Узбекистан | UZ | Узстандарт |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1592-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31750—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2013 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 52810—2007

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта публикуется в указателе «Национальные стандарты».*

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты»*

© Стандартинформ, 2013

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 Термины и определения . . . . . 2
4 Методы испытаний . . . . . 2
4.1 Определение наличия муки из мягкой пшеницы . . . . . 2
4.2 Определение наличия красителей . . . . . 9
4.3 Определение наличия яичных продуктов . . . . . 13
4.4 Определение наличия соевой муки . . . . . 15
4.5 Определение наличия кукурузной муки . . . . . 16
4.6 Определение наличия фосфорных солей . . . . . 17
4.7 Определение зольности (общей золы) . . . . . 18
Приложение А (обязательное) Расшифровка электрофоретических спектров глиадинового белка при определении наличия муки из мягкой пшеницы в макаронных изделиях . . . . . 20

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ИЗДЕЛИЯ МАКАРОННЫЕ

## Методы идентификации

Macaroni products.
Methods of identification

Дата введения — 2013—07—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения наличия в макаронных изделиях: муки из мягкой пшеницы, красителей, яичных продуктов, соевой и кукурузной муки, фосфорных солей и зольности (общей золы) для проведения идентификации продукции.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 427—75 Линейки измерительные металлические. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2222—95 Метанол технический. Технические условия

ГОСТ 2768—84 Ацетон технический. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3145—84 Часы механические с сигнальным устройством. Общие технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3765—78 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 3956—76 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 4148—78 Реактивы. Железо (II) сернокислое 7-водное. Технические условия

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

ГОСТ 4198—75 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4403—91 Ткани для сит из шелковых и синтетических нитей. Общие технические условия

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

ГОСТ ISO 5725-1—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ 5815—77 Реактивы. Ангидрид уксусный. Технические условия

ГОСТ 5817—77 Реактивы. Кислота винная. Технические условия

ГОСТ 5830—79 Реактивы. Спирт изоамиловый. Технические условия

ГОСТ 5833—75 Реактивы. Сахароза. Технические условия

ГОСТ 5860—75 Реактивы. Кислота аминоуксусная. Технические условия

ГОСТ 6016—77 Реактивы. Спирт изобутиловый. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 6691—77 Реактивы. Карбамид. Технические условия
ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 9285—78 Калия гидрат окиси технический. Технические условия
ГОСТ 9875—88 Диэтиламин технический. Технические условия
ГОСТ 9976—94 Трихлорэтилен технический. Технические условия
ГОСТ 10929—76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия
ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
ГОСТ 13647—78 Реактивы. Пиридин. Технические условия
ГОСТ 14849—89 Изделия макаронные. Правила приемки и методы определения качества
ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
ГОСТ 17511—83 Пряжа гребенная чистошерстяная и полушерстяная для трикотажного производства. Технические условия
ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
ГОСТ 19347—99 Купорос медный. Технические условия
ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия
ГОСТ 21241—89 Пинцеты медицинские. Общие технические требования и методы испытаний
ГОСТ 22300—76 Реактивы. Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия
ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования
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 28418-89 (ИСО 2171-80) Зерновые, бобовые и продукты их переработки. Методы определения зольности
ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний
ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

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 ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. 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

3.1 В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ ISO 5725-1.

## 4 Методы испытаний

### 4.1 Определение наличия муки из мягкой пшеницы

#### 4.1.1 Определение наличия муки из мягкой пшеницы методом электрофореза

Одним из характерных признаков муки из пшеницы является наличие в ней специфичных фракций глиадинового белка. Компонентный состав глиадинового белка детерминирован генетически и служит характерным признаком сортовой принадлежности пшеницы.

Метод основан на визуальной идентификации компонентного состава глиадинового белка, выделенного из макаронных изделий методом электрофореза с применением полиакриламидного геля. Электрофорез разделяет глиадиновый белок на фракции различной подвижности, которые отражаются

в электрофореграмме в виде полосок. Образцы таких полосок (электрофореграммы) являются типичными для генотипа и не зависят от условий произрастания пшеницы. Идентификация (качественное определение наличия или отсутствия примеси муки из мягкой пшеницы) осуществляется по наличию или отсутствию специфических полос в анализируемых образцах и сопоставлению с полосами эталонного спектра (с заведомо установленным содержанием только муки из твердой пшеницы).

4.1.1.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Камера для вертикального электрофореза в комплекте с набором стекол размером 20 × 20 см и тефлоновыми гребенками.

Источник питания, обеспечивающий постоянное напряжение до 1000 В и постоянный ток до 300 мА.

Весы лабораторные с допускаемой погрешностью взвешивания ± 0,01 г и ± 0,001 г по ГОСТ 24104.

pH-метр pH-150 в комплекте с электродами, предел допускаемой погрешности измерения ± 0,05 pH.

Устройство для фильтрования под вакуумом с фильтрами из нитрата целлюлозы размером пор 0,45 мкм.

Насос вакуумный, позволяющий создавать остаточное давление не менее 50 мм рт. ст.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Колбы мерные вместимостью 10, 100, 1000, 2000 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Колбы Бунзена с боковым отводом вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Воронки стеклянные диаметром 100 мм по ГОСТ 25336.

Мешалка магнитная с частотой вращения от 0 до 3000 об/мин.

Мешальники магнитные размером от 25 × 8 мм до 50 × 8 мм.

Микроцентрифуга настольная с частотой вращения ротора не менее 2400 об/мин.

Пробирки Эппендорфа вместимостью 1,5 $см^3$.

Пипетка одноканальная со сменным наконечником, позволяющим отмерять объемы в диапазоне 0,001—0,010; 0,01—0,10; 0,05—0,25; 0,1—1,0 $см^3$.

Контейнеры из жесткого полиэтилена размером 6 × 17 × 17 см.

Поддоны (лотки) из стекла пирекс размером 33 × 23 × 5 см.

Смеситель со скоростью встряхивания 50 об/мин.

Источник флуоресцентного освещения с минимальной площадью поверхности освещения 30 × 60 см.

Фотоаппарат однолинзовый зеркальный 35 мм, заряженный мелкозернистой черно-белой или цветной пленкой.

Штатив для фотографирования.

Сито лабораторное с размером отверстий 500 мкм по ГОСТ 4403.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

Кислота аминоуксусная по ГОСТ 5860, х.ч.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61, х.ч.

Сахароза по ГОСТ 5833, ч.д.а.

Акриламид электрофоретической чистоты.

N,N-метиленбисакриламид электрофоретической чистоты.

Кислота аскорбиновая кристаллическая пищевая.

Железо (II) сернокислое 7-водное по ГОСТ 4148, ч.д.а.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, ч.д.а.

Кислота трихлоруксусная, ч.

Кумасси бриллиантовый синий G-250.

Краситель метиловый зеленый.

Пиронин G.

Допускается использование другой аппаратуры и материалов по метрологическим, техническим характеристикам не хуже указанных в настоящем стандарте.

Допускается использование других реактивов по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных.

4.1.1.2 Приготовление растворов и реактивов

а) Приготовление 70 %-ного спиртового раствора для экстракции

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ вносят 700 $см^3$ 95 %-ного этилового спирта, разбавляют дистиллированной водой до метки и перемешивают.

б) Приготовление раствора ацетатного буфера концентрации 2,5 мг/см$^3$

(0,8 ± 0,1) г аминоуксусной кислоты переносят в мерную колбу вместимостью 2000 см$^3$, добавляют 1800 см$^3$ дистиллированной воды, перемешивают. Затем ледяной уксусной кислотой доводят раствор до pH 3,2 и добавляют дистиллированную воду в колбу до метки. Полученный раствор фильтруют через фильтр с размерами пор 0,45 мкм. Приготовленный раствор ацетатного буфера хранят при температуре 4 °С в течение 1 мес.

в) Приготовление раствора сахарозы для разбавления образцов

(60,0 ± 0,1) г сахарозы переносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, прибавляют 50 см$^3$ раствора ацетатного буфера, приготовленного по 4.1.1.2 б), и перемешивают.

г) Приготовление раствора акриламида концентрации 60 мг/см$^3$

(6,0 ± 0,1) г акриламида переносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, добавляют (0,30 ± 0,01) г N,N-метилбисакриламида и (0,020 ± 0,001) г аскорбиновой кислоты, доливают в колбу раствор ацетатного буфера, приготовленного по 4.1.1.2 б), до метки и перемешивают. Приготовленный раствор акриламида хранят при температуре 4 °С в течение 1 мес.

д) Приготовление раствора инициатора

Раствор готовят непосредственно перед анализом. (0,10 ± 0,01) г 7-водного сульфата железа (II) переносят в мерную колбу вместимостью 10 см$^3$ и растворяют дистиллированной водой до метки.

е) Приготовление раствора катализатора

Раствор готовят непосредственно перед анализом. В мерную колбу вместимостью 10 см$^3$ микропипеткой со съемным наконечником вносят 0,33 см$^3$ пероксида водорода концентрации 30 об.% и доводят объем до метки дистиллированной водой.

ж) Приготовление раствора трихлоруксусной кислоты концентрации 9,6 %

(96,0 ± 0,1) г трихлоруксусной кислоты переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$ и растворяют дистиллированной водой до метки.

и) Приготовление основного раствора кумасси бриллиантового синего G-250

(5,0 ± 0,1) г кумасси бриллиантового синего переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$ и растворяют этиловым спиртом. Содержимое колбы перемешивают в течение 1 ч на смесителе, после чего фильтруют через бумажный фильтр для удаления из раствора неорганических солей.

к) Приготовление окрашивающего раствора бриллиантового синего

Для приготовления окрашивающего раствора смешивают 5 см$^3$ основного раствора кумасси бриллиантового синего, приготовленного по 4.1.1.2 и), и 95 см$^3$ раствора трихлоруксусной кислоты, приготовленного по 4.1.1.2 ж).

л) Приготовление раствора метилового зеленого

(0,50 ± 0,01) г метилового зеленого переносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ и растворяют этиловым спиртом. Содержимое колбы перемешивают в течение 1 ч, после чего фильтруют через бумажный фильтр и разбавляют равным объемом раствора сахарозы, приготовленного по 4.1.1.2 в).

4.1.1.3 Подготовка лабораторной пробы макаронных изделий

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 14849 или нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт со следующим дополнением.

Измельченную лабораторную пробу просеивают через лабораторное сито размером отверстий 500 мкм, отбирают пробу для анализа массой (0,20 ± 0,01) г и переносят ее в микроцентрифужную пробирку, добавляют 0,6 см$^3$ раствора для экстракции, приготовленного по 4.1.1.2 а). Содержимое пробирки перемешивают в течение 10 с и оставляют на 1 ч при температуре (20 ± 5) °С. Раствор центрифугируют в течение 5 мин и 0,2 см$^3$ центрифугата переносят в микроцентрифужную пробирку, содержащую 0,4 см раствора сахарозы, приготовленного по 4.1.1.2 в). Пробирку закрывают и перемешивают в течение 10 с. Приготовленный экстракт пробы хранят при температуре (4 ± 2)°С не более 10 дней.

4.1.1.4 Подготовка гелей

Для приготовления геля в колбе Бунзена с боковым отводом вместимостью 250 см$^3$ смешивают 30 г раствора акриламида, приготовленного по 4.1.1.2 г), и 0,075 см$^3$ раствора инициатора, приготовленного по 4.1.1.2 д). Дегазируют раствор вакуумным насосом в течение 2 мин при постоянном перемешивании. Затем добавляют в колбу с гелем 0,12 см$^3$ раствора катализатора, приготовленного по 4.1.1.2 е), осторожно вращая колбу вручную в течение 10 с, избегая образования воздушных пузырей.

4.1.1.5 Подготовка к проведению анализа

Собирают кассеты для геля с промежутками между дорожками 1,5 мм.

Осуществляют сборку камеры для электрофореза, заполняют ее раствором ацетатного буфера, приготовленным по 4.1.1.2 б), закрывают защитной крышкой и подсоединяют электроды к источнику

питания так, чтобы электрод верхней камеры являлся анодом и был присоединен к положительному (+) полюсу источника питания, а электрод нижней камеры — катодом, присоединенным к отрицательному (–) полюсу источника питания. Включают источник питания.

В собранную кассету непрерывной струей выливают раствор геля, приготовленного по 4.1.1.4. После заполнения кассеты сразу вставляют гребенку для образования лунок. Полимеризация заканчивается через 5—10 мин. Процедуру рекомендуется проводить при температуре (20 ± 2) °С.

Осторожно удаляют гребенку и заполняют лунки раствором ацетатного буфера, приготовленного по 4.1.1.2 б), для предохранения геля от высыхания.

Предварительный электрофорез проводят при напряжении постоянного тока 100 В в течение 1 ч для очистки геля, затем раствор ацетатного буфера сливают.

4.1.1.6 Проведение анализа

Камеру для электрофореза заполняют свежим раствором ацетатного буфера, приготовленным по 4.1.1.2 б). С помощью одноканальной микропипетки со сменным наконечником помещают экстракты анализируемых проб объемом 0,07 $см^3$ на дно лунок. Контрольный экстракт помещают в любую лунку, кроме двух внешних, в одну из лунок вносят 0,05 $см^3$ раствора метилового зеленого, приготовленного по 4.1.1.2 л). Включают источник питания.

Электрофорез проводят при 20 °С. В течение 1 ч поддерживают напряжение 100 В, затем его повышают до 250 В. Разделение белка проводят в течение 5—6 ч.

После окончания анализа выключают источник питания, сливают верхний слой раствора ацетатного буфера и отсоединяют гелевые кассеты от камеры для электрофореза. Открывают кассеты, вынимают гели и помещают каждый в пластмассовый контейнер, содержащий 100 $см^3$ окрашивающего раствора бриллиантового синего, приготовленного по 4.1.1.2 к). Контейнеры устанавливают в смеситель и осторожно встряхивают содержимое в течение 4—18 ч при 50 об/мин. Для усиления окраски гели промывают дистиллированной водой. Гели помещают в стеклянные поддоны (лотки) и осушают их.

4.1.1.7 Обработка результатов

Визуально исследуют гель или его фотографию и отмечают положение, а также интенсивности полос в сравнении с характерными полосами спектра контрольного образца, который также был проанализирован. Идентификацию проводят сравнением полученного спектра с известными спектрами в соответствии с приложением А.

Примечание — При фотографировании устанавливают фотоаппарат на штативе над источником флуоресцентного освещения, помещают очищенный гель в стеклянный лоток под фотоаппарат и, освещая гель только снизу, фотографируют его.

**4.1.2 Определение наличия муки из мягкой пшеницы методом выделения пальмитата β-ситостерола**

Метод определения основан на различной растворимости пальмитата β-ситостерола в ацетоне при различных температурах.

4.1.2.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой погрешности взвешивания ± 0,01 г и ± 0,001 г по ГОСТ 24104.

Термостат, поддерживающий температуру от 40 °С до 98 °С.

Шкаф сушильный электрический, обеспечивающий нагрев до 150 °С с погрешностью поддержания температуры не более 1 °С.

Фотометр, обеспечивающий возможность измерения интенсивности пропускания света с длиной волны 640 нм.

Камера холодильная, обеспечивающая поддержание температуры от минус 5 °С до минус 10 °С.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498.

Сосуд стеклянный с широким горлом и притертой пробкой вместимостью 500 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Воронка стеклянная диаметром 100 мм по ГОСТ 25336.

Колбы Эрленмейера вместимостью 250 $см^3$.

Колбы мерные вместимостью 50 $см^3$ с притертыми пробками по ГОСТ 1770.

Промыватели лабораторные стеклянные по ГОСТ 1770.

Стеклянная палочка по ГОСТ 1770.

Пробирка из пирекса длиной 180 мм и диаметром 18 мм.

Бюретка с краном вместимостью 25 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Фильтры бумажные обеззоленные марки ФОМ диаметрами 70 и 180 мм.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Ацетон технический по ГОСТ 2768.

Эфир этиловый по ГОСТ 22300, ч.

Трихлорэтилен по ГОСТ 9976, ч.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815, ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.

Сито лабораторное с размером отверстий 250 мкм по ГОСТ 4403.

Допускается использование другой аппаратуры и материалов по метрологическим, техническим характеристикам не хуже указанных в настоящем стандарте.

Допускается использование других реактивов по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных.

4.1.2.2 Подготовка к проведению анализа

Отбор и подготовка пробы макаронных изделий — по ГОСТ 14849 или нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт.

Измельченную лабораторную пробу макаронных изделий просеивают через лабораторное сито с размером отверстий 250 мкм.

Для пересчета на сухое вещество определяют влажность макаронных изделий по ГОСТ 14849 или нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт.

4.1.2.3 Проведение анализа

Из подготовленной по 4.1.2.2 лабораторной пробы отбирают пробу для анализа массой (150,0 ± 0,01) г и переносят ее в сосуд с широким горлышком вместимостью 500 см$^3$. Добавляют 300 см$^3$ технического ацетона и воду. Необходимое количество воды $V$, см$^3$, вычисляют по формуле

$$V = 28{,}5 - \frac{150W}{100}, \quad (1)$$

где 28,5 — общее количество воды, см$^3$;

150 — навеска пробы для анализа, г;

$W$ — массовая доля влаги в лабораторной пробе, %.

Сосуд закрывают притертой пробкой и встряхивают вручную до образования однородной суспензии, после чего ставят в термостат и выдерживают в течение 24 ч при температуре 38 °С. В течение указанного времени проводят четыре взбалтывания через одинаковые промежутки времени до полной гомогенизации смеси.

Через 1 ч после последнего взбалтывания ацетоновый экстракт фильтруют через складчатый бумажный фильтр, избегая охлаждения ниже 30 °С. Фильтрат собирают в колбу Эрленмейера вместимостью 250 см$^3$ и из общего объема отбирают по 50 см$^3$ полученного фильтрата в две мерные колбы с притертыми пробками.

Для полной кристаллизации пальмитата β-ситостерола колбы с фильтратом помещают на 2 ч в холодильную камеру, при этом температура в колбах снижается до минус 5 °С. Необходимо следить за тем, чтобы температура не была ниже минус 10 °С.

После охлаждения фильтраты представляют собой жидкость с выпавшим хлопьевидным осадком, который при повышении температуры становится кристаллическим.

По наличию осадка судят о наличии в пробе муки из мягкой пшеницы. При отсутствии осадка макаронные изделия изготовлены из муки из твердой пшеницы или с примесью муки из мягкой пшеницы не более 10 %.

**4.1.3 Количественный метод определения наличия муки из мягкой пшеницы**

Для количественного определения муки из мягкой пшеницы применяют гравиметрический или колориметрический методы, использующие специфическую для стеролов реакцию Либермана-Бурхарда.

Выделяют полученный по 4.1.2 хлопьевидный осадок пальмитата β-ситостерола и взвешивают.

Хлопьевидный осадок частично растворяется при температуре свыше 10 °С и полностью исчезает при закипании, поэтому холодный ацетоновый экстракт отфильтровывают так, чтобы он и промывная жидкость сохраняли температуру от 5 °С до 10 °С.

Осадок отделяют фильтрованием экстракта через крупнопористый фильтр диаметром 70 мм с последующей тщательной промывкой осадка 60 см$^3$ ацетона, содержащим до 5 % воды при температуре 5 °С. Осадок промывают четыре раза.

Масса осадка, собранного с фильтра, колеблется от 1 до 5 мг, и его нельзя взвешивать вместе с фильтром. Поэтому осадок переносят в предварительно взвешенный с точностью до 0,1 мг сосуд вместимостью 50 $см^3$ путем растворения в этиловом эфире с последующей промывкой фильтра 20 $см^3$ эфира.

После этого эфир высушивают в вытяжном шкафу, досушивают осадок в сушильном шкафу при температуре не выше 90 °С и взвешивают сосуд с осадком с точностью до 0,1 мг.

Количество ситостерола, приходящееся на навеску в 25 г лабораторной пробы, дает осадок в количестве 4—5 мг в случае наличия муки из одной мягкой пшеницы; количество осадка соответственно уменьшается в случаях смешивания твердой и мягкой пшеницы.

Полученный раствор пальмитата β-ситостерола переносят в пробирку из пирекса и помещают на металлическом штативе в термостат при температуре 90 °С примерно на 2 ч. После охлаждения в пробирку последовательно вносят 2 $см^3$ трихлорэтилена, 6 $см^3$ уксусного ангидрида и после взбалтывания — по каплям 0,5 $см^3$ серной кислоты с помощью бюретки с краном.

Пробирку закупоривают, перемешивают вручную в течение 20 с для гомогенизации смеси и помещают в темное место на 15 мин для появления окраски.

В зависимости от количества пальмитата β-ситостерола в анализируемых образцах наблюдается более или менее интенсивная изумрудно-зеленая окраска. В случае если продукт содержит муку из одной твердой пшеницы, жидкость оказывается неокрашенной.

Для измерения интенсивности окраски анализируемого образца используют фотометр с красным фильтром при длине волны 640μ. Измерение проводят в течение 3—4 мин после извлечения пробирки из темноты, так как окраска быстро изменяется. Для получения градуировочной зависимости используют эфирные растворы пальмитата β-ситостерола, полученные при определениях гравиметрическим методом.

**4.1.4 Определение наличия муки из мягкой пшеницы тестовым комплектом BioKits PQC (экспресс-метод)**

Метод основан на обнаружении глиадина из генома D мягкой пшеницы, который отсутствует у твердой пшеницы. В тестовом комплекте используют моноклональное меченое пероксидазой антитело для связи с глиадином мягкой пшеницы.

4.1.4.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой погрешности взвешивания ± 0,001 г по ГОСТ 24104.

Центрифуга с частотой вращения не менее 2400 об/мин.

Колбы Эппендорфа для центрифуги вместимостью 2 $см^3$.

Микропипетка с наконечником, позволяющая дозировать 50, 100, 500 мкл.

Склянка промывная вместимостью 500 $см^3$.

Планшет-ридер микролунок, оснащенный интерференционным фильтром 450 нм.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Дитиотреитол (ДТТ).

Сито лабораторное размером отверстий 90 и 250 мкм по ГОСТ 4403.

Испытательный комплект P.O.C. BioKits:

- контрольные образцы макаронных изделий, изготовленные из муки твердой пшеницы с добавлением 3 %, 5 %, 10 %, и 15 % муки мягкой пшеницы, высушенные при 100 °С;

- контрольный образец макаронных изделий, изготовленный из муки твердой пшеницы с добавлением 4 % — 7 % муки мягкой пшеницы, высушенный при 60 °С;

- концентрат конъюгата пероксидазы антиглиадина в фосфатно-буферном солевом растворе с ВЭА со стабилизатором и тиомерсалом;

- субстрат, содержащий тетраметилбензидин (ТМВ);

- концентрат промывного раствора — десятикратный концентрат забуференного раствора Tris с увлажняющим веществом и консервантами;

- кислотный стоп-реагент, содержащий 25 % фосфорной кислоты;

- модуль микролунок, содержащий 12 полосок микролунок (96 лунок для анализа), расположенных в пластиковой раме.

Допускается использование другой аппаратуры и материалов по метрологическим, техническим характеристикам не хуже указанных в настоящем стандарте.

Допускается использование других реактивов по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных.

4.1.4.2 Подготовка к проведению анализа

а) Отбор пробы

Отбор и подготовка лабораторной пробы — по ГОСТ 14849 или нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт.

Измельченную пробу просеивают через сита размером отверстий 90 и 250 мкм.

б) Приготовление раствора для экстракции и разбавления

Растворы для экстракции и разбавления готовят непосредственно перед их использованием.

Для приготовления раствора для экстракции 70 %-ной объемной концентрацией этилового спирта смешивают 7 $см^3$ этилового спирта с 3 $см^3$ дистиллированной воды и перемешивают в мерной колбе вместимостью 10 $см^3$. После этого к раствору добавляют 1 % дитиотреитола и перемешивают.

Для приготовления раствора для разбавления образцов смешивают 7 $см^3$ этанола с 3 $см^3$ дистиллированной воды и перемешивают в мерной колбе вместимостью 10 $см^3$.

в) Подготовка материалов испытательного комплекта

Из контрольных образцов, входящих в испытательный комплект, а также из лабораторной пробы, подготовленной по 4.1.4.2 а), отбирают пробу для анализа массой (0,10 ± 0,01) г и переносят ее в колбу Эппендорфа. Добавляют в колбу 1 $см^3$ раствора для экстракции, приготовленного по 4.1.4.2 б), герметично ее закрывают и перемешивают образец в колбе путем переворачивания в течение 60 мин. После этого полученный экстракт для удаления остатков центрифугируют при 2400 об/мин в течение 10 мин при комнатной температуре до получения прозрачного слоя надосадочной жидкости. Разбавляют надосадочную жидкость раствором, приготовленным по 4.1.4.2 б), в соотношении 1:5.

г) Приготовление промывного раствора

Для приготовления промывного раствора разбавляют в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ концентрат промывного раствора, входящего в состав испытательного комплекта, дистиллированной водой в соотношении 1: 9.

д) Приготовление конъюгаты пероксидазы антиглиадина

Концентрат конъюгаты, входящий в состав испытательного комплекта, перед применением разводят промывным раствором, приготовленным по 4.1.4.2 г) в соотношении 1:19. Для 96 лунок добавляют 0,6 $см^3$ концентрата конъюгаты к 11,4 $см^3$ промывного раствора.

4.1.4.3 Проведение иммуноферментного анализа

Помещают микропипеткой вместимостью 100 мкл разбавленные по 4.1.4.2 в) экстракты контрольных образцов и лабораторной пробы в соответствующие дублированные микролунки испытательного комплекта.

Примечание — При каждом отборе проб экстракта используют одноразовый наконечник.

Накрывают планшет и оставляют на 30 мин при температуре (20 ± 2) °С. В конце инкубационного периода аспирируют содержимое всех лунок в первую колонку с помощью промывного аппарата для микролунок. Затем заполняют лунки для каждой колонки промывным раствором, приготовленным по 4.1.4.2 г), и два раза последовательно повторяют процесс аспирации и заполнения лунок. Таким образом, каждая колонка будет промыта три раза. После этого переворачивают планшет и стучат над несколькими слоями впитывающего материала, чтобы удалить остатки капель промывного раствора и пузырьки.

Затем в каждую микролунку микропипеткой добавляют 100 мкл приготовленной по 4.1.4.2 д) конъюгаты пероксидазы антиглиадина, закрывают и оставляют на 30 мин при температуре (20 ± 2) °С. По истечении времени инкубации повторяют процедуру промывки лунок пять раз.

Микропипеткой добавляют в каждую лунку по 100 мкл субстрата ТМВ, входящего в испытательный комплект, накрывают планшет и оставляют при температуре (20 ± 2) °С на 30 мин. В лунках с контрольным первым образцом должна появиться синяя окраска, а в лунках с контрольным третьим образцом — ярко-синяя окраска.

Для качественного определения наличия муки из мягкой пшеницы в макаронных изделиях достаточно визуально оценить появление в лунках окраски.

Примечание — Для количественного определения наличия муки из мягкой пшеницы измеряют поглощение раствора с помощью планшет-ридера. Осторожно размешивают содержимое планшета для того, чтобы остановить развитие синей окраски. В каждую лунку равномерно добавляют микропипеткой по 50 мкл стоп-реагента, входящего в состав испытательного комплекта, при этом окраска меняется на желтую. Проводят контрольное измерение для воздуха на планшет-ридере с фильтром 450 нм. Переносят 100 мкл из каждой лунки в кюветы планшет-ридера, добавляют по 900 мкл дистиллированной воды, перемешивают и измеряют поглощение раствора в каждой лунке при 450 нм относительно воды — контрольного образца.

Содержание муки из мягкой пшеницы в макаронных изделиях определяют по калибровочной кривой, для этого строят график зависимости значений поглощения для каждого контрольного образца.

### 4.2 Определение наличия красителей

#### 4.2.1 Определение наличия красителей методом экстракции

Сущность метода основана на экстракции красителя из макаронных изделий с последующим окрашиванием шерстяной нити.

4.2.1.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные с допускаемой погрешностью взвешивания ± 0,1 г по ГОСТ 24104.

Баня водяная, поддерживающая температуру воды от 40 °С до 98 °С.

Чашки выпарительные фарфоровые по ГОСТ 1770.

Часы по ГОСТ 3145.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота винно-каменная по ГОСТ 5817.

Эфир диэтиловый по нормативному документу.

Нить белая шерстяная по ГОСТ 17511.

Фильтры бумажные обеззоленные марки ФОМ диаметром от 90 до 125 мм или бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Допускается использование другой аппаратуры и материалов по метрологическим, техническим характеристикам не хуже указанных в настоящем стандарте.

Допускается использование других реактивов по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных.

4.2.1.2 Проведение анализа

Пробу для анализа, отобранную из лабораторной пробы по ГОСТ 14849 или нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт, заливают 50 см$^3$ 50 %-ного этилового спирта и нагревают при тщательном перемешивании в течение 30 мин на водяной бане при температуре 60 °С. Затем раствор отфильтровывают, из него отбирают 30 см$^3$ фильтрата и добавляют 1 см$^3$ винно-каменной кислоты. В полученный раствор на 2—3 мин опускают белую шерстяную обезжиренную нить.

Шерстяную нить обезжиривают непосредственно перед проведением анализа.

Для обезжиривания ее выдерживают в течение 10 мин в диэтиловом эфире, отжимают, промокают с помощью фильтровальной бумаги и промывают этиловым спиртом.

По истечении указанного времени нить промывают под струей воды, высушивают и после проведения анализа сравнивают ее цвет с контрольным цветом обезжиренной нити.

Окрашивание нити характеризует наличие в макаронных изделиях красителя.

#### 4.2.2 Определение наличия красителей методом тонкослойной хроматографии

Метод основан на сорбции красителей из раствора анализируемых макаронных изделий твердыми сорбентами, десорбции аммиаком, удалении его выпариванием и последующей идентификации красителей хроматографированием в тонком слое сорбента.

Определение наличия красителей проводят на основе визуальной оценки цвета пятен и сравнением значений $R_f$ (отношение расстояния миграции пятна анализируемого красителя до линии старта к расстоянию миграции границы элюэнта (проявителя) до линии старта) анализируемых красителей со значениями $R_f$ стандартных красителей, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 — Значения $R_f$ стандартных красителей

| Наименование стандартного красителя | Индекс | Значения $R_f$ | | |
|---|---|---|---|---|
| | | Элюент 1 | Элюент 2 | Элюент 3 |
| Красители для производства пищевых продуктов, разрешенные на территории государства, принявшего стандарт | | | | |
| Тартразин | Е102 | 0,27 | 0,63 | 0,37 |
| Желтый хинолиновый | Е104 | 0,74<br>0,83 | 0,65<br>0,69 | 0,47<br>0,65 |
| Желтый «солнечный закат» | Е110 | 0,39 | 0,68 | 0,64 |

*Окончание таблицы 1*

| Наименование стандартного красителя | Индекс | Значения $R_f$ | | |
|---|---|---|---|---|
| | | Элюент 1 | Элюент 2 | Элюент 3 |
| Азорубин | Е122 | 0,34 | 0,67 | 0,54 |
| Понсо 4R | Е124 | 0,24 | 0,65 | 0,48 |
| Красный очаровательный АС | Е129 | 0,50 | 0,69 | 0,66 |
| Синий патентованный V | Е131 | 0,20 | 0,63 | 0,46 |
| Синий блестящий FCF | Е133 | 0,43 | 0,69 | 0,59 |
| Зеленый S | Е142 | 0,16 | 0,63 | 0,55 |
| Черный блестящий PN | Е151 | 0,25 | 0,62 | 0,40 |
| Красители для производства пищевых продуктов, запрещенные на территории государства, принявшего стандарт | | | | |
| Амарант | Е123 | 0,29 | 0,64 | 0,43 |
| Хризоин S | Е103 | 0,35 | 0,69 | 0,63 |

Анализ проводят в помещении, которое обеспечено приточно-вытяжной вентиляцией. Все операции с реактивами проводят в вытяжном шкафу.

4.2.2.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой погрешности взвешивания ± 0,1 мг и ± 100 мг по ГОСТ 24104.

Патрон для твердофазной экстракции с сорбентом оксида алюминия.

Пластина для тонкослойной хроматографии с силикагелем на полимерной подложке размером 10 × 10 см.

Камера хроматографическая размером 12 × 12 × 5 см или 20 × 20 × 10 см.

Шприц медицинский инъекционный вместимостью 10—20 $см^3$.

Микрошприц типа МШ-1 или Газохром-101 вместимостью 1,0 $мм^3$ (1 мкл) с ценой деления не более 0,02 $мм^3$ (0,02 мкл).

Пипетки с одной меткой вместимостью 1, 5, 25, 50 $см^3$ по ГОСТ 29169.

Пипетки градуированные вместимостью 1, 5, 10 $см^3$ по ГОСТ 29227.

Стаканы термостойкие вместимостью 50, 200, 400 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Колбы мерные с пришлифованной пробкой вместимостью 10, 50, 100, 500 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Колбы конические термостойкие вместимостью 50, 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Пробки стеклянные с конусом 29/32 по ГОСТ 1770.

Стаканчик СВ-14/8 по ГОСТ 25336.

Чашка выпарительная круглодонная вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная с оплавленным концом.

Термостат или водяная баня, поддерживающая температуру до 98 °С.

Шкаф сушильный электрический, обеспечивающий нагрев до 200 °С с погрешностью поддержания температуры не более 1 °С.

Центрифуга с частотой вращения не менее 5000 об/мин.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Линейка металлическая по ГОСТ 427.

Ножницы.

Пинцет медицинский по ГОСТ 21241.

Красители стандартные по таблице 1.

Пиридин по ГОСТ 13647, ч.д.а.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х.ч., ледяная, раствор массовой концентрации 10 $г/дм^3$ готовят по ГОСТ 4517.

Спирт этиловый ректификованный технический высшего сорта по ГОСТ 18300.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830, ч.д.а.

Спирт изобутиловый по ГОСТ 6016, ч.д.а.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.д.а, раствор массовой концентрации 250 г/дм$^3$.

Оксид алюминия активированный кислый pH = 4,5, размером частиц не более 0,1 мм с удельной поверхностью 155 м$^2$/г для колоночной хроматографии.

Метанол по ГОСТ 2222, ч.д.а.

Силикагель марки КСМГ высшего или 1-го сорта по ГОСТ 3956.

Диэтиламин технический по ГОСТ 9875.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается использование другой аппаратуры и материалов по метрологическим, техническим характеристикам не хуже указанных в настоящем стандарте.

Допускается использование других реактивов по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных.

4.2.2.2 Приготовление растворов и реактивов для анализа

а) Приготовление раствора для экстракции

В мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ вносят 80 см$^3$ этилового спирта, 1 см$^3$ водного аммиака и доводят дистиллированной водой до метки.

б) Приготовление раствора аммиака массовой концентрации 125 г/см$^3$

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 10 см$^3$ вносят пипеткой 5 см$^3$ водного аммиака. Доводят объем раствора аммиака в колбе до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

в) Приготовление элюента 1

В коническую колбу вместимостью 50 см$^3$ вносят пипетками, индивидуальными для каждого реактива, 3 см$^3$ пиридина, 3 см$^3$ изоамилового спирта, 3 см$^3$ изобутилового спирта, 4 см$^3$ этилового спирта, 4 см$^3$ водного аммиака. Колбу закрывают стеклянной пробкой и содержимое тщательно перемешивают.

г) Приготовление элюента 2

В коническую колбу вместимостью 50 см$^3$ вносят пипетками, индивидуальными для каждого реактива, 3 см$^3$ пиридина, 3 см$^3$ изоамилового спирта, 3 см$^3$ изобутилового спирта, 4 см$^3$ этилового спирта, 8 см$^3$ водного аммиака. Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают.

д) Приготовление элюента 3

В коническую колбу вместимостью 50 см$^3$ вносят пипетками, индивидуальными для каждого реактива, 6 см$^3$ диэтиламина, 5 см$^3$ хлороформа, 6 см$^3$ этилового спирта, 3 см$^3$ раствора аммиака массовой концентрации 125 г/см$^3$. Колбу закрывают стеклянной пробкой и тщательно перемешивают.

4.2.2.3 Подготовка к анализу

а) Приготовление раствора контрольного образца стандартных красителей

В необходимое число стаканов вместимостью 50 см$^3$ вносят навески стандартных красителей массой (0,250 ± 0,001) г.

В каждый стакан с навеской стандартного красителя прибавляют 20 см$^3$ дистиллированной воды и перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения. Для интенсификации растворения допускается нагревание раствора в стакане на водяной бане до температуры не более 90 °С. Затем раствор охлаждают до 20 °С, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пришлифованной пробкой и тщательно перемешивают.

б) Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 14849 или нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт.

в) Извлечение красителей из лабораторной пробы макаронных изделий

В пробирку для центрифугирования вместимостью 25 см$^3$ вносят (5,0 ± 0,1) г подготовленной для анализа пробы. Затем добавляют 20 см$^3$ раствора для экстракции, приготовленного по 4.2.2.2 а). Пробирку встряхивают в течение 20 мин и центрифугируют в течение 20 мин при 5000 об/мин. После окончания центрифугирования отбирают пипеткой 10 см$^3$ прозрачного центрифугата в стакан вместимостью 50 см$^3$. Затем в стакан добавляют 10 см$^3$ дистиллированной воды и 1 см$^3$ ледяной уксусной кислоты.

Содержимое стакана перемешивают стеклянной палочкой и охлаждают до температуры (20 ± 5) °С.

г) Подготовка патрона для твердофазной экстракции

Медицинским шприцем набирают 10—20 см$^3$ дистиллированной воды, соединяют шприц с патроном для твердофазной экстракции, заполненным сорбентом оксидом алюминия. Патрон промывают дистиллированной водой со скоростью 10—20 капель в минуту. Объем пропускаемой через патрон

дистиллированной воды должен быть не менее 30 см$^3$. После этого патрон промывают один раз 25 см$^3$ раствора ледяной уксусной кислоты и отсоединяют от шприца.

д) Сорбция красителей из пробы макаронных изделий

Медицинским шприцем набирают 20 см$^3$ анализируемого раствора, подготовленного по 4.2.2.3 в), и соединяют шприц с патроном. Пропускают анализируемый раствор через патрон по одной капле со скоростью 10—20 капель в минуту. При появлении на выходе из патрона окрашенного анализируемого раствора его пропускают через второй патрон. При необходимости используют 1—5 патронов, подготовленных по 4.2.2.3 г), до достижения полноты сорбции красителя. После этого промывают каждый патрон с сорбированным красителем 25 см$^3$ раствора ледяной уксусной кислоты по одной капле со скоростью 10—20 капель в минуту.

е) Десорбция красителей из патронов водным аммиаком

Медицинским шприцем набирают 10—20 см$^3$ водного аммиака и соединяют шприц с патроном. Пропускают водный аммиак через патрон по одной капле со скоростью 10—20 капель в минуту. При необходимости промывание патрона водным аммиаком повторяют до полного обесцвечивания оксида алюминия в патроне. Элюат — раствор водного аммиака, пропущенный через патрон, собирают в выпарительную чашку и выпаривают досуха на водяной бане при температуре от 80 °С до 90 °С. Сразу после испарения раствора аммиака чашку с сухим остатком красителя охлаждают.

Краситель растворяют в чашке, добавляя пипеткой от 0,5 до 1,0 см$^3$ дистиллированной воды.

ж) Подготовка хроматографической камеры

В хроматографическую камеру вносят элюент 1, приготовленный по 4.2.2.2 в), в количестве, необходимом для погружения хроматографической пластины на глубину не более 0,5 см от нижнего края пластины. Камеру плотно закрывают и выдерживают в течение 1 ч.

и) Подготовка пластин для ТСХ анализа

На хроматографическую пластину карандашом наносят линию старта на расстоянии 1,0 см от края пластины и линию границы элюента на расстоянии 7,0 см от линии старта. На линию старта карандашом наносят точки с интервалом не менее 1,0 см.

4.2.2.4 Проведение анализа

а) Предварительная оценка состава красителя лабораторной пробы

Пластину, подготовленную по 4.2.2.3 и), разрезают на две части на расстоянии от 3,0 до 3,5 см от боковой стороны пластины перпендикулярно к линии старта.

На линию старта микрошприцем наносят в несколько приемов с промежуточным подсушиванием на воздухе от 0,3 до 1,0 мм$^3$ раствора, полученного по 4.2.2.2 б). После нанесения раствора пластину подсушивают в течение 3—4 мин и затем пинцетом погружают в раствор элюента 1 на глубину не более 0,5 см от нижнего края пластины под углом примерно 45°. Камеру плотно закрывают. Элюирование заканчивают при достижении элюентом 1 линии границы элюента. По окончании элюирования пластину вынимают и подсушивают.

При отсутствии разделения пятен красителей на хроматограмме анализ повторяют, используя элюент 2 или элюент 3.

Предварительную оценку состава анализируемого красителя проводят на основе визуальной оценки цвета пятен и сравнением значений $R'_f$ анализируемых красителей со значениями $R_f$ стандартных красителей, приведенных в таблице 1, или с помощью специальных хроматографических карт, полученных при предварительном хроматографировании растворов контрольных образцов стандартных красителей.

б) Приготовление растворов контрольных образцов смесевых стандартных красителей

Растворы контрольных образцов смесевых стандартных красителей готовят с учетом предварительной оценки состава красителей по 4.2.2.4 а).

Примечание — На силикагелевых пластинах синие, фиолетовые и красные красители идентифицируются лучше желтых и оранжевых.

В мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 500 см$^3$ пипеткой вносят по 10 см$^3$ контрольных образцов стандартных красителей, присутствие которых наиболее вероятно в лабораторной пробе, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Для определения состава красителя на хроматографическую пластину, подготовленную по 4.2.2.3 и), микрошприцем наносят на линию старта в несколько приемов с промежуточным подсушиванием на воздухе от 0,1 до 1,0 мм$^3$ растворов контрольных образцов смесевых стандартных красителей анализируемого раствора красителя по 4.2.2.4 б).

Все растворы наносят на пластину в одинаковой пропорции. После нанесения растворов пластину подсушивают в течение 3 — 4 мин и затем пинцетом помещают в хроматографическую камеру, заполненную элюентом. Элюент выбирают в соответствии с таблицей 1. Камеру плотно закрывают. Элюирование заканчивают при достижении элюентом линии границы элюента 7,0 см от линии старта. По окончании элюирования хроматографическую пластину вынимают и подсушивают.

4.2.2.5 Обработка результатов

Линейкой измеряют расстояние от центра каждого пятна анализируемого красителя и линии границы элюента до линии старта.

Вычисляют значение $R_f'$ анализируемого красителя по формуле

$$R_f' = \frac{l_k}{l_э}, \quad (2)$$

где $l_k$ — расстояние до линии старта от центра пятна анализируемого красителя, см,

$l_э$ — расстояние до линии старта от линии границы элюента, см.

Сравнивая цвет пятен и значения $R_f'$ каждого красителя анализируемого раствора со значениями $R_f$ стандартного красителя, идентифицируют красители, присутствующие в анализируемой пробе макаронных изделий.

### 4.3 Определение наличия яичных продуктов

Сущностью метода является фотометрическое определение фосфорного ангидрида лецитина, затем по содержанию фосфорного ангидрида в пересчете на сухое вещество по таблице Веллавекья определяют количество яичных продуктов в 1 кг макаронных изделий.

Метод позволяет определить содержание фосфорного ангидрида в диапазоне от 0,02 % до 0,30 %.

#### 4.3.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой погрешности взвешивания ± 0,001 г по ГОСТ 24104.

Аппарат Сокслета.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.

Баня водяная, поддерживающая температуру воды до 98 °С.

Печь муфельная с рабочей температурой 900 °С.

Спектрофотометр или колориметр.

Фильтры бумажные обеззоленные марки ФОМ диаметром от 90 до 125 мм или бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 1000 см$^3$ по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Пипетка вместимостью 5 см$^3$ по ГОСТ 29227.

Пробирки стеклянные вместимостью 10 см$^3$ по ГОСТ 29227.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

Гидроксид калия по ГОСТ 9285, ч.д.а.

Аммоний молибденовокислый (молибдат аммония) по ГОСТ 3765, ч.д.а.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.д.а., раствор молярной концентрации 0,05 моль/дм$^3$.

Аскорбиновая кислота.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, ч.д.а.

Купорос медный по ГОСТ 19347.

Кислота соляная концентрированная по ГОСТ 3118, ч.д.а.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61, х.ч.

Гидрооксид натрия по ГОСТ 4328, ч.д.а.; раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм$^3$ готовят по ГОСТ 25794.1.

Допускается использование другой аппаратуры и материалов по метрологическим, техническим характеристикам не хуже указанных в настоящем стандарте.

Допускается использование других реактивов по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных.

**4.3.2 Подготовка к проведению анализа**

4.3.2.1 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 14849 или нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт.

4.3.2.2 Приготовление раствора гидроксида калия концентрации 10 %.

Для приготовления гидроксида калия концентрации 10 % взвешивают 10 г гидроксида калия и растворяют в 90 $см^3$ дистиллированной воды, раствор охлаждают.

4.3.2.3 Приготовление раствора фосфорнокислого калия

0,439 г однозамещенного фосфорнокислого калия переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и растворяют в дистиллированной воде. Затем раствор охлаждают и доводят его объем до метки. В 1 $см^3$ полученного раствора содержится 0,1 мг фосфора.

4.3.2.4 Приготовление раствора соляной кислоты концентрации 2,5 %

(59,5 ± 0,1) г концентрированной 42 %-ной соляной кислоты переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и растворяют в 940,5 $см^3$ дистиллированной воды.

4.3.2.5 Приготовление раствора ацетатного буфера с pH = 4

12,01 г ледяной уксусной кислоты переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, добавляют 360 $см^3$ раствора NaOH молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$, приготовленного из стандарт-титра по ГОСТ 25794.1, и доводят объем колбы дистиллированной водой до метки.

4.3.2.6 Приготовление раствора молибдата аммония концентрации 1 %

10 г кристаллического молибдата аммония переносят в мерную колбу на 1000 $см^3$ и растворяют раствором серной кислоты молярной концентрации 0,05 моль/$дм^3$, доводя объем до метки.

4.3.2.7 Приготовление раствора аскорбиновой кислоты

0,24 г медного купороса и 1 г аскорбиновой кислоты переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и растворяют дистиллированной водой, доводя объем до метки.

**4.3.3 Проведение анализа**

Подготовленную по 4.3.2.1 пробу для анализа массой (10,0 ± 0,1) г экстрагируют абсолютированным этиловым спиртом в аппарате Сокслета в течение 12 ч. Полученный экстракт упаривают до объема 10—15 $см^3$ и количественно переносят в фарфоровый тигель, добавляют 5 $см^3$ 10 %-ного раствора гидроксида калия и выпаривают досуха на водяной бане. Тигель помещают в муфельную печь, нагретую до 400 °С — 500 °С, и обугливают навеску, не допуская воспламенения продуктов сухой перегонки. Затем муфельную печь нагревают до 900 °С и ведут озоление до полного исчезновения черных частиц, пока цвет золы не станет белым.

В полученную золу добавляют 5 $см^3$ разбавленной дистиллированной водой 1:1 соляной кислоты. Тигли помещают на водяную баню и выпаривают под тягой до получения белой соли. Полученную соль растворяют 20 $см^3$ соляной кислоты концентрации 2,5 %, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и доводят объем колбы до метки, тщательно промывая тигель раствором соляной кислоты концентрации 2,5 %.

Для определения фосфорного ангидрида из полученного объема жидкости отбирают 0,1 $см^3$ пробы и переносят в пробирку вместимостью 10 $см^3$. К содержимому колбы добавляют 5 $см^3$ раствора ацетатного буфера, приготовленного по 4.3.2.5, и перемешивают в течение 10 с. Затем в пробирку вносят 0,5 $см^3$ раствора молибдата аммония, приготовленного по 4.3.2.6, и 0,5 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты, приготовленного по 4.3.2.7. Содержимое пробирки перемешивают и оставляют в темноте при комнатной температуре на 20 мин, затем колориметрируют при длине волны 640 нм.

Для построения градуировочного графика в пробирки вместимостью 10 $см^3$ вносят раствор фосфорнокислого калия, приготовленного по 4.3.2.3, в количестве 0; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3 $см^3$ и т. д., что соответствует 0; 5; 10; 20; 30 мкг и т. д. внесенного фосфора.

К содержимому пробирок добавляют 5; 4,95; 4,9; 4,8; 4,7 $см^3$ и т. д. раствора ацетатного буфера, 0,1 $см^3$ раствора соляной кислоты и перемешивают. Затем добавляют по 0,5 $см^3$ раствора молибдата аммония и аскорбиновой кислоты, перемешивают и выдерживают в течение 20 мин, после чего колориметрируют.

Содержание фосфора в пересчете на сухую массу $X$, мг/100 г, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 50 \cdot 100}{1000 \cdot 0{,}1 \cdot 10} \cdot \frac{100}{100 - W}, \quad (3)$$

где $m$ — масса внесенного фосфора, мкг;
50 — объем раствора фосфора пробы в соляной кислоте, мг;
100 — коэффициент пересчета в %;
1000 — коэффициент пересчета мкг фосфора на мг;
0,1 — объем раствора фосфора пробы, взятый для определения, см$^3$;
10 — масса пробы, г;
$W$ — массовая доля влаги в пробе для анализа, %.

Содержание фосфорного ангидрида в пересчете на сухую массу $Y$, %, вычисляют по формуле

$$Y = \frac{X \cdot 141{,}96}{30{,}98 \cdot 2 \cdot 1000}, \quad (4)$$

где $X$ — содержание фосфора в пересчете на сухую массу, рассчитанное по формуле (3), мг/100 г;
141,96 — молярная масса фосфорного ангидрида, г/моль;
30,98 — молярная масса фосфора, г/моль;
2 — количество атомов фосфора в фосфорном ангидриде;
1000 — коэффициент пересчета в %.

Количество яичных продуктов в макаронных изделиях определяют в зависимости от содержания фосфорного ангидрида по таблице 2.

Таблица 2 — Таблица Веллавекья

| Содержание фосфорного ангидрида, %, на сухое вещество | Количество яичных продуктов, г, на 1 кг макаронных изделий | |
|---|---|---|
| | меланж | яичный порошок |
| 0,0513 | — | — |
| 0,0786 | 100 | 28,5 |
| 0,1044 | 200 | 57,0 |
| 0,1289 | 300 | 85,5 |
| 0,1522 | 400 | 114,0 |
| 0,1744 | 500 | 142,5 |
| 0,1954 | 600 | 171,0 |
| 0,2155 | 700 | 199,5 |
| 0,2348 | 800 | 228,0 |
| 0,2531 | 900 | 256,5 |

### 4.4 Определение наличия соевой муки

Метод основан на качественной реакции фермента уреазы, присутствующего в соевой муке, с мочевиной.

Метод позволяет определить наличие 0,5 % соевой муки.

#### 4.4.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные общего назначения с допустимой погрешностью взвешивания ± 0,05 г по ГОСТ 24104.

Мешалка вихревая.

Камера холодильная, обеспечивающая поддержание температуры от 5 °С до 10 °С.

Баня водяная, поддерживающая температуру воды до 98 °С.

Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Пипетка вместимостью 5 см$^3$ по ГОСТ 29227.

Пробирка с пробкой по ГОСТ 25336.

Колбы мерные плоскодонные вместимостью 100 и 1000 см$^3$ по ГОСТ 25336.

Воронка стеклянная диаметром 100 мм по ГОСТ 25336.

Фарфоровая чашка по ГОСТ 9147.

Карбамид по ГОСТ 6691, ч.д.а.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

Допускается использование другой аппаратуры и материалов по метрологическим, техническим характеристикам не хуже указанных в настоящем стандарте.

Допускается использование других реактивов по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных.

**4.4.2 Подготовка к проведению анализа**

4.4.2.1 Приготовление раствора карбамида концентрации 20 %

Для приготовления 20 %-ного водного раствора 250 г карбамида растворяют в 1000 см$^3$ дистиллированной воды, после чего тщательно перемешивают. Раствор хранят при температуре (5 ± 1) °С в течение 1 мес.

4.4.2.2 Приготовление спиртового раствора фенолфталеина в концентрации 1 %

Для приготовления 1 %-ного спиртового раствора фенолфталеина взвешивают (1,0 ± 0,1) г фенолфталеина, помещают в фарфоровую чашку и небольшим количеством 95—96 %-ного этилового спирта смывают в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$. Затем доводят спиртом до метки и взбалтывают.

**4.4.3 Проведение анализа**

Пробу для анализа, отобранную по ГОСТ 14849 или нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт, массой (0,50 ± 0,01) г помещают в пробирку с хорошо подогнанной пробкой. Добавляют 5 см$^3$ 20 %-ного водного раствора карбамида, приготовленного по 4.4.2.1, и пять капель 1 %-ного спиртового раствора фенолфталеина, приготовленного по 4.4.2.2, пробирку плотно закрывают пробкой и перемешивают на мешалке, после чего нагревают на водяной бане при температуре 40 °С.

Если в макаронных изделиях присутствует соевая мука, то через 15 мин содержимое пробирки окрасится в светло-розовый цвет, а через 30 мин окраска станет интенсивно-розовой.

**4.5 Определение наличия кукурузной муки**

Сущность метода состоит в качественном определении наличия в макаронных изделиях зеина — белка, типичного для кукурузной муки.

**4.5.1 Аппаратура, материалы и реактивы**

Весы лабораторные с пределом допускаемой погрешности взвешивания ± 0,1 г по ГОСТ 24104.

Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Баня водяная, поддерживающая температуру воды от 40 °С до 98 °С.

Термометр спиртовой стеклянный лабораторный с диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С, с погрешностью измерения не более 2 °С.

Пипетка вместимостью 0,5, 2, и 5 см$^3$ по ГОСТ 29227.

Цилиндр мерный вместимостью 20 см$^3$ по ГОСТ 25336.

Стакан лабораторный стеклянный по ГОСТ 25336.

Стекло часовое.

Воронка стеклянная диаметром 100 мм по ГОСТ 25336.

Пробирка стеклянная по ГОСТ 25336.

Ступка с пестиком фарфоровые по ГОСТ 9147.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

Гидроокись натрия по ГОСТ 4328, ч.д.а.

Сульфат меди 5 %-ный водный раствор по ГОСТ 4165, ч.д.а.

Уголь активированный.

Фильтры бумажные обеззоленные марки ФОМ диаметром от 90 до 125 мм или бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Допускается использование другой аппаратуры и материалов по метрологическим, техническим характеристикам не хуже указанных в настоящем стандарте.

Допускается использование других реактивов по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных.

**4.5.2 Подготовка к проведению анализа**

Для получения раствора гидроксида натрия молярной концентрации 1 моль/дм$^3$ 40 г сухого гидрооксида натрия растворяют в дистиллированной воде, охлаждают и доводят объем раствора до 1000 см$^3$.

Для получения 5 %-ного раствора сульфата меди (5,0 ± 0,1) г $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ растворяют 95 см$^3$ дистиллированной воды.

Активированный уголь необходимо истолочь до порошкообразного состояния.

Отбор и подготовка пробы макаронных изделий к анализу — по ГОСТ 14849 или нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт.

**4.5.3 Проведение анализа**

Пробу для анализа массой (6,0 ± 0,1) г переносят в стакан, добавляют 20 см$^3$ 95 %-ного этилового спирта. Накрывают стакан часовым стеклом и нагревают на водяной бане при 73 °С — 75 °С в течение 1 ч. Оставляют в покое на 30 мин, после чего фильтруют через плотный фильтр.

В пробирку отбирают 5 см$^3$ фильтрата, добавляют 2 см$^3$ раствора гидрооксида натрия молярной концентрации 1 моль/дм$^3$ и 0,4 см$^3$ 5 %-ного раствора сульфата меди, приготовленные по 4.5.2. Содержимое пробирки встряхивают. Затем пробирку помещают на 15 мин на водяную баню при 73 °С — 75 °С, после чего охлаждают и добавляют 0,2 г активированного угля для обесцвечивания. Пробирку встряхивают вручную в течение 30 с, оставляют в покое на 30 мин и фильтруют через складчатый фильтр.

При наличии в макаронных изделиях кукурузной муки фильтрат будет окрашен в интенсивно-лиловый цвет.

Примечание — Для количественного определения содержания кукурузной муки в пробе макаронных изделий измеряют оптическую плотность фильтрата на колориметре при длине волны 540 нм. При этом для построения градуировочной характеристики готовят пробы макаронных изделий из пшеничной и кукурузной муки в соотношениях 100:0; 90:10; 80:20; 70:30; 60:40; 50:50; 40:60; 30:70; 20:80; 10:90; 0:100. Из каждой пробы получают фильтрат методом, описанным в 4.5.3, после чего фильтраты колориметрируют и строят калибровочную кривую.

**4.6 Определение наличия фосфорных солей**

Сущность метода заключается в образовании ярко окрашенных комплексных соединений фосфора с молибдатом аммония.

**4.6.1 Аппаратура, материалы и реактивы**

Весы лабораторные с пределом допускаемой погрешности взвешивания ± 0,0001 г по ГОСТ 24104.

Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Спектрофотометр или колориметр.

Встряхиватель для пробирок лабораторный.

Печь муфельная с рабочей температурой 900 °С.

Тигель фарфоровый вместимостью 20 см$^3$ по ГОСТ 9147.

Колба мерная вместимостью 50 см$^3$ по ГОСТ 1770.

Пипетка вместимостью 0,5; 2 и 5 см$^3$ по ГОСТ 29227.

Пипетка вместимостью 0,1 см$^3$ с делением шкалы не более 0,01 см$^3$ по ГОСТ 29227.

Пробирка вместимостью 10 см$^3$ по ГОСТ 25336.

Ацетат магния кристаллический

Молибдат аммония (аммоний молибденовокислый) по ГОСТ 3765, ч.д.а.

Аскорбиновая кислота.

Калий фосфорнокислый по ГОСТ 4198, ч.д.а.

Купорос медный по ГОСТ 19347, ч.д.а.

Кислота серная концентрированная, раствор молярной концентрации 0,05 моль/дм$^3$ по ГОСТ 4204, ч.д.а.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

Кислота соляная концентрированная по ГОСТ 3118, ч.д.а.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61, х.ч.

Гидроксид натрия, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм$^3$ по ГОСТ 4328, ч.д.а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается использование другой аппаратуры и материалов по метрологическим, техническим характеристикам не хуже указанных в настоящем стандарте.

Допускается использование других реактивов по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных.

**4.6.2 Подготовка растворов и реактивов для анализа**

4.6.2.1 Приготовление раствора соляной кислоты концентрации 2,5%

(59,5 ± 0,1) г концентрированной 42%-ной соляной кислоты переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и растворяют в 940,5 $см^3$ дистиллированной воды.

4.6.2.2 Приготовление раствора ацетата магния концентрации 5 %

50 г кристаллического ацетата магния переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и растворяют в 950 $см^3$ этилового спирта концентрации 95 %.

4.6.2.3 Приготовление раствора ацетатного буфера с pH = 4

12,01 г ледяной уксусной кислоты переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, добавляют 360 $см^3$ раствора NaOH молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$, приготовленного из стандарт-титра по ГОСТ 25794.1, и доводят объем колбы дистиллированной водой до метки.

4.6.2.4 Приготовление раствора молибдата аммония концентрации 1 %

10 г кристаллического молибдата аммония переносят в мерную колбу на 1000 $см^3$ и растворяют серной кислотой молярной концентрации 0,05 моль/$дм^3$, доводя объем до метки.

4.6.2.5 Приготовление раствора аскорбиновой кислоты

0,24 г медного купороса и 1 г аскорбиновой кислоты переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и растворяют дистиллированной водой, доводя объем до метки.

Спектрофотометр или колориметр подготавливают к анализу в соответствии с эксплуатационной документацией на них.

Отбор и подготовка лабораторной пробы макаронных изделий — по ГОСТ 14849 или нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт.

**4.6.3 Проведение анализа**

Пробу для анализа массой 2 г помещают в предварительно промытый раствором соляной кислоты, приготовленным по 4.6.2.1, и просушенный тигель. Смачивают навеску 2 $см^3$ 5 %-ного спиртового раствора ацетата магния, приготовленного по 4.6.2.2. Тигли помещают в муфельную печь и нагревают, поднимая температуру на 50 °С за каждые 30 мин, доводя ее до 450 °С. Сжигают навеску при данной температуре в течение 2 ч. Если зола черная или серая, то тигли охлаждают, смачивают 2—3 каплями дистиллированной воды и продолжают сжигание до полного озоления.

В полученную белую или слегка окрашенную золу добавляют 5 $см^3$ разбавленной 1:1 соляной кислоты, приготовленной по 4.6.2.1. Тигли помещают на водяную баню и выпаривают под тягой до получения белой соли. Полученную соль растворяют 20 $см^3$ соляной кислоты концентрации 2,5 %, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и доводят объем колбы до метки, тщательно промывая тигель раствором соляной кислоты концентрации 2,5 %.

Для определения фосфора из полученного объема пробы отбирают 0,1 $см^3$ и переносят в пробирку вместимостью 10 $см^3$. К содержимому колбы добавляют 5 $см^3$ ацетатного буфера, приготовленного по 4.6.2.3, и перемешивают в течение 10 с. Затем в пробирку вносят 0,5 $см^3$ раствора молибдата аммония, приготовленного по 4.6.2.4, и 0,5 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты, приготовленного по 4.6.2.5. Содержимое пробирки перемешивают и оставляют в темноте при комнатной температуре на 20 мин.

При наличии в макаронных изделиях фосфорных солей образуются фосфорно-молибденованадиевые комплексы, окрашивающие раствор в интенсивно-желтый цвет.

Примечание — Для количественного определения фосфорных солей в пробе макаронных изделий измеряют оптическую плотность раствора на колориметре при длине волны 640 нм. При этом для построения градуировочной характеристики в пробирки вместимостью 10 $см^3$ вносят раствор фосфорнокислого калия, подготовленного по 4.3.2.3, в количестве 0; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3 $см^3$ и т. д. что соответствует 0; 5; 10; 20; 30 мкг и т. д. внесенного фосфора. К содержимому пробирок добавляют 5; 4,95; 4,9; 4,8; 4,7 $см^3$ и т. д. ацетатного буфера, 0,1 см раствора соляной кислоты и перемешивают. Затем добавляют по 0,5 $см^3$ раствора молибдата аммония и аскорбиновой кислоты, перемешивают и выдерживают в течение 20 мин, после чего колориметрируют.

**4.7 Определение зольности (общей золы)**

Сорт макаронных изделий согласно их классификации указывают на этикетной надписи. Макаронные изделия высшего сорта должны иметь зольность, соответствующую муке высшего сорта, макаронные изделия первого сорта — муке первого сорта, а макаронные изделия второго сорта — муке второго сорта. В таблице 3 приведены значения зольности макаронных изделий, выработанных из различной муки.

Таблица 3

| Маркировка макаронных изделий | Маркировка муки | Зольность, %, не более |
|---|---|---|
| Группа А в/с | Мука из твердой пшеницы высшего сорта | 0,90 |
| Группа А 1/с | Мука из твердой пшеницы первого сорта | 1,20 |
| Группа А 2/с | Мука из твердой пшеницы второго сорта | 1,90 |
| Группа Б в/с | Мука из мягкой стекловидной пшеницы высшего сорта | 0,60 |
| Группа Б 1/с | Мука из мягкой стекловидной пшеницы первого сорта | 0,75 |
| Группа В в/с | Хлебопекарная мука высшего сорта | 0,55 |
| Группа В 1/с | Хлебопекарная мука первого сорта | 0,75 |

Метод определения количественный и предназначен для определения сортности макаронных изделий.

Сущность метода состоит в сжигании пробы для анализа макаронных изделий до полного озоления органического вещества с последующим количественным определением полученного остатка.

**4.7.1 Подготовка к проведению анализа**

Отбор и подготовка пробы макаронных изделий — по ГОСТ 14849 или нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт.

Влажность подготовленной для анализа пробы макаронных изделий определяют непосредственно после размола.

Определение зольности в макаронных изделиях проводят по ГОСТ 28418.

**4.7.2 Характеристики погрешности измерения**

Предел повторяемости — 0,05 %.

Предел воспроизводимости — 0,1 %.

**Приложение А**
**(обязательное)**

## Расшифровка электрофоретических спектров глиадинового белка при определении наличия муки из мягкой пшеницы в макаронных изделиях

### А.1 Идентификация компонентов электрофоретического спектра глиадинового белка

Электрофоретические спектры глиадинового белка разделяют на четыре зоны, соответствующие биохимическим фракциям α, β, γ, ω. Каждая зона содержит определенное число позиций, которые могут быть заняты электрофоретическими компонентами глиадинового белка. Контрольный спектр глиадинового белка составлен на основании сравнительного изучения электрофоретических спектров сортов и биотипов пшеницы и имеет следующую структуру: α 1234567 β12345 γ12345 ω12345678910 ... (см. рисунок А.1).

У сортов мягкой пшеницы характеристические полосы обычно встречаются в позициях ω9, ω8, ω7, ω6, ω4; γ2; β5; β3; α7. Наиболее характерными и удобными для идентификации сортов мягкой пшеницы являются полосы, занимающие позиции ω8 и ω9.

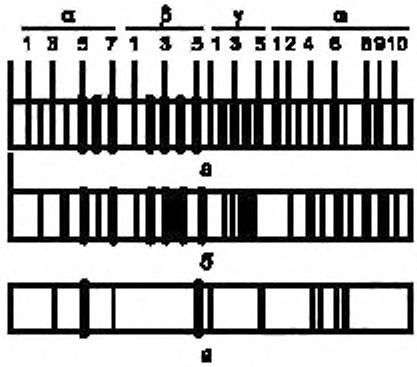


Рисунок А.1 — Электрофореграммы спектра: *а* — глиадинового белка; *б* — макаронных изделий из муки мягкой пшеницы; *в* — макаронных изделий из муки твердой пшеницы

УДК 664.694:006.354 МКС 67.060 Н35

Ключевые слова: изделия макаронные, область применения, определения, классификация, характеристики, технические требования, основное и дополнительное сырье, маркировка, упаковка, транспортирование, сроки и условия хранения

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *А.В. Бестужевой*

Сдано в набор 09.04.2013. Подписано в печать 24.04.2013 Формат 60 ×84 1/8. Гарнитура Ариал
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2.40. Тираж 138 экз. Зак. 443

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

**Поправка к ГОСТ 31750—2012 Изделия макаронные. Методы идентификации**

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

(ИУС № 5 2025 г.)