МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32746— 2014

Добавки пищевые

КИСЛОТА ПРОПИОНОВАЯ Е280

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

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

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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 мая 2014 г. № 67-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 июля 2014 г. № 807-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32746—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 В настоящем стандарте учтены требования Единого стандарта на пищевые добавки Комиссии Кодекса Алиментариус CODEX STAN 192—1995 «General Standard for Food Additives» (пункт 3.4) в части Спецификации на пищевую добавку Е280 Единого свода спецификаций пищевых добавок Объединенного экспертного комитета по пищевым добавкам ФАО/ВОЗ «Combined compendium of food additive specification JECFA. Volume 4»

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартинформ, 2015

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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Технические требования . . . 3
3.1 Характеристики . . . 3
3.2 Требования к сырью . . . 4
3.3 Упаковка . . . 4
3.4 Маркировка . . . 4
4 Требования безопасности . . . 4
5 Правила приемки . . . 5
6 Методы контроля . . . 6
6.1 Отбор и подготовка проб . . . 6
6.2 Определение органолептических показателей . . . 7
6.3 Тест на растворимость . . . 7
6.4 Определение относительной плотности . . . 7
6.5 Определение массовой доли основного вещества . . . 8
6.6 Определение температурных пределов перегонки . . . 9
6.7 Определение массовой доли нелетучего остатка . . . 9
6.8 Определение массовой доли альдегидов . . . 11
6.9 Определение массовой доли муравьиной кислоты . . . 11
6.10 Определение токсичных элементов . . . 13
7 Транспортирование и хранение . . . 13
Библиография . . . 14

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Добавки пищевые

КИСЛОТА ПРОПИОНОВАЯ Е280

Технические условия

Food additives. Propionic acid E280. Specifications

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку пропионовую кислоту Е280 (далее — пищевая пропионовая кислота), предназначенную для использования в пищевой промышленности как консервант пищевых продуктов.

Требования, обеспечивающие безопасность пищевой пропионовой кислоты, изложены в 3.1.6, требования к качеству — в 3.1.4, 3.1.5, к маркировке — в 3.4.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.579—2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к количеству фасованных товаров в упаковках любого вида при их производстве, расфасовке, продаже и импорте

ГОСТ 12.0.004—90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.2.007.0—75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

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

ГОСТ 12.4.011—89 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация

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

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

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

ГОСТ 199—78 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 902—76 Натрия бисульфит технический (водный раствор). Технические условия

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

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4109—79 Реактивы. Бром. Технические условия

ГОСТ 4159—79 Реактивы. Йод. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 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 6341—75 Реактивы. Кислота янтарная. Технические условия

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 13950—91 Бочки стальные сварные и закатные с гофрами на корпусе. Технические условия

ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов

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

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

ГОСТ 18995.1—73 Продукты химические жидкие. Методы определения плотности

ГОСТ 18995.7—73 Продукты химические жидкие. Методы определения температурных пределов перегонки

ГОСТ 19433—88 Грузы опасные. Классификация и маркировка

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 25070—2013 Этилен. Технические условия

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

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

ГОСТ 26319—84 Грузы опасные. Упаковка

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

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

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

ГОСТ 27068—86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

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

---

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

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

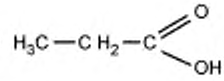
3 Технические требования

3.1 Характеристики

3.1.1 Пищевая добавка Е280 представляет собой пропионовую кислоту.

Химическое название — пропановая кислота.

Формулы: эмпирическая $C_3H_6O_2$;

структурная 

Молекулярная масса — 74,08 а. е. м.

3.1.2 Пищевую пропионовую кислоту вырабатывают в соответствии с требованиями [1], [2] и настоящего стандарта и применяют в пищевых продуктах в соответствии с требованиями [1] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.1.3 Пищевая пропионовая кислота смешивается с водой и этиловым спиртом в любых соотношениях.

3.1.4 По органолептическим показателям пищевая пропионовая кислота должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Характеристика показателя
Внешний вид и цвет	Маслянистая жидкость, бесцветная или бледно-желтого цвета
Запах	Резкий, раздражающий, характерный для пропионовой кислоты

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

Таблица 2

Наименование показателя	Характеристика (значение показателя)
Тест на растворимость	Выдерживает испытание
Относительная плотность ρ_{20}^{20} при температуре 20 °С	От 0,993 до 0,997
Массовая доля основного вещества, %, не менее	99,5*
Температурные пределы перегонки: температура начала перегонки $t_{нн}$, °С, не менее температура конца перегонки $t_{мк}$, °С, не более	 138,5 142,5
Массовая доля нелетучего остатка, %, не более	0,01
Массовая доля альдегидов (в пересчете на пропионовый альдегид), %, не более	0,2
Массовая доля муравьиной кислоты, %, не более	0,1

* В соответствии с [1] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.1.6 Содержание токсичных элементов (мышьяк, свинец, ртуть) в пищевой пропионовой кислоте не должно превышать норм, установленных [1] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.2 Требования к сырью

3.2.1 Для производства пищевой пропионовой кислоты используют следующее сырье:

- этилен по ГОСТ 25070;
- никеля карбонил;
- углерода оксид (монооксид углерода);
- вода питьевая.

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

3.3 Упаковка

3.3.1 Пищевая пропионовая кислота в соответствии с ГОСТ 19433 относится к классу 8, подклассу 8.1 опасных грузов (едкие и (или) коррозионные вещества, обладающие кислотными свойствами) и классу 3, подклассу 3.3 (легковоспламеняющиеся жидкости с температурой вспышки не менее 23 °С, но не более 61 °С в закрытом тигле), степень опасности 3 — низкая.

3.3.2 Пищевую пропионовую кислоту разливают в стальные узкогорлые бочки типа 1А1 по ГОСТ 26319, полимерные узкогорлые бочки типа 1Н1, полимерные узкогорлые канистры типа 3Н1, широкогорлые типа 3Н2 по ГОСТ 26319, стальные бочки по ГОСТ 13950 и другие виды транспортной упаковки, соответствующие требованиям ГОСТ 19433 и ГОСТ 26319 для упаковки и транспортирования опасных грузов, обеспечивающие сохранность пищевой пропионовой кислоты при хранении и транспортировании и изготовленные из материалов, соответствующих требованиям, установленным [3] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.3.3 Бочки, канистры и другие виды транспортной упаковки должны быть заполнены пищевой пропионовой кислотой не более чем на 95 %.

3.3.4 Канистры, бочки и другие виды транспортной упаковки с пищевой пропионовой кислотой упаковывают в соответствии с требованиями грузоперевозчика с использованием вспомогательных упаковочных средств (фиксаторов, амортизаторов), обеспечивающих сохранность продукции и целостность упаковки при транспортировании.

3.3.5 Отрицательное отклонение массы нетто пищевой пропионовой кислоты, фактически содержащейся в каждой упаковочной единице, от номинальной массы должно соответствовать требованиям ГОСТ 8.579 (таблицы А.1 и А.2).

3.3.6 Пищевую пропионовую кислоту, отправляемую в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, упаковывают по ГОСТ 15846 с учетом требований ГОСТ 26319.

3.4 Маркировка

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

3.4.2 Транспортная маркировка должна соответствовать требованиям, установленным [4] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт с нанесением манипуляционных знаков, указывающих на способ обращения с грузами — по ГОСТ 14192 и знаков опасности — по ГОСТ 19433.

На транспортную упаковку в соответствии с ГОСТ 19433 наносят основной знак опасности груза для класса 8, подкласса 8.1 и дополнительный знак опасности для класса 3, подкласса 3.3, классификационный шифр 8142, номер ООН 1993.

4 Требования безопасности

4.1 Пищевая пропионовая кислота не токсична, не оказывает мутагенного, канцерогенного и тератогенного действия, не обладает репродуктивной токсичностью. По степени воздействия на организм человека пропионовая кислота в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относится к веществам малоопасным — четвертому классу опасности.

4.2 Пропионовая кислота — легковоспламеняющаяся жидкость, температура вспышки 52 °С, температура воспламенения 61 °С, температура самовоспламенения 440 °С, нижний концентрацион-

ный предел распространения пламени 3,1 об. %, верхний концентрационный предел распространения пламени 12,9 об. %, нижний температурный предел распространения пламени 45 °С, верхний температурный предел распространения пламени 83 °С. Средства тушения: пены, газовые и порошковые составы, распыленная вода.

4.3 Пропионовая кислота — едкая жидкость, обладающая раздражающим действием при контакте с кожей и слизистыми оболочками, может вызывать ожоги. При работе с пропионовой кислотой необходимо использовать спецодежду, средства индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.011 и соблюдать правила личной гигиены.

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

4.5 Организация обучения безопасности труда работающих с пропионовой кислотой — по ГОСТ 12.0.004.

4.6 Помещения, в которых проводят работы с пищевой пропионовой кислотой, и помещения, где проводят работы с реактивами, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

4.7 Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.2.007.0.

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

4.9 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005. Предельно допустимая концентрация паров пропионовой кислоты в воздухе рабочей зоны — 20 мг/м^3.

5 Правила приемки

5.1 Пищевую пропионовую кислоту принимают партиями.

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

5.2 Для проверки соответствия пищевой пропионовой кислоты требованиям настоящего стандарта проводят приемо-сдаточные испытания по качеству упаковки, правильности нанесения маркировки, массе нетто, органолептическим и физико-химическим показателям и периодические испытания по показателям, обеспечивающим безопасность.

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

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

Таблица 3

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

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

5.5 Контроль массы нетто пищевой пропионовой кислоты в каждой упаковочной единице, попавшей в выборку, проводят по разности массы брутто и массы упаковочной единицы, освобожденной от содержимого. Предел допускаемых отрицательных отклонений от номинальной массы нетто пищевой пропионовой кислоты в каждой упаковочной единице — по 3.3.5.

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

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

5.6.2 Если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто пищевой пропионовой кислоты, больше или равно браковочному числу (см. таблицу 3), контроль проводят на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Партию принимают, если выполняются условия 5.6.1.

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

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

5.7.1 Для контроля органолептических и физико-химических показателей пищевой пропионовой кислоты из каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку (см. таблицу 3), проводят отбор мгновенных проб и составляют суммарную пробу по 6.1.

5.7.2 При получении неудовлетворительных результатов хотя бы по одному из органолептических или физико-химических показателей проводят повторные испытания по этому показателю на удвоенном объеме выборки от этой же партии.

Результаты повторных испытаний являются окончательными и распространяются на всю партию.

При повторном получении неудовлетворительных результатов испытаний партию бракуют.

5.7.3 Органолептические и физико-химические показатели пищевой пропионовой кислоты в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты испытаний распространяются только на пищевую пропионовую кислоту в этой упаковке.

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

6 Методы контроля

6.1 Отбор и подготовка проб

6.1.1 Для составления суммарной пробы пищевой пропионовой кислоты из разных мест каждой упаковочной единицы, отобранной по 5.3, отбирают мгновенные пробы равными порциями из верхнего, нижнего и среднего слоев. Объем мгновенной пробы должен быть не более 100 $см^3$. Объем мгновенной пробы и число мгновенных проб от каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку, должны быть одинаковыми.

6.1.2 Для отбора мгновенных проб используют пробоотборники, изготовленные из материалов, инертных по отношению к пищевой пропионовой кислоте.

6.1.3 Мгновенные пробы помещают в чистую, сухую стеклянную емкость и тщательно перемешивают.

Рекомендуемый объем полученной суммарной пробы должен быть не менее 1 $дм^3$.

6.1.4 Подготовленную суммарную пробу делят на две равные части, которые помещают в чистые, сухие, плотно закрывающиеся стеклянные емкости.

Емкость с первой частью суммарной пробы направляют в лабораторию для проведения анализов.

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

Рекомендуемый срок хранения пробы при температуре не более 30 °С — три года.

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

- полное наименование пищевой добавки и ее Е-номер;
- наименование и местоположение изготовителя;
- номер партии;
- масса нетто партии;
- число упаковочных единиц в партии;
- дата изготовления;
- дата отбора проб;
- срок хранения пробы;

- фамилии лиц, проводивших отбор данной пробы;
- обозначение настоящего стандарта.

6.2 Определение органолептических показателей

Метод основан на органолептической оценке внешнего вида, цвета и запаха пищевой пропионовой кислоты.

6.2.1 Посуда, реактивы

Цилиндры 1–10–1, 2(4)–25–2, 1–100–2 по ГОСТ 1770.

Пробирка П-2–25–14/23 по ГОСТ 1770.

Стакан В(Н)-1–250 ТХС по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение другой посуды, не уступающей вышеуказанной по метрологическим характеристикам и обеспечивающей необходимую точность измерения, а также реактивов по качеству не хуже вышеуказанных.

6.2.2 Отбор проб — по 6.1.

6.2.3 Условия проведения анализа

При проведении испытаний должны быть соблюдены следующие условия:

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

При работе с пищевой пропионовой кислотой и реактивами все анализы следует проводить в вытяжном шкафу.

6.2.4 Проведение анализа

6.2.4.1 Внешний вид и цвет пищевой пропионовой кислоты определяют просмотром 20 см^3 анализируемой пробы, помещенной в пробирку из бесцветного стекла с пришлифованной пробкой или цилиндр с пришлифованной пробкой.

При рассмотрении в проходящем свете по диаметру пробирки или цилиндра жидкость должна быть бесцветной или иметь окраску не интенсивнее бледно-желтой.

6.2.4.2 Для определения запаха анализируемую пробу пищевой пропионовой кислоты разбавляют дистиллированной водой в соотношении (1 : 20). Для этого в чистый, без постороннего запаха стакан вместимостью 250 см^3 вносят 5 см^3 пробы, 100 см^3 дистиллированной воды и перемешивают. Запах определяют органолептически на уровне края стакана.

6.3 Тест на растворимость

Метод основан на визуальном определении растворимости пищевой пропионовой кислоты в дистиллированной воде и этиловом спирте.

6.3.1 Средства измерений, посуда, реактивы

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Цилиндры 2(4)–50–2 по ГОСТ 1770.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.3.2 Отбор проб по 6.1.

6.3.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.3.4 Проведение анализа

В мерном цилиндре с пришлифованной пробкой смешивают 25 см^3 анализируемой пробы и 25 см^3 дистиллированной воды. В другом таком же цилиндре смешивают 25 см^3 пробы и 25 см^3 этилового спирта. Через 30 мин растворы в цилиндрах сравнивают с равными объемами соответственно дистиллированной воды и этилового спирта.

Пищевая пропионовая кислота выдерживает испытание, если растворы остаются прозрачными, не появляется помутнения или опалесценции.

6.4 Определение относительной плотности

Сущность метода заключается в определении отношения массы заданного объема пищевой пропионовой кислоты при температуре 20 °С к массе того же объема дистиллированной воды при температуре 20 °С. Плотность жидкости определяют с помощью пикнометра.

6.4.1 Отбор проб — по 6.1.

6.4.2 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.4.3 Относительную плотность пищевой пропионовой кислоты при температуре 20 °С определяют по ГОСТ 18995.1 (раздел 2).

6.4.4 Обработку результатов проводят по ГОСТ 18995.1 (подпункт 2.4.1).

Вычисления проводят до четвертого десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений относительной плотности ρ_{20}^{20}, округленное до третьего десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух последовательных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,0005.

Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,0010.

Границы абсолютной погрешности определений относительной плотности (при температуре 20 °С) пищевой пропионовой кислоты ± 0,001 при P = 95 %.

6.5 Определение массовой доли основного вещества

Метод основан на нейтрализации пропионовой кислоты гидроокисью натрия в присутствии кислотно-основного индикатора.

6.5.1 Средства измерений, посуда, реактивы

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

Секундомер.

Бюретка I–1–2–50–0,1 по ГОСТ 29251.

Колба $К_н$-2–250 по ГОСТ 25336.

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

Капельница 2–50 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканчик СВ 34/12 по ГОСТ 25336.

Воронка В–36–80 ХС по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Кислота янтарная по ГОСТ 6341, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Фенолфталеин (индикатор).

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.5.2 Отбор проб — по 6.1.

6.5.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.5.4 Подготовка к анализу

6.5.4.1 Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.2).

Срок хранения раствора в плотно закрытой полимерной посуде при температуре (20 ± 5) °С — не более 3 мес.

Коэффициент поправки водного раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3 определяют по ГОСТ 25794.1 (подпункт 2.2.3) по соляной, серной или янтарной кислоте.

6.5.4.2 Спиртовой раствор фенолфталеина массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4919.1 (пункт 39а)).

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С — не более 12 мес.

6.5.5 Проведение анализа

3 г анализируемой пробы с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, смешивают с 50 см^3 дистиллированной воды, добавля-

ют две-три капли раствора фенолфталеина по 6.5.4.2 и титруют раствором гидроокиси натрия по 6.5.4.1 до появления слабой розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

6.5.6 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества пищевой пропионовой кислоты X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot K \cdot 0{,}07408 \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм³, израсходованный на титрование пробы, см³;

K — коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм³, определенный по 6.5.4.1;

0,07408 — масса пропионовой кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм³, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m — масса анализируемой пробы (см. 6.5.5), г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{1ср}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух последовательных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,20 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,30 %.

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли основного вещества пищевой пропионовой кислоты ±0,2 % при P = 95 %.

6.6 Определение температурных пределов перегонки

Сущность метода заключается в перегонке 100 см³ пищевой пропионовой кислоты и определении температур начала и конца перегонки.

Температура начала перегонки — это температура, отмеченная в момент падения первой капли дистиллята с конца трубки холодильника во время перегонки.

Температура конца перегонки — это температура, отмеченная в момент испарения последней капли жидкости со дна колбы во время перегонки (сухая точка), не принимая во внимание капли жидкости, стекающей по стенкам колбы.

6.6.1 Отбор проб — по 6.1.

6.6.2 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.6.3 Температурные пределы перегонки пищевой пропионовой кислоты определяют в приборе с наклонным стеклянным холодильником по ГОСТ 18995.7 (раздел 1) или в приборе с вертикальным стеклянным холодильником по ГОСТ 18995.7 (раздел 2) с использованием жидкостного стеклянного термометра с диапазоном измерения температуры от 100 °С до 155 °С и ценой деления шкалы 0,1 °С или 0,2 °С по ГОСТ 28498.

6.6.4 Обработку результатов проводят по ГОСТ 18995.7 (раздел 3, пункт 3.1).

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметические значения двух параллельных определений истинных температуры начала перегонки $t_{ин}$, °С и температуры конца перегонки $t_{ик}$, °С, округленных до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух последовательных определений истинных температур начала перегонки и конца перегонки, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,5 °С.

Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений истинных температур начала перегонки и конца перегонки, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,8 °С.

Границы абсолютной погрешности определений температур начала перегонки и конца перегонки пищевой пропионовой кислоты ±0,5 °С при P = 95 %.

6.7 Определение массовой доли нелетучего остатка

Сущность метода заключается в определении массы остатка пробы пищевой пропионовой кислоты после ее выпаривания и высушивания остатка в сушильном шкафу при температуре 140 °С.

6.7.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и устройства, посуда, реактивы

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

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

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

Баня водяная.

Лампа инфракрасная.

Цилиндр 1–100–1 по ГОСТ 1770.

Эксикатор 2–250 по ГОСТ 25336.

Чашка выпарительная 4 по ГОСТ 9147.

Чаша-100 по ГОСТ 19908.

Чашка ПЛ 118-4 по ГОСТ 6563.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

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

6.7.2 Отбор проб — по 6.1.

6.7.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.7.4 Проведение анализа

Выпарительную чашку (платиновую, кварцевую или фарфоровую) сушат в сушильном шкафу при температуре (140 ± 2) °С 30 мин, охлаждают в эксикаторе с обезвоженным хлористым кальцием 40 мин и взвешивают с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака. Высушивание чашки повторяют при тех же условиях до тех пор, пока расхождение между результатами двух последовательных взвешиваний будет не более 0,001 г.

В высушенную до постоянной массы чашку помещают 100 см^3 анализируемой пробы, взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака и выпаривают содержимое чашки на кипящей водяной бане или с помощью инфракрасной лампы. Затем чашку с остатком помещают в сушильный шкаф, сушат при температуре (140 ± 2) °С 30 мин, охлаждают в эксикаторе 40 мин и взвешивают с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака. Высушивание чашки с остатком повторяют при тех же условиях до тех пор, пока расхождение между результатами двух последовательных взвешиваний будет не более 0,001 г.

6.7.5 Обработка результатов

Массовую долю нелетучего остатка пищевой пропионовой кислоты X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(m_2 - m) \cdot 100}{m_1 - m}, \qquad (2)$$

где m_2 — масса чашки с высушенным остатком, г;

m — масса сухой чашки, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m_1 — масса сухой чашки с анализируемой пробой, г.

Вычисления проводят до четвертого десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{2ср}$, %, округленное до третьего десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух последовательных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,0020 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,0030 %.

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли нелетучего остатка пищевой пропионовой кислоты ±0,002 % при P = 95 %.

6.8 Определение массовой доли альдегидов

Метод основан на способности альдегидов, присутствующих в пищевой пропионовой кислоте, присоединять нуклеофильный реагент — бисульфит натрия к обладающему электрофильными свойствами углеродному атому карбонильной группы с образованием бисульфитных производных альдегидов. Избыток бисульфита натрия определяют титрованием раствором йода, при этом бисульфит натрия восстанавливает свободный йод до йодида.

6.8.1 Средства измерений, посуда, реактивы

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Колба $К_н$-1–250–19/26 ТХС по ГОСТ 25336.

Бюретка I–1–2–50–0,1 по ГОСТ 29251.

Пипетки 1–2–10, 1–1–2–2, 1–2–50 по ГОСТ 29169.

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

Колба 2–1000–2 по ГОСТ 1770.

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

Палочка стеклянная.

Натрий бисульфит, водный раствор массовой долей основного вещества не менее 32 % по ГОСТ 902.

Йод по ГОСТ 4159, ч. д. а.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Стандарт-титр (фиксанал) для приготовления раствора йода молярной концентрации c (1/2 J_2) = 0,1 моль/дм³.

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

6.8.2 Отбор проб — по 6.1.

6.8.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.8.4 Подготовка к анализу

6.8.4.1 Раствор бисульфита натрия массовой долей от 4 % до 5 % готовят разбавлением 10 см³ раствора бисульфита натрия массовой долей не менее 32 % в 70 см³ дистиллированной воды в стакане вместимостью 100 см³.

Раствор используют свежеприготовленным.

6.8.4.2 Раствор йода молярной концентрации c (1/2 J_2) = 0,1 моль/дм³ готовят по ГОСТ 25794.2 (пункт 2.3) или из стандарт-титра (фиксанала) молярной концентрации c (1/2 J_2) = 0,1 моль/дм³.

Срок хранения раствора в емкости из темного стекла при температуре (20 ± 5) °С — не более 6 мес.

6.8.5 Проведение анализа

В коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см³, содержащую 50 см³ дистиллированной воды, помещают пипеткой 10 см³ раствора бисульфита натрия (см. 6.8.4.1) и 10 см³ анализируемой пробы. Колбу закрывают пробкой, перемешивают, выдерживают 30 мин и титруют раствором йода молярной концентрации c (1/2 J_2) = 0,1 моль/дм³ (см. 6.8.4.2) до появления желто-коричневого окрашивания раствора.

Параллельно проводят контрольное определение при тех же условиях, но без анализируемой пробы. Желто-коричневое окрашивание растворов в конце титрования в контрольном определении и определении с анализируемой пробой должно быть одинаковым.

Массовая доля альдегидов (в пересчете на пропионовый альдегид) в пищевой пропионовой кислоте не превышает 0,2 %, если значение разности между объемами раствора йода молярной концентрации c (1/2 J_2) = 0,1 моль/дм³, израсходованными на титрование в контрольном определении и определении с пробой, не превышает 7 см³.

6.9 Определение массовой доли муравьиной кислоты

Метод основан на окислении муравьиной кислоты и других окисляющихся органических веществ, присутствующих в пищевой пропионовой кислоте, бромноватистокислым натрием, избыток которого

определяют йодометрически: добавляют в раствор йодистый калий и титруют выделившийся йод тиосульфатом натрия.

6.9.1 Средства измерений, посуда, реактивы

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

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

Колба 2-2000–2 по ГОСТ 1770.

Стаканы В(Н)-1–100 ТХС, В(Н)-1–250 ТХС по ГОСТ 25336.

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

Колба $К_Н$-1–250–19/26 ТХС по ГОСТ 25336.

Бюретка I–1–2–25–0,1 по ГОСТ 29251.

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

Пипетка 1–1–2–10 по ГОСТ 29227.

Палочка стеклянная.

Бром по ГОСТ 4109, ч. д. а.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, ч.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, ч. д. а.

Стандарт-титр (фиксанал) для приготовления раствора натрия серноватистокислого молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.9.2 Отбор проб — по 6.1.

6.9.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.9.4 Подготовка к анализу

6.9.4.1 Приготовление раствора бромноватистокислого натрия

15,0 г гидроокиси натрия помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют в 50 см³ дистиллированной воды. Раствор охлаждают до температуры (20 ± 5) °С, вносят в него пипеткой 6 см³ брома и перемешивают до полного его растворения. Затем раствор переносят в мерную колбу вместимостью 2000 см³, доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Раствор используют свежеприготовленным.

6.9.4.2 Приготовление раствора ацетата натрия

Раствор ацетата натрия массовой долей 20 % готовят по ГОСТ 4517 (пункт 2.100).

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С — не более 12 мес.

6.9.4.3 Приготовление раствора йодида калия

Раствор йодида калия массовой долей 25 % готовят растворением 25 г йодида калия в 75 см³ дистиллированной воды в стакане вместимостью 250 см³.

Раствор используют свежеприготовленным.

6.9.4.4 Приготовление раствора тиосульфата натрия

Раствор тиосульфата натрия молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм³ готовят по ГОСТ 25794.2 (пункт 2.11) или из стандарт-титра (фиксанала) молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм³.

Срок хранения раствора в емкости из темного стекла при температуре (20 ± 5) °С — не более 6 мес.

6.9.5 Проведение анализа

В коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см³, содержащую 100 см³ дистиллированной воды, вносят пипетками 25 см³ раствора бромноватистокислого натрия, приготовленного по 6.9.4.1, 10 см³ раствора ацетата натрия по 6.9.4.2 и 10 см³ анализируемой пробы. Колбу закрывают пробкой, перемешивают и выдерживают 15 мин. Затем к смеси добавляют пипетками 5 см³ раствора йодида

калия по 6.9.4.3 и 10 см³ соляной кислоты, перемешивают и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия по 6.9.4.4 до исчезновения коричневого окрашивания раствора.

Параллельно проводят контрольное определение при тех же условиях, но без анализируемой пробы пищевой пропионовой кислоты.

Массовая доля муравьиной кислоты в пищевой пропионовой кислоте не превышает 0,1 %, если значение разности между объемами раствора тиосульфата натрия молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм³, израсходованными на титрование в контрольном определении и определении с пробой, не превышает 4,4 см³.

6.10 Определение токсичных элементов

6.10.1 Отбор проб по 6.1.

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

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

6.10.4 Массовую долю ртути определяют по ГОСТ 26927.

7 Транспортирование и хранение

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

7.2 Пищевую пропионовую кислоту хранят в герметически закрытой упаковке изготовителя в хорошо вентилируемых складских помещениях, приспособленных для хранения опасных веществ в соответствии с ГОСТ 12.1.004, на стеллажах из негорючих материалов при температуре не более 30 °С.

7.3 Срок годности устанавливает изготовитель.

Рекомендуемый срок годности пищевой пропионовой кислоты — три года со дня изготовления.

Библиография

[1] ТР ТС 029/2012 Технический регламент Таможенного союза «Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов и технологических вспомогательных средств»

[2] ТР ТС 021/2011 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности пищевой продукции»

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

[4] ТР ТС 022/2011 Технический регламент Таможенного союза «Пищевая продукция в части ее маркировки»

[5] ИСО 2859-1:1999 Процедуры выборочного контроля по качественным признакам. Часть 1. Планы выборочного контроля с указанием приемлемого уровня качества (AQL) для последовательного контроля партий

УДК 663.05:006.354 МКС 67.220.20

Ключевые слова: пищевая добавка, пропионовая кислота, показатели качества и безопасности, упаковка, маркировка, правила приемки, методы контроля, транспортирование и хранение

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 13.03.2015. Подписано в печать 31.03.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 2,32.
Уч.-изд. л. 1,75. Тираж 38 экз. Зак. 1491.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru