ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52823— 2007

Добавки пищевые

НАТРИЯ ФОСФАТЫ Е339

Общие технические условия

Издание официальное

БЗ 3—2008/33

Москва
Стандартинформ
2008

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом пищевых ароматизаторов, кислот и красителей Российской академии сельскохозяйственных наук (ГУ ВНИИПАКК)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 154 «Пищевые кислоты, эссенции ароматические пищевые и ароматизаторы, красители пищевые синтетические»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 декабря 2007 г. № 450-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартинформ, 2008

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 Классификация . . . 3
4 Общие технические требования . . . 3
4.1 Характеристики . . . 3
4.2 Требования к сырью . . . 5
4.3 Упаковка . . . 5
4.4 Маркировка . . . 5
5 Требования безопасности . . . 6
6 Правила приемки . . . 6
7 Методы контроля . . . 7
7.1 Отбор проб . . . 7
7.2 Определение органолептических показателей . . . 8
7.3 Тест на натрий-ион . . . 8
7.4 Тесты на фосфат-ионы . . . 9
7.5 Тест на свободную ортофосфорную кислоту и ее двузамещенную натриевую соль . . . 10
7.6 Определение массовой доли основного вещества . . . 11
7.7 Определение массовой доли общей пятиокиси фосфора . . . 13
7.8 Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ . . . 15
7.9 Определение pH водного раствора . . . 16
7.10 Определение массовой доли потерь при высушивании . . . 17
7.11 Определение массовой доли потерь при прокаливании . . . 18
7.12 Определение массовой доли фторидов . . . 19
7.13 Определение массовой доли мышьяка . . . 19
7.14 Определение массовой доли свинца . . . 19
8 Транспортирование и хранение . . . 19
9 Рекомендации по применению . . . 19
Библиография . . . 20

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Добавки пищевые

НАТРИЯ ФОСФАТЫ Е339

Общие технические условия

Food additives. Sodium phosphates E339.
General specifications

Дата введения — 2009—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку фосфаты натрия Е339, представляющую собой 1-замещенные (i), 2-замещенные (ii) и 3-замещенные (iii) натриевые соли ортофосфорной кислоты (далее — пищевые монофосфаты натрия) и предназначенную для использования в пищевой промышленности.

Требования, обеспечивающие безопасность пищевых монофосфатов натрия, изложены в 4.1.5, требования к качеству — в 4.1.3, 4.1.4, требования к маркировке — в 4.4.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 2859-1—2007 Статистические методы. Процедуры выборочного контроля по альтернативному признаку. Часть 1. Планы выборочного контроля последовательных партий на основе приемлемого уровня качества

ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ Р 51766—2001 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка

ГОСТ Р 52824—2007 Добавки пищевые. Натрия и калия трифосфаты Е451. Технические условия

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 12.1.005—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 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 245—76 Реактивы. Натрий фосфорнокислый однозамещенный 2-водный. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

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

ГОСТ 2226—88 (ИСО 6590-1—83, ИСО 7023—83) Мешки бумажные. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 3765—78 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия
ГОСТ 4198—75 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия
ГОСТ 4201—79 Реактивы. Натрий углекислый кислый. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия
ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе
ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов
ГОСТ 5100—85 Сода кальцинированная техническая. Технические условия
ГОСТ 5789—78 Реактивы. Толуол. Технические условия
ГОСТ 6016—77 Реактивы. Спирт изобутиловый. Технические условия
ГОСТ 6259—75 Реактивы. Глицерин. Технические условия
ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 6825—91 (МЭК 81—84) Лампы люминесцентные трубчатые для общего освещения
ГОСТ 8515—75 Диаммонийфосфат. Технические условия
ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия
ГОСТ 10485—75 Реактивы. Методы определения содержания примеси мышьяка
ГОСТ 10678—76 Кислота ортофосфорная термическая. Технические условия
ГОСТ 11078—78 Натр едкий очищенный. Технические условия
ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов
ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
ГОСТ 14961—91 Нитки льняные и льняные с химическими волокнами. Технические условия
ГОСТ 15846—2002 Продукция, отправляемая в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение
ГОСТ 17308—88 Шпагаты. Технические условия
ГОСТ 18389—73 Проволока из платины и ее сплавов. Технические условия
ГОСТ 19360—74 Мешки-вкладыши пленочные. Общие 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 26930—86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения мышьяка
ГОСТ 26932—86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения свинца
ГОСТ 27752—88 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия
ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний
ГОСТ 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
ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования
ГОСТ 30090—93 Мешки и мешочные ткани. Общие технические условия

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 Классификация

Пищевые монофосфаты натрия (Е339) подразделяют на ортофосфаты натрия:

- Е339(i), ортофосфат натрия 1-замещенный;
- Е339(ii), ортофосфат натрия 2-замещенный;
- Е339(iii), ортофосфат натрия 3-замещенный.

Обозначения, наименования, химические названия, формулы и молекулярные массы пищевых монофосфатов натрия приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Обозначения, наименования, химические названия, формулы и молекулярные массы пищевых монофосфатов натрия

Обозначение и наименование пищевого монофосфата натрия	Химическое название	Формула	Молекулярная масса
Е339(i) ортофосфат натрия 1-замещенный	Натрий фосфорнокислый 1-замещенный	NaH_2PO_4 (безводный)	119,98
	Натрий фосфорнокислый 1-замещенный 1-водный	$NaH_2PO_4 \cdot H_2O$ (моногидрат)	138,00
	Натрий фосфорнокислый 1-замещенный 2-водный	$NaH_2PO_4 \cdot 2\ H_2O$ (дигидрат)	156,01
Е339(ii) ортофосфат натрия 2-замещенный	Натрий фосфорнокислый 2-замещенный	Na_2HPO_4 (безводный)	141,98
	Натрий фосфорнокислый 2-замещенный 2-водный	$Na_2HPO_4 \cdot 2\ H_2O$ (дигидрат)	177,99
	Натрий фосфорнокислый 2-замещенный 7-водный	$Na_2HPO_4 \cdot 7\ H_2O$ (гептагидрат)	268,06
	Натрий фосфорнокислый 2-замещенный 12-водный	$Na_2HPO_4 \cdot 12\ H_2O$ (додекагидрат)	358,14
Е339(iii) ортофосфат натрия 3-замещенный	Натрий фосфорнокислый 3-замещенный	Na_3PO_4 (безводный)	163,94
	Натрий фосфорнокислый 3-замещенный 0,5-водный	$Na_3PO_4 \cdot 0,5\ H_2O$ (полугидрат)	172,95
	Натрий фосфорнокислый 3-замещенный 1-водный	$Na_3PO_4 \cdot H_2O$ (моногидрат)	181,96
	Натрий фосфорнокислый 3-замещенный 12-водный	$Na_3PO_4 \cdot 12\ H_2O$ (додекагидрат)	380,12

4 Общие технические требования

4.1 Характеристики

4.1.1 Пищевые монофосфаты натрия вырабатывают в соответствии с требованиями настоящего стандарта, по технологическим регламентам или инструкциям, утвержденным в установленном порядке.

4.1.2 Пищевые монофосфаты натрия гигроскопичны или слабогигроскопичны, хорошо растворимы в воде и не растворимы в этаноле.

4.1.3 По органолептическим показателям пищевые монофосфаты натрия должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

Таблица 2 — Органолептические показатели

Наименование показателя	E339(i)	E339(ii)	E339(iii)
Внешний вид	Порошок, кристаллы или гранулы	Безводная форма: порошок Гидратные формы: кристаллическое вещество в виде гранул	Порошок, кристаллы или гранулы
Цвет	Белый	Белый	Белый
Запах	Без запаха	Без запаха	Без запаха

4.1.4 По физико-химическим показателям пищевые монофосфаты натрия должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 3.

Таблица 3 — Физико-химические показатели

Наименование показателя	Характеристика показателя
Тест на натрий-ион	Выдерживает испытание
Тесты на фосфат-ионы: $H_2PO_4^-$ HPO_4^{2-} PO_4^{3-}	 Выдерживает испытание То же »
Тест на свободную ортофосфорную кислоту и ее 2-замещенную натриевую соль в E339(i)	Выдерживает испытание
Массовая доля основного вещества, %, не менее: E339(i) E339(ii) E339(iii): безводный, полу- и моногидрат додекагидрат	 97,0 98,0 97,0 92,0
Массовая доля общей пятиокиси фосфора (для безводной формы), % E339(i) E339(ii) E339(iii)	 От 57,0 до 60,0 включ. От 48,0 до 51,0 включ. От 40,0 до 43,5 включ.
Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,20
pH водного раствора с массовой долей монофосфата натрия 1 %: E339(i) E339(ii) E339(iii)	 От 4,2 до 4,6 включ. От 9,0 до 9,6 включ. От 11,5 до 12,5 включ.
Массовая доля потерь при высушивании, %, не более: E339(i): безводный моногидрат дигидрат E339(ii): безводный дигидрат гептагидрат додекагидрат	 2,0 15,0 25,0 5,0 22,0 50,0 61,0
Массовая доля потерь при прокаливании, % E339(iii): безводный, не более моногидрат, не более додекагидрат	 2,0 11,0 От 45,0 до 58,0 включ.

4.1.5 По показателям, обеспечивающим безопасность, пищевые монофосфаты натрия должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 4.

Таблица 4 — Показатели, обеспечивающие безопасность

Наименование показателя	Характеристика показателя
Массовая доля фторидов, мг/кг, не более: E339(i) E339(ii) E339(iii)	 10,0 50,0 50,0
Массовая доля мышьяка, мг/кг, не более	3,0
Массовая доля свинца, мг/кг, не более: E339(i) E339(ii) E339(iii)	 4,0 4,0 10,0

4.2 Требования к сырью

4.2.1 Для производства пищевых монофосфатов натрия используют следующее сырье:

- кислоту ортофосфорную марки А по ГОСТ 10678;
- натр едкий марки А по ГОСТ 11078;
- натрий углекислый по ГОСТ 83;
- натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201;
- соду кальцинированную марки Б по ГОСТ 5100.

4.2.2 Сырье должно обеспечивать качество и безопасность пищевых монофосфатов натрия.

4.3 Упаковка

4.3.1 Пищевые монофосфаты натрия упаковывают в бумажные трехслойные мешки марки ПМ по ГОСТ 2226 или в мешки-вкладыши по ГОСТ 19360 из пищевой полиэтиленовой нестабилизированной пленки марки Н, толщиной не менее 0,08 мм по ГОСТ 10354, помещенные в продуктовые мешки по ГОСТ 30090 или в бумажные открытые трехслойные мешки марки НМ по ГОСТ 2226.

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

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

4.3.4 Допускается применение других видов тары и упаковочных материалов, изготовленных из материалов, использование которых в контакте с пищевыми монофосфатами натрия обеспечивает их качество и безопасность.

4.3.5 Масса нетто упаковочной единицы должна быть не более 25 кг.

4.3.6 Отрицательное отклонение массы нетто от номинальной массы каждой упаковочной единицы должно соответствовать требованиям ГОСТ 8.579 (таблица А.2).

4.3.7 Пищевые монофосфаты натрия, отправляемые в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, упаковывают по ГОСТ 15846.

4.4 Маркировка

4.4.1 На каждую упаковочную единицу с пищевыми монофосфатами натрия наносят маркировку любым способом, обеспечивающим ее четкое обозначение, с указанием:

- наименования пищевой добавки и ее индекса*;
- массовой доли основного вещества;
- наименования и местонахождения (юридический адрес) изготовителя;
- товарного знака изготовителя (при наличии);
- массы нетто;
- массы брутто;
- номера партии;
- даты изготовления;
- срока и условий хранения по 8.3 и 8.2;
- обозначения настоящего стандарта.

* Индекс в соответствии с Европейской системой кодификации пищевых добавок.

4.4.2 Транспортная маркировка должна соответствовать требованиям ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционных знаков «Беречь от влаги» и «Крюками не брать».

5 Требования безопасности

5.1 Пищевые монофосфаты натрия не токсичны, пожаро- и взрывобезопасны.

5.2 По степени воздействия на организм человека пищевые фосфаты натрия в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относятся к третьему классу опасности.

5.3 Работу с пищевыми монофосфатами натрия необходимо проводить в специальной одежде, с использованием средств индивидуальной защиты при соблюдении правил личной гигиены.

5.4 Производственные помещения, в которых проводят работы с пищевыми монофосфатами натрия, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.

5.5 Контроль воздуха рабочей зоны осуществляет изготовитель в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

6 Правила приемки

6.1 Пищевые монофосфаты натрия принимают партиями.

Партией считают количество пищевых монофосфатов натрия, полученное за один технологический цикл, одной даты изготовления, в одинаковой упаковке, одновременно предъявленное на испытание и приемку, оформленное одним документом, удостоверяющим их качество и безопасность.

6.2 Документ, удостоверяющий качество и безопасность пищевых монофосфатов натрия, должен содержать следующую информацию:

- наименование пищевой добавки и ее индекс;
- массовую долю основного вещества;
- наименование и местонахождение (юридический адрес) изготовителя;
- номер партии;
- дату изготовления;
- массу нетто;
- срок хранения;
- органолептические и физико-химические показатели качества по настоящему стандарту и фактические;
- показатели, обеспечивающие безопасность, по настоящему стандарту и фактические, определенные в соответствии с 6.9;
- обозначение настоящего стандарта.

6.3 Для проверки соответствия пищевых монофосфатов натрия требованиям настоящего стандарта проводят приемо-сдаточные испытания по качеству упаковки, правильности нанесения маркировки, массы нетто, органолептическим и физико-химическим показателям и периодические испытания по показателям, обеспечивающим безопасность.

6.4 При проведении приемо-сдаточных испытаний применяют одноступенчатый выборочный план при нормальном контроле и специальном уровне контроля S-4 при приемлемом уровне качества AQL, равном 6,5, по ГОСТ Р ИСО 2859-1.

Выборку упаковочных единиц осуществляют методом случайного отбора в соответствии с таблицей 5.

Таблица 5

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

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

6.6 Контроль массы нетто пищевых монофосфатов натрия в каждой упаковочной единице, попавшей в выборку, проводят по разности массы брутто и массы упаковочной единицы, освобожденной от содержимого. Предел допускаемых отрицательных отклонений от номинальной массы нетто пищевых монофосфатов натрия в каждой упаковочной единице — по 4.3.3.

6.7 Приемка партии пищевых монофосфатов натрия по массе нетто, качеству упаковки и правильности маркировки упаковочных единиц

6.7.1 Партию принимают, если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки и правильности маркировки, массе нетто пищевых монофосфатов натрия, меньше или равно приемочному числу (см. таблицу 5).

6.7.2 Если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки и правильности маркировки, массе нетто пищевых монофосфатов натрия, больше или равно браковочному числу (см. таблицу 5), контроль проводят на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Партию принимают, если выполняются условия 6.7.1.

Партию бракуют, если число упаковочных единиц в удвоенном объеме выборки, не отвечающих требованиям по качеству упаковки и правильности маркировки и массе нетто пищевых монофосфатов натрия, больше или равно браковочному числу.

6.8 Приемка партии пищевых монофосфатов натрия по органолептическим и физико-химическим показателям

6.8.1 Для контроля органолептических и физико-химических показателей продукта от каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку в соответствии с требованиями таблицы 5, проводят отбор мгновенных проб и составляют суммарную пробу по 7.1.

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

При повторном получении неудовлетворительных результатов испытаний партию бракуют.

6.8.3 Органолептические и физико-химические показатели пищевых монофосфатов натрия в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты испытаний распространяют только на пищевые монофосфаты натрия в этой упаковке.

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

7 Методы контроля

7.1 Отбор проб

7.1.1 Для составления суммарной пробы пищевых монофосфатов натрия из разных мест каждой упаковочной единицы, отобранной по 6.4, отбирают мгновенные пробы. Масса мгновенной пробы должна быть не более 100 г.

Масса мгновенной пробы и число мгновенных проб от каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку, должны быть одинаковыми.

Мгновенные пробы отбирают с помощью пробоотборников или металлических трубок, изготовленных из материала, не реагирующего с пищевыми монофосфатами натрия, погружая пробоотборник в пищевые монофосфаты натрия не менее чем на $^3/_4$ глубины.

Мгновенные пробы помещают в сухую чистую стеклянную или полиэтиленовую емкость и тщательно перемешивают.

Масса суммарной пробы должна быть не менее 500 г.

7.1.2 Для уменьшения суммарной пробы до 500 г используют метод квартования. Для этого суммарную пробу высыпают на чистый стол и разравнивают тонким слоем в виде квадрата. Затем ее деревянными планками со скошенными ребрами ссыпают с двух противоположных сторон на середину так, чтобы образовался валик. Суммарную пробу с концов валика также ссыпают на середину стола, снова ее разравнивают слоем от 1,0 до 1,5 см в виде квадрата и планкой делят по диагонали на четыре треугольника. Две противоположные части пробы отбрасывают, а две оставшиеся соединяют, перемешивают и вновь делят на четыре треугольника. Операцию повторяют до тех пор, пока масса суммарной пробы не достигнет 500 г.

7.1.3 Подготовленную суммарную пробу делят на две части и каждую часть помещают в чистую сухую, плотно закрывающуюся стеклянную или полиэтиленовую емкость.

Емкость с первой частью пробы используют для испытаний.

Емкость со второй частью пробы опечатывают, пломбируют и оставляют для повторных испытаний в случае возникновения разногласий в оценке качества пищевых монофосфатов натрия. Эту часть суммарной пробы сохраняют до окончания срока хранения.

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

- наименование пищевой добавки и ее индекс;
- массовая доля основного вещества;
- наименование и местонахождение изготовителя;
- номер партии;
- масса нетто партии;
- число упаковочных единиц в партии;
- дата изготовления;
- дата отбора проб;
- фамилии лиц, проводивших отбор данной пробы;
- обозначение настоящего стандарта.

7.2 Определение органолептических показателей

Метод основан на органолептическом определении внешнего вида, цвета и запаха пищевых монофосфатов натрия.

7.2.1 Средства измерений, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,1 г.

Палочка стеклянная.

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

Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильник по ГОСТ 27752.

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

Бумага белая.

Стаканчик СВ — 34/12 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)-100 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.2.2 Отбор проб — по 7.1.

7.2.3 Условия проведения испытаний

Помещение для проведения испытаний должно быть обеспечено приточно-вытяжной вентиляцией. Все испытания следует проводить в вытяжном шкафу.

7.2.4 Проведение испытаний

7.2.4.1 Внешний вид и цвет пищевых монофосфатов натрия определяют просмотром навески пробы массой 50 г, помещенной на лист белой бумаги или на стеклянную пластинку, при рассеянном дневном свете или освещении люминесцентными лампами типа ЛД по ГОСТ 6825. Освещенность поверхности рабочего стола должна быть не менее 500 лк.

7.2.4.2 Для определения запаха готовят раствор массовой долей 2 %. Для этого растворяют навеску массой 2 г в 98 см^3 дистиллированной воды в стакане вместимостью 250 см^3. Чистый, без постороннего запаха стаканчик заполняют на 100 см^3 приготовленным раствором. Стаканчик закрывают крышкой и выдерживают в течение 1 ч при температуре воздуха (20 ± 5) °С.

Запах определяют органолептически на уровне края стаканчика сразу же после открывания крышки.

7.3 Тест на натрий-ион

Метод основан на качественном определении натрий-ионов по образованию желтого осадка с раствором уранилацетатцинка или по окрашиванию бесцветного пламени в желтый цвет.

7.3.1 Средства измерений, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,01 г.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Пипетки 2-2-1-5(10) по ГОСТ 29227.

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

Пробирки П 2-21-70 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)-100 по ГОСТ 1770.

Палочка стеклянная.

Проволока платиновая по ГОСТ 18389.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.
Кислота уксусная по ГОСТ 61, ч.
Уранилацетат цинка, ч.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, ч.
7.3.2 Отбор проб — по 7.1.
7.3.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.3.4 Подготовка к испытанию

7.3.4.1 Приготовление раствора уксусной кислоты в соотношении (1:5)

Раствор уксусной кислоты в соотношении (1:5) готовят разбавлением по объему уксусной кислоты массовой долей 99,5 % (одна часть) дистиллированной водой (пять частей).

7.3.4.2 Приготовление раствора уранилацетата цинка массовой долей 5 %

Навеску уранилацетата цинка массой 2,5 г растворяют при нагревании в 42,5 см^3 дистиллированной воды и 5 см^3 разбавленной уксусной кислоты по 7.3.4.1.

7.3.4.3 Приготовление раствора соляной кислоты в соотношении (1:5)

Раствор соляной кислоты в соотношении (1:5) готовят разбавлением по объему соляной кислоты массовой долей не менее 35 % (одна часть) дистиллированной водой (пять частей).

7.3.5 Проведение испытания

Способ 1. Навеску пробы массой от 1,0 до 1,5 г растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды. К 5 см^3 раствора добавляют пипеткой от 1 до 2 см^3 разбавленной уксусной кислоты по 7.3.4.1, если необходимо, фильтруют, затем добавляют пипеткой 1 см^3 раствора уранилацетата цинка. Образование желтого кристаллического осадка подтверждает присутствие в растворе ионов натрия.

Способ 2. Кристаллы пищевых монофосфатов натрия, смоченные разбавленной соляной кислотой по 7.3.4.3, при внесении на платиновой проволоке в бесцветное пламя должны окрашивать пламя в желтый цвет. Окрашивание бесцветного пламени в желтый цвет подтверждает присутствие ионов натрия.

7.4 Тесты на фосфат-ионы

Методы основаны на качественном определении фосфат-ионов.

7.4.1 Тест на фосфат-ион ($H_2PO_4^-$)

Метод основан на качественном определении фосфат-ионов по образованию желтого осадка с раствором азотнокислого серебра.

7.4.1.1 Средства измерений, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,01 г.
Пипетки 2-2-1-5(10) по ГОСТ 29227.
Стакан В(Н)-1-250 ТС(ТСХ) по ГОСТ 25336.
Пробирки П 2-21-70 по ГОСТ 25336.
Цилиндр 1(3)-100 по ГОСТ 1770.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, ч.
Кислота азотная по ГОСТ 4461, ч.
7.4.1.2 Отбор проб — по 7.1.
7.4.1.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.
7.4.1.4 Подготовка к испытанию

Раствор азотной кислоты массовой долей 10 % , плотностью 1,055 г/см^3 готовят по ГОСТ 4517.

Раствор азотнокислого серебра массовой долей 4,2 % готовят растворением 4,2 г азотнокислого серебра в 95,8 см^3 дистиллированной воды, подкисленной пятью каплями азотной кислоты; хранят в емкости из темного стекла.

7.4.1.5 Проведение испытания

Навеску пробы массой от 1,0 до 1,5 г растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды. К 5 см^3 раствора добавляют пипеткой 1 см^3 раствора азотнокислого серебра. К образовавшемуся осадку желтого цвета добавляют от 1,6 до 2,0 см^3 разбавленной азотной кислоты по 7.4.1.4 до полного его растворения, что свидетельствует о наличии $H_2PO_4^-$-ионов.

7.4.2 Тест на фосфат-ион (PO_4^{3-})

Метод основан на качественном определении фосфат-ионов по образованию яркого светло-желтого осадка с раствором молибденовокислого аммония.

7.4.2.1 Средства измерений, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,01 г.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Пипетки 2-2-1-5(10) по ГОСТ 29227.

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

Пробирки П 2-21-70 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)-100 по ГОСТ 1770.

Палочка стеклянная.

Кислота молибденовая, ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.

7.4.2.2 Отбор проб — по 7.1.

7.4.2.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.4.2.4 Подготовка к испытанию

Навеску тонко измельченной в порошок молибденовой кислоты (85 %) массой 6,5 г, взвешенную до второго десятичного знака, растворяют в смеси 14 $см^3$ дистиллированной воды и 14,5 $см^3$ раствора аммиака массовой долей 10 %, приготовленного по ГОСТ 4517. Раствор охлаждают до комнатной температуры и медленно добавляют при перемешивании к смеси 40 $см^3$ дистиллированной воды и 32 $см^3$ азотной кислоты. Раствор хранят в темном месте. Если во время хранения образуется осадок, то для анализа используют только раствор над осадком.

7.4.2.5 Проведение испытания

Навеску пробы массой от 1,0 до 1,5 г растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды. К 5 $см^3$ раствора добавляют пипеткой от 1 до 2 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, 5 $см^3$ молибденовокислого аммония и нагревают. Образование осадка яркого светло-желтого «канареечного» цвета подтверждает присутствие в растворе PO_4^{3-} -ионов.

7.4.3 Тест на фосфат-ионы (HPO_4^{2-}, PO_4^{3-})

Метод основан на качественном определении фосфат-ионов по образованию желтого осадка с раствором азотнокислого серебра.

7.4.3.1 Средства измерений, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,01 г.

Пипетки 2-2-1-5(10) по ГОСТ 29227.

Пробирки П 2-21-70 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)-100 по ГОСТ 1770.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, ч.

7.4.3.2 Отбор проб — по 7.1.

7.4.3.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.4.3.4 Подготовка к испытанию

Приготовление раствора азотнокислого серебра — по 7.4.1.4.

Раствор уксусной кислоты в соотношении (1:16) готовят разбавлением по объему уксусной кислоты массовой долей 99,5 % (одна часть) дистиллированной водой (16 частей).

7.4.3.5 Проведение испытания

Навеску пробы массой от 1,0 до 1,5 г растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды. Затем 5 $см^3$ полученного раствора подкисляют раствором разбавленной уксусной кислоты по 7.4.4.4 и добавляют пипеткой 1 $см^3$ раствора азотнокислого серебра. Образование осадка желтого цвета свидетельствует о наличии HPO_4^{2-}, PO_4^{3-} -ионов.

7.5 Тест на свободную ортофосфорную кислоту и ее двузамещенную натриевую соль

Метод основан на определении наличия свободной ортофосфорной кислоты и ее двузамещенной натриевой соли титрованием в присутствии индикатора метилового оранжевого.

7.5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,01 г.

Цилиндр 1(3)-100 по ГОСТ 1770.

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

Бюретка 1-2-50-0,1 по ГОСТ 29251.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.

Метиловый оранжевый (индикатор).

7.5.2 Отбор проб — по 7.1.

7.5.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.5.4 Подготовка к испытанию

7.5.4.1 Раствор молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1.

7.5.4.2 Раствор молярной концентрации c (H_2SO_4) = 1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1.

7.5.4.3 Водный раствор метилового оранжевого с массовой долей 0,1 % готовят по ГОСТ 4919.1.

7.5.5 Проведение испытания

Навеску пробы массой от 1,5 до 2,0 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, растворяют в 40 см^3 дистиллированной воды и титруют раствором гидроокиси натрия (не более 0,3 см^3) или соответственно раствором серной кислоты (не более 0,3 см^3). Переход окраски раствора от красной до оранжевой или соответственно от желтой до оранжевой в присутствии метилового оранжевого свидетельствует о том, что пищевая добавка Е339(i) выдерживает испытание на наличие свободной ортофосфорной кислоты и ее двузамещенной натриевой соли.

7.6 Определение массовой доли основного вещества

Метод основан на потенциометрическом титровании растворов пищевого монофосфата натрия в интервале pH от 4,4 до 9,2.

7.6.1 Средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы

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

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0001 г.

Мешалка магнитная.

Цилиндр мерный 1-100-1 по ГОСТ 1770.

Стакан В(Н)-1-100 (150,250) ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Бюретка 1-2-50-0,1 по ГОСТ 29251.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.

Натрий фосфорнокислый однозамещенный 2-водный по ГОСТ 245, ч.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, ч.

Тимолфталеин (индикатор).

Метиловый оранжевый (индикатор).

Фенолфталеин (индикатор).

7.6.2 Отбор проб — по 7.1.

7.6.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.6.4 Определение массовой доли основного вещества пищевого монофосфата натрия Е339(i)

7.6.4.1 Подготовка к испытанию

Раствор молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1.

Спиртовой раствор с массовой долей тимолфталеина 0,1 % готовят по ГОСТ 4919.1.

7.6.4.2 Проведение испытания

Навеску пробы массой 4 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в стакан вместимостью 150 см^3, растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды и титруют из бюретки при перемешивании раствора магнитной мешалкой раствором гидроокиси натрия до pH 9,2. Измерение pH производят при температуре (20,0 ± 0,5) °С на pH-метре в соответствии с инструкцией к прибору.

Допускается проводить определение с индикацией эквивалентной точки по тимолфталеину.

7.6.4.3 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества пищевого монофосфата натрия Е339(i), X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{VM \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где V — объем c (NaOH) = 1 моль/дм³ раствора, израсходованный на титрование пробы до pH 9,2, см³;

M — масса пищевого монофосфата натрия, соответствующая 1 см³ c (NaOH) = 1 моль/дм³ раствора, г; M (NaH_2PO_4) = 0,1200 г, M ($NaH_2PO_4 \cdot H_2O$) = 0,1380 г, M ($NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$) = 0,1560 г;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса навески пробы, г.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не должен превышать 0,2 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не должен превышать 0,4 %.

Границы абсолютной погрешности метода измерений пищевого монофосфата натрия Е339(i) ± 0,3 % при P = 95 %.

7.6.5 Определение массовой доли основного вещества пищевого монофосфата натрия Е339(ii)

7.6.5.1 Подготовка к испытанию

Раствор молярной концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм³ готовят по ГОСТ 25794.1.

Водный раствор с массовой долей метилового оранжевого 0,1 % готовят по ГОСТ 4919.1.

7.6.5.2 Проведение испытания

Навеску пробы массой 1,5 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в стакан вместимостью 250 см³, растворяют в 100 см³ дистиллированной воды и титруют из бюретки при перемешивании раствора магнитной мешалкой раствором соляной кислоты до pH 4,4. Измерение pH проводят при температуре (20,0 ± 0,5) °С pH-метром в соответствии с инструкцией к прибору.

Допускается проводить определение с индикацией эквивалентной точки по метиловому оранжевому с применением раствора сравнения, содержащего в 100 см³ дистиллированной воды 2 г двуводного однозамещенного фосфорнокислого натрия и 2-3 капли раствора метилового оранжевого.

7.6.5.3 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества пищевого монофосфата натрия Е339(ii) X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{VM \cdot 100}{m}, \quad (2)$$

где V — объем c (HCl) = 0,5 моль/дм³ раствора, израсходованный на титрование пробы до pH 4,4, см³;

M — масса пищевого монофосфата натрия, соответствующая 1 см³ c (HCl) = 0,5 моль/дм³ раствора, г; M(Na_2HPO_4) = 0,0710 г, M($Na_2HPO_4 \cdot H_2O$) = 0,0890 г, M($Na_2HPO_4 \cdot 7H_2O$) = 0,1340 г, M($Na_2HPO_4 \times 12H_2O$) = 0,1791 г;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса навески пробы, г.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не должен превышать 0,2 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не должен превышать 0,4 %.

Границы абсолютной погрешности метода измерений основного вещества пищевого монофосфата натрия Е339(ii) ± 0,3 % при P = 95 %.

7.6.6 Определение массовой доли основного вещества пищевого монофосфата натрия Е339(iii)

7.6.6.1 Подготовка к испытанию

Раствор молярной концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1.

Раствор молярной концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1.

Водный раствор с массовой долей метилового оранжевого 0,1 % готовят по ГОСТ 4919.1.

Спиртовой раствор с массовой долей фенолфталеина 0,1 % готовят по ГОСТ 4919.1.

7.6.6.2 Проведение испытания

Навеску пробы массой 2 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в стакан вместимостью 100 см^3, растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды и титруют при перемешивании раствора магнитной мешалкой, сначала раствором соляной кислоты до pH 4,4, а затем — раствором гидроокиси натрия до pH 9,2. Измерение pH проводят при температуре (20,0 ± 0,5) °С pH-метром в соответствии с инструкцией к прибору.

Удвоенный объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование до pH 9,2, сравнивают с объемом раствора соляной кислоты, израсходованным на титрование до pH 4,4. По меньшему из этих объемов вычисляют содержание монофосфата натрия.

Допускается проводить определение с индикацией первой эквивалентной точки по метиловому оранжевому, второй — по фенолфталеину. При этом перед титрованием по фенолфталеину к анализируемому раствору прибавляют 4 г хлористого натрия.

7.6.6.3 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества пищевого монофосфата натрия Е339(iii) X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{VM \cdot 100}{m} \qquad (3)$$

или

$$X_3 = \frac{2V_1M \cdot 100}{m}, \qquad (4)$$

где V — объем c (HCl) = 0,5 моль/дм^3 раствора, израсходованный на титрование пробы до pH 4,4;

M — масса пищевого монофосфата натрия, соответствующая 1 см^3 раствора соляной кислоты или гидроокиси натрия концентрации точно 0,5 моль/дм^3, г; $M(Na_3PO_4)$ = 0,040985 г, $M(Na_3PO_4 \times 0{,}5H_2O)$ = 0,04324 г, $M(Na_3PO_4 \cdot H_2O)$ = 0,4549 г, $M(Na_3PO_4 \cdot 12H_2O)$ = 0,09503 г;

$2V_1$ — удвоенный объем точно c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3 раствора, израсходованный на титрование пробы до pH 9,2, см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса навески пробы, г.

Если объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, больше удвоенного объема раствора гидроокиси натрия, то анализируемый пищевой монофосфат натрия содержит свободную щелочь.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не должен превышать 0,6 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не должен превышать 0,8 %.

Границы абсолютной погрешности метода измерений основного вещества пищевого монофосфата натрия Е339(iii) ± 0,6 % при P = 95 %.

7.7 Определение массовой доли общей пятиокиси фосфора

Метод определения массовой доли общей пятиокиси фосфора проводится с целью идентификации пищевых монофосфатов натрия Е339(i), Е339(ii) и Е339(iii).

7.7.1 Экстракционно-фотометрический метод

Метод основан на экстракции пищевых монофосфатов натрия в виде фосфорномолибденового аммония смесью органических растворителей и последующем фотометрическом измерении оптической плотности растворов.

7.7.1.1 Средства измерений и реактивы

Колориметр фотоэлектрический со светофильтром с максимумом пропускания при длине волны (630 ± 10) нм и кюветами с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,00001 г.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения от 0 °С до 50 °С , ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498.

Колбы 2-50-2, 2-100-2, 2-500-2, 2-1000-2, 2-2000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2-2-1, 2-2-2, 2-2-5, 2-2-10, 2-2-25 по ГОСТ 29169.

Бюретка 1-1-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

Секундомер 2-го класса точности с емкостью шкалы счетчика 30 мин, с ценой деления 0,20 с.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, ч.

Спирт этиловый по ГОСТ Р 51652.

Олово двухлористое 2-водное по документу, в соответствии с которым оно изготовлено и может быть идентифицировано.

Глицерин по ГОСТ 6259, ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.

Спирт изобутиловый по ГОСТ 6016, ч.

Толуол по ГОСТ 5789,ч. д. а.

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

7.7.1.2 Отбор проб — по 7.1.

7.7.1.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.7.1.4 Подготовка к испытанию

а) Приготовление раствора серной кислоты

Раствор молярной концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,7 моль/дм^3 готовят следующим образом: к 980 см^3 этилового спирта массовой долей 99,5 % и плотностью 0,789 г/см^3 , приготовленный по ГОСТ 4517, осторожно добавляют 20 см^3 серной кислоты плотностью 1,84 г/см^3.

б) Приготовление раствора молибденовокислого аммония

Навеску молибденовокислого аммония массой 100 г с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака растворяют в 800 см^3 серной кислоты молярной концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 10 моль/дм^3 , доводят объем раствора дистиллированной водой до 2000 см^3. Раствор хранят в склянке из темного стекла с притертой пробкой и применяют через трое суток после его приготовления.

в) Приготовление раствора двухлористого олова

Навеску двухлористого олова массой 0,2 г с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака растворяют в смеси 50 см^3 глицерина и 50 см^3 этилового спирта. Раствор хранят при комнатной температуре и используют в течение семи суток.

г) Приготовление стандартного раствора фосфата с содержанием 0,1 мг пятиокиси фосфора в 1 см^3

Навеску фосфорнокислого однозамещенного калия массой 1,9175 г с записью взвешивания до четвертого десятичного знака растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки и перемешивают. Пипеткой отбирают 10 см^3 полученного раствора в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

д) Приготовление раствора сравнения

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 наливают 20 см^3 дистиллированной воды, добавляют 25 см^3 смеси растворителей, приготовленной смешиванием 12,5 см^3 изобутилового спирта и 12,5 см^3 толуола, 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония и энергично перемешивают в течение 15 с. Затем после отстаивания и разделения слоев отбирают пипеткой 5 см^3 верхнего органического слоя в мерную колбу вместимостью 50 см^3, разбавляют раствором серной кислоты, приготовленным по 7.7.1.4 а), до объема приблизительно 45 см^3, добавляют 1 см^3 раствора двухлористого олова, доводят объем серной кислотой до метки и перемешивают.

е) Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см^3 стандартного раствора монофосфата, что соответствует 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6 мг пятиокиси фосфора, разбавляют водой до объема приблизительно 20 см^3, добавляют 25 см^3 смеси растворителей, приготовленной смешиванием 12,5 см^3 изобутилового спирта и 12,5 см^3 толуола, 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония и немедленно энергично перемешивают в течение 15 с. Затем после отстаивания и разделения слоев отбирают

пипеткой аликвотные части по 5 см^3 верхнего органического слоя, что соответствует 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,12 мг пятиокиси фосфора, в мерные колбы вместимостью 50 см^3, разбавляют раствором серной кислоты, приготовленным по 7.7.1.4 а), до объема приблизительно 45 см^3, добавляют 1 см^3 раствора двухлористого олова, доводят объем серной кислотой до метки и перемешивают.

Измерение оптической плотности приготовленных растворов проводят по отношению к раствору сравнения, приготовленному одновременно в тех же условиях, в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм при длине волны 630 нм.

По усредненным результатам двух параллельных определений строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массы пятиокиси фосфора в миллиграммах, по оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

Градуировочный график периодически (один раз в 10 дней) уточняют по трем основным точкам.

7.7.1.5 Проведение испытания

Навеску пробы массой от 0,04 до 0,05 г с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака растворяют в дистиллированной воде при температуре (20 ± 1) °С в мерной колбе вместимостью 500 см^3, доводят до метки и перемешивают. Пипеткой отбирают 10 см^3 полученного раствора в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Далее приготовление раствора для испытания проводят по 7.7.1.4 д).

Измерение оптической плотности анализируемого раствора проводят в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм при длине волны 630 нм.

Массу пищевого монофосфата натрия в аликвотной части в пересчете на пятиокись фосфора определяют по градуировочному графику.

7.7.1.6 Обработка результатов

Массовую долю общей пятиокиси фосфора (безводная форма) X_4, %, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot 500 \cdot 25 \cdot 100}{1000 \cdot 10 \cdot 5m} = \frac{m_1 \cdot 25}{m}, \quad (5)$$

где m_1 — масса пищевого монофосфата натрия в пересчете на пятиокись фосфора в аликвотной части раствора, найденная по градуировочному графику, мг;

500 — вместимость мерной колбы, см^3;

25 — объем смеси растворителей (изобутилового спирта и толуола), см^3;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

1000 — коэффициент пересчета содержания пищевых монофосфатов натрия в пересчете на пятиокись фосфора из миллиграммов в граммы;

10 — объем растворенного пищевого монофосфата натрия, взятый на испытание, см^3;

5 — аликвотная часть органического слоя, взятая на разведение по 7.7.1.4 д);

m — масса навески пробы, г.

Вычисления проводят с записью результата до третьего десятичного знака.

Окончательный результат округляют до второго десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не должен превышать 0,15 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не должен превышать 0,30 %.

Границы абсолютной погрешности метода измерений массовой доли общей пятиокиси фосфора пищевых монофосфатов натрия ± 0,20 % при P = 95 %.

7.7.2 Потенциометрический метод — по ГОСТ Р 52824.

7.7.3 Фотоколориметрический метод — по ГОСТ Р 52824.

7.8 Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

Метод основан на растворении пищевых монофосфатов натрия в воде при определенных условиях и определении массовой доли нерастворимых в воде веществ.

7.8.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы

Тигель фильтрующий типа ТФ ПОР 16 по ГОСТ 25336.

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

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,00001 г.

Цилиндр мерный 1-100-1 по ГОСТ 1770.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.8.2 Отбор проб — по 7.1.

7.8.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.8.4 Проведение испытания

Навеску пробы массой 10 г с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 100 см^3 горячей дистиллированной воды. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы (масса между последними двумя взвешиваниями не должна превышать 0,0002 г). Нерастворимый остаток на фильтре промывают горячей водой, высушивают в сушильном шкафу при температуре от 100 °С до 110 °С в течение 2 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают (разница между результатами двух последних взвешиваний не должна превышать 0,0002 г).

7.8.5 Обработка результатов

Массовую долю нерастворимых в воде веществ X_5, %, вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{(m_1 - m_2)100}{m}, \qquad (6)$$

где m_1 — масса фильтрующего тигля с осадком нерастворимых веществ после высушивания, г;

m_2 — масса фильтрующего тигля, г;

m — масса навески, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты.

Вычисления проводят с записью результата до третьего десятичного знака.

Окончательный результат записывают с точностью до второго десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не должен превышать 0,02 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не должен превышать 0,04 %.

Границы абсолютной погрешности измерений метода массовой доли нерастворимых в воде веществ ± 0,03 % при P = 95 %.

7.9 Определение pH водного раствора

Метод основан на определении показателя активности ионов водорода растворов пищевых монофосфатов натрия с массовой долей 1 % путем измерения pH при помощи pH-метра со стеклянным электродом.

7.9.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы

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

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,01 г.

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

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

Палочка стеклянная оплавленная.

Цилиндр мерный 1-100-1 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.9.2 Отбор проб — по 7.1.

7.9.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.9.4 Проведение испытания

Навеску пробы массой 1,0 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 100 см^3 горячей дистиллированной воды, не содержащей углекислоты и приготовленной по ГОСТ 4517, тщательно перемешивают, погружают электроды pH-метра в раствор и измеряют pH раствора при (20,0 ± 0,5) °С.

Показания pH-метра определяют в соответствии с инструкцией к прибору.

7.9.5 Обработка результатов измерений

Результаты измерений записывают до второго десятичного знака.

За окончательный результат определения pH принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, округленных до первого десятичного знака.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не должен превышать 0,1 ед. pH.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не должен превышать 0,2 ед. pH.

Границы абсолютной погрешности метода измерений pH ± 0,1 ед. pH при P = 95 %.

7.10 Определение массовой доли потерь при высушивании

Метод основан на способности пищевых монофосфатов натрия E339(i) и E339(ii), помещенных в сушильный шкаф, освобождаться от летучих веществ при температуре от 40 °С до 105 °С. Массовую долю потерь определяют по разности в массе навески пищевого монофосфата натрия до и после высушивания.

7.10.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование

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

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

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0001 г.

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336.

Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильник по ГОСТ 27752.

Стаканчик СН 45/13 по ГОСТ 25336.

7.10.2 Отбор проб — по 7.1.

7.10.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.10.4 Проведение испытания для E339(i)

Чистый пустой стаканчик для взвешивания сушат вместе с крышкой в открытом виде при температуре от 100 °С до 105 °С в сушильном шкафу до постоянной массы.

Навеску пробы массой от 1 до 2 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в открытом виде вместе с крышкой в сушильный шкаф и сушат при температуре 60 °С в течение 1 ч, затем при 105 °С в течение 4 ч. После этого стаканчик быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

7.10.5 Проведение испытания для E339(ii)

Чистый пустой стаканчик для взвешивания сушат вместе с крышкой в открытом виде при температуре от 100 °С до 105 °С в сушильном шкафу в течение 30 мин, затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака. Высушивание до постоянной массы проводят до тех пор, пока разница между результатами двух параллельных определений не превысит 0,001 г.

Взвешивают в стаканчике пробу массой от 1 до 2 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака, помещают в открытом виде вместе с крышкой в сушильный шкаф и сушат при температуре 40 °С в течение 3 ч, затем при 105 °С в течение 5 ч. После этого стаканчик быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

7.10.6 Обработка результатов

7.10.6.1 Массовую долю потерь при высушивании пищевых монофосфатов натрия E339(i) $X_б$, %, вычисляют по формуле

$$X_б = \frac{(m - m_1)100}{m - m_2}, \quad (7)$$

где m — масса сухого стаканчика с навеской пробы до высушивания, г;

m_1 — масса стаканчика с пробой после высушивания, г;

m_2 — масса сухого стаканчика, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

Окончательный результат записывают с точностью до первого десятичного знака.

7.10.6.2 За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение $X_{б_{ср}}$, %, двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{X_{б_1} - X_{б_2}}{X_{б_{ср}}} 100 \le r, \quad (8)$$

где $X_{б_1}$, $X_{б_2}$ — результаты испытаний двух параллельных измерений массовой доли потерь при высушивании, %;

$X_{б_{ср}}$ — среднее значение двух параллельных измерений массовой доли потерь при высушивании, %;

r — значение предела повторяемости, приведенное в таблице 6.

Результат анализа представляют в виде:

$$X_{б_{ср}} \pm 0{,}01\delta X_{б_{ср}}, \text{ при } P = 0{,}95, \quad (9)$$

где $X_{б_{ср}}$ — среднеарифметическое значение результатов двух определений, признанных приемлемыми, %;

δ — границы относительной погрешности измерений, %.

Предел повторяемости r и воспроизводимости R, а также показатель точности δ для диапазона измерений, в соответствии с таблицей 3, массовой доли потерь при высушивании приведены в таблице 6.

Таблица 6

Предел повторяемости r, % отн., при $P = 0{,}95$, $n = 2$	Предел воспроизводимости R, % отн., при $P = 0{,}95$, $m = 2$	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\ \delta$, %, при $P = 0{,}95$
5,0	7,5	5,0

7.11 Определение массовой доли потерь при прокаливании

Метод основан на способности пищевых монофосфатов натрия Е 339(iii), помещенных в муфельную печь, освобождаться от летучих веществ при температуре от 120 °С до 800 °С. Массовую долю потерь определяют по разности в массе навески пищевого монофосфата натрия до и после прокаливания.

7.11.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование

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

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

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

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0001 г.

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336.

Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильник по ГОСТ 27752.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.

7.11.2 Отбор проб — по 7.1.

7.11.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.11.4 Проведение испытания

Чистый пустой тигель для взвешивания сушат вместе с крышкой в открытом виде при температуре от 100 °С до 105 °С в сушильном шкафу до постоянной массы.

Навеску пробы массой от 1 до 2 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в открытом виде вместе с крышкой в муфельную печь и прокаливают при температуре 120 °С в течение 2 ч, затем при 800 °С в течение 30 мин. После этого тигель быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

7.11.5 Обработка результатов

7.11.5.1 Массовую долю потерь при прокаливании пищевых монофосфатов натрия Е339(iii) X_7, %, вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{(m - m_1)100}{m - m_2}, \quad (10)$$

где m — масса сухого тигля с навеской пробы до прокаливания, г;

m_1 — масса тигля с пробой после прокаливания, г;

m_2 — масса сухого тигля, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

Окончательный результат записывают с точностью до первого десятичного знака.

7.11.5.2 За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение $X_{7_{ср}}$, %, двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{X_{7_1} - X_{7_2}}{X_{7_{ср}}} 100 \le r, \quad (11)$$

где X_{7_1}, X_{7_2} — результаты испытаний двух параллельных измерений массовой доли потерь при прокаливании, %;

$X_{7_{ср}}$ — среднее значение двух параллельных измерений массовой доли потерь при прокаливании, %;

r — значение предела повторяемости, приведенное в таблице 6.

Результат анализа представляют в виде:

$$X_{7_{ср}} \pm 0{,}01\,\delta X_{7_{ср}}, \text{ при } P = 0.95, \quad (12)$$

где $X_{7_{ср}}$ — среднеарифметическое значение результатов двух определений, признанных приемлемыми, %;

δ — границы относительной погрешности измерений, %.

Пределы повторяемости r и воспроизводимости R, а также показатель точности δ для диапазона измерений, в соответствии с таблицей 3, массовой доли потерь при прокаливании приведены в таблице 6.

7.12 Определение массовой доли фторидов

7.12.1 Отбор проб — по 7.1.

7.12.2 Условия проведения испытания — по 7.2.3.

7.12.3 Определение массовой доли фторидов — по ГОСТ 8515 (см. 3.9).

7.13 Определение массовой доли мышьяка

7.13.1 Отбор проб — по 7.1.

7.13.2 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.13.3 Определение массовой доли мышьяка — по ГОСТ 26930, ГОСТ Р 51766 или ГОСТ 10485.

7.14 Определение массовой доли свинца

7.14.1 Отбор проб — по 7.1.

7.14.2 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.14.3 Определение массовой доли свинца — по ГОСТ 26932.

8 Транспортирование и хранение

8.1 Пищевые монофосфаты натрия транспортируют в крытых транспортных средствах всеми видами транспорта в соответствии с правилами транспортирования грузов, действующими на соответствующих видах транспорта.

8.2 Пищевые монофосфаты натрия хранят в упаковке изготовителя в сухом прохладном месте в крытых складских помещениях.

8.3 Срок хранения пищевых монофосфатов натрия — не более двух лет со дня изготовления.

9 Рекомендации по применению

9.1 Пищевую добавку Е339 используют в качестве регулятора кислотности, стабилизатора окраски, стабилизатора консистенции, эмульгатора, комплексообразователя, текстуратора и влагоудерживающего агента при производстве хлебобулочных и мучных кондитерских изделий, ликероводочных изделий, продукции мясной, рыбной, масложировой, консервной и молочной промышленности.

9.2 Пищевую добавку Е339 применяют в соответствии с нормативными правовыми актами Российской Федерации*.

---

* До введения соответствующих нормативных правовых актов Российской Федерации — нормативными документами федеральных органов исполнительной власти [1].

Библиография

[1] СанПиН 2.3.2.1293—2003 Гигиенические требования по применению пищевых добавок

УДК 663.05:661.635.5:661.833:006.354 ОКС 67.220.20 Л14 ОКП 91 4551
91 4553
91 4554
91 4555
91 5423

Ключевые слова: пищевая добавка, фосфаты натрия Е339, классификация, показатели качества и безопасности, упаковка, маркировка, правила приемки, методы испытаний, транспортирование и хранение, рекомендации по применению

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 07.07.2008. Подписано в печать 12.08.2008. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,60. Тираж 400 экз. Зак. 1009.

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

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

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru