МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32777— 2014

Добавки пищевые
НАТРИЯ БЕНЗОАТ Е211
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

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

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

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 09 июля 2014 г. № 818-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32777—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 01 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 Е211 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

Поправка к ГОСТ 32777—2014 Добавки пищевые. Натрия бензоат Е211. Технические условия

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

(ИУС № 7 2019 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Добавки пищевые

НАТРИЯ БЕНЗОАТ Е211

Технические условия

Food additives. Sodium benzoate E211. Specifications

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку бензоат натрия Е211, представляющую собой натриевую соль бензойной кислоты (далее – пищевой бензоат натрия) и предназначенную для использования в пищевой промышленности как консервант пищевых продуктов.

Требования, обеспечивающие безопасность пищевого бензоата натрия, изложены в 3.1.6, требования к качеству – в 3.1.4 и 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 61–75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

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

ГОСТ 83–79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 450–77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1277–75 Реактивы. Серебро азотнокислое. 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

Издание официальное

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

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

ГОСТ 4201–79 Реактивы. Натрий углекислый кислый. Технические условия

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. 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 4525–77 Реактивы. Кобальт хлористый 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4530–76 Реактивы. Кальций углекислый. Технические условия

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

ГОСТ 5100–85 Сода кальцинированная техническая. Технические условия

ГОСТ 5823–78 Реактивы. Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 6413–77 Кислота бензойная техническая. Технические условия

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6825–91 Лампы люминесцентные трубчатые для общего освещения

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

ГОСТ 10354–82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 10521–78 Реактивы. Кислота бензойная. Технические условия

ГОСТ 11078–78 Натр едкий очищенный. Технические условия

ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13511-2006 Ящики из гофрированного картона для пищевых продуктов, спичек, табачных изделий и моющих средств. 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, транспортировка и хранение

ГОСТ 17308–88 Шпагаты. Технические условия

ГОСТ 18300–87[1] Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 18389–73 Проволока из платины и ее сплавов. Технические условия

ГОСТ 18995.4–73 Продукты химические органические. Метод определения интервала температуры плавления

ГОСТ 19360–74 Мешки-вкладыши пленочные. Общие технические условия

ГОСТ 20490–75 Реактивы. Калий марганцовокислый. 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 25794.3–83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов

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. Методы определения свинца

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

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

ГОСТ 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

[1] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878–2013.

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

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

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

3 Технические требования

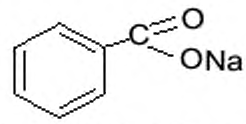
3.1 Характеристики

3.1.1 Пищевая добавка Е211 представляет собой натриевую соль бензойной кислоты.

Химическое название – натрий бензойнокислый.

Формулы: эмпирическая $C_7H_5NaO_2$;

структурная



Молекулярная масса – 144,11 а.е.м.

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

3.1.3 Пищевой бензоат натрия легко растворим в воде, умеренно растворим в этаноле.

3.1.4 По органолептическим показателям пищевой бензоат натрия должен соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Характеристика
Внешний вид и цвет	Кристаллический порошок или гранулы белого цвета
Запах	Без запаха

3.1.5 По физико-химическим показателям пищевой бензоат натрия должен соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

Таблица 2

Наименование показателя	Характеристика (значение) показателя
Тест на натрий-ионы	Выдерживает испытание
Тест на бензоат-ионы	Выдерживает испытание
Массовая доля основного вещества в высушенном бензоате натрия, %, не менее	99,0*
Массовая доля потерь при высушивании, %, не более	1,50
Массовая доля хлорорганических соединений (как хлоридов), %, не более	0,07
Тест на кислотность и щелочность	Выдерживает испытание
Тест на легкообугливаемые вещества	Выдерживает испытание
Тест на легкоокисляемые вещества	Выдерживает испытание
* В соответствии с [1] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.	

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

3.2 Требования к сырью

3.2.1 Для производства пищевого бензоата натрия используют следующее сырье:
- кислоту бензойную по ГОСТ 6413 или ГОСТ 10521;
- натр едкий очищенный по ГОСТ 11078;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328;
- натрий углекислый по ГОСТ 83;
- соду кальцинированную марки Б по ГОСТ 5100;
- натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201.

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

3.3 Упаковка

3.3.1 Пищевой бензоат натрия упаковывают в продуктовые мешки из мешочных тканей по ГОСТ 30090, бумажные открытые мешки марки НМ и ПМ по нормативному документу, действующему на территории государства принявшего стандарт, ящики из гофрированного картона для пищевых продуктов по ГОСТ 13511. Внутрь продуктовых мешков из мешочных тканей, бумажных мешков марки НМ, ящиков из гофрированного картона должны вставляться мешки-вкладыши по ГОСТ 19360 из полиэтиленовой нестабилизированной пленки марки Н и толщиной не менее 0,08 мм по ГОСТ 10354.

Тип и размеры мешков, предельную массу упаковываемого пищевого бензоата натрия устанавливает изготовитель.

3.3.2 Полимерные мешки-вкладыши после их заполнения заваривают или завязывают шпагатом из лубяных волокон по ГОСТ 17308 или двуниточным полированным шпагатом по документу, в соответствии с которым он изготовлен, так, чтобы была обеспечена герметичность упаковки.

3.3.3 Верхние швы тканевых и бумажных мешков должны быть зашиты машинным способом льняными нитками по ГОСТ 14961 или другими нитками, обеспечивающими механическую прочность шва.

3.3.4 Допускается применение других видов упаковки, обеспечивающих сохранность пищевого бензоата натрия при хранении и транспортировании и изготовленных из материалов, соответствующих требованиям, установленным [3] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.3.5 Отрицательное отклонение массы нетто от номинальной массы каждой упаковочной единицы должно соответствовать требованиям ГОСТ 8.579 (таблицы А.1 и А.2).

3.3.6 Пищевой бензоат натрия, отправляемый в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, упаковывают по ГОСТ 15846.

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.

4 Требования безопасности

4.1 По степени воздействия на организм человека пищевой бензоат натрия в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относится к веществам умеренно опасным – третьему классу опасности. Оказывает раздражающее действие на кожу и слизистые оболочки глаз и верхних дыхательных путей.

4.2 Пищевой бензоат натрия – горючий продукт. Температура самовоспламенения аэровзвеси 560 °С. Нижний концентрационный предел распространения пламени 50 г/м^3. Средство пожаротушения – распыленная вода со смачивателем, газовые и порошковые составы.

4.3 При работе с пищевым бензоатом натрия необходимо использовать спецодежду, средства индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.011 и соблюдать правила личной гигиены.

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

4.5 Организация обучения работающих безопасности труда – по ГОСТ 12.0.004.

4.6 Помещения, в которых проводят работы с пищевым бензоатом натрия, и помещения, в которых проводят работы с реактивами, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

4.7 Электробезопасность при работе с электроустановками – по ГОСТ 12.2.007.0.

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

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

5 Правила приемки

5.1 Пищевой бензоат натрия принимают партиями.

Партией считают количество пищевого бензоата натрия, полученное за один технологический цикл, в одинаковой упаковке, произведенное одним изготовителем по одному документу, сопровождаемое товаросопроводитель-ной документацией, обеспечивающей прослеживаемость продукции.

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

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

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

Таблица 3

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

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

5.5 Контроль массы нетто пищевого бензоата 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 пищевого бензоата натрия в каждой упаковочной единице – по 3.3.5.

5.6 Приемка партии пищевого бензоата натрия по массе нетто, качеству упаковки и правильности маркировки упаковочных единиц

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

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

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

5.7 Приемка партии пищевого бензоата натрия по органолептическим и физико-химическим показателям

5.7.1 Для контроля органолептических и физико-химических показателей пищевого бензоата натрия из каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку в соответствии с требованиями таблицы 3, проводят отбор мгновенных проб и составляют суммарную пробу по 6.1.

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

Результаты повторных испытаний являются окончательными и распространяются на всю партию.

При повторном получении неудовлетворительных результатов испытаний партию бракуют.

5.7.3 Органолептические и физико-химические показатели пищевого бензоата натрия в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты испытаний распространяют только на пищевой бензоат натрия 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 пищевого бензоата натрия из разных мест каждой упаковочной единицы, отобранной по 5.3, отбирают мгновенные пробы с помощью пробоотборника (щупа), погружая его не менее, чем на 3/4 глубины.

Масса мгновенной пробы должна быть не более 100 г.

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

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

Рекомендуемая масса суммарной пробы должна быть не менее 500 г.

6.1.3 При необходимости уменьшения суммарной пробы может быть использован метод квартования. Для этого суммарную пробу высыпают на чистый стол и разравнивают тонким слоем в виде квадрата. Затем 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, снова разравнивают в виде квадрата толщиной слоя от 1 до 1,5 см 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 необходимое число раз, при этом продолжительность процедуры квартования должна быть минимальной.

6.1.4 Подготовленную суммарную пробу делят на две равные части, которые помещают в чистые, сухие, плотно закрывающиеся стеклянные или полимерные 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 пищевого бензоата натрия.

Рекомендуемый срок хранения пробы при температуре от 18 °С до 25 °С и относительной влажности 70 % – два года.

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

- полное наименование пищевой добавки и ее Е-номер;
- наименование и местонахождение изготовителя;
- номер партии;
- масса нетто партии;
- число упаковочных единиц в партии;
- дата изготовления;
- дата отбора проб;
- срок хранения пробы;
- фамилии лиц, проводивших отбор данной пробы;
- обозначение настоящего стандарта.

6.2 Определение органолептических показателей

Метод основан на органолептической оценке внешнего вида, цвета и запаха пищевого бензоата натрия.

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

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

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Лампы люминесцентные типа ЛД по ГОСТ 6825.

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

Бумага белая.

Пластинка стеклянная.

Стаканчик СВ-34/12 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)–100–1 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.2.2 Отбор проб – по 6.1.

6.2.3 Условия проведения анализа

6.2.3.1 При проведении испытаний должны быть соблюдены следующие условия:

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

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

6.2.3.2 Требования к квалификации оператора

К проведению анализов допускаются специалисты, изучившие методики и прошедшие обучение работе с приборами и инструктаж по технике безопасности.

6.2.4 Проведение анализа

6.2.4.1 Внешний вид и цвет пищевого бензоата натрия определяют просмотром анализируемой пробы массой 50 г, помещенной на лист белой бумаги или стеклянную пластинку, при рассеянном дневном свете или освещении люминесцентными лампами. Освещенность поверхности рабочего стола должна быть не менее 500 лк.

6.2.4.2 Для определения запаха готовят раствор пищевого бензоата натрия массовой долей 2 %. Для этого растворяют 2 г анализируемой пробы в 98 $см^3$ дистиллированной воды в стакане вместимостью 250 $см^3$. Чистый, без постороннего запаха стаканчик заполняют на 2/3 объема приготовленным раствором. Стаканчик закрывают крышкой и выдерживают в течение 1 ч при температуре воздуха по 6.2.3.1. Запах определяют органолептически на уровне края стаканчика сразу же после открывания крышки.

6.3 Тест на натрий-ионы

Метод основан на качественном определении натрий-ионов по реакции с ацетатом цинк-уранила или по окрашиванию пламени в желтый цвет.

6.3.1 Средства измерений, вспомогательные оборудование и устройства, посуда, материалы и реактивы

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

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Горелка газовая.

Стаканы В(Н)-1–50 ТС(ТХС), В(Н)-1–250 ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Пипетки 1–2–2–1, 1–2–2–2 по ГОСТ 29227.

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

Пробирка П1(2)-14–120 ХС по ГОСТ 25336.

Воронки В-36–50 ХС, В-56–80 ХС по ГОСТ 25336.

Ступка 2 по ГОСТ 9147.

Пестик 1 по ГОСТ 9147.

Палочка стеклянная.

Проволока из платины по ГОСТ 18389.

Бумага фильтрованная лабораторная по ГОСТ 12026.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч. ледяная.

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, ч. д. а.

Уранил уксуснокислый 2-водный, массовой долей основного вещества не менее 99,0 %, ч. д. а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.3.2 Отбор проб – по 6.1.

6.3.3 Условия проведения анализа – по 6.2.3.

6.3.4 Подготовка к анализу

6.3.4.1 Приготовление раствора уксуснокислого цинка

30 г уксуснокислого цинка помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и растворяют при температуре не более 50 °С в 52 $см^3$ дистиллированной воды, содержащей 1,0 $см^3$ ледяной уксусной кислоты.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.3.4.2 Приготовление раствора уксуснокислого уранила

10 г уксуснокислого уранила помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и растворяют при температуре не более 50 °С в 54 $см^3$ дистиллированной воды, содержащей 1,7 $см^3$ ледяной уксусной кислоты.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.3.4.3 Приготовление раствора ацетата цинк-уранила

Приготовленные по 6.3.4.1 и 6.3.4.2 растворы смешивают в стакане вместимостью 250 $см^3$ и оставляют на 24 ч, затем фильтруют через бумажный фильтр.

Срок хранения раствора в условиях по 6.2.3.1 – не более 6 мес.

6.3.5 Проведение анализа

6.3.5.1 Способ 1. 2 г анализируемой пробы пищевого бензоата натрия растворяют в стакане вместимостью 50 $см^3$ в 20 $см^3$ дистиллированной воды, прибавляют 2 $см^3$ ледяной уксусной кислоты, перемешивают и фильтруют. К 2 $см^3$ фильтрата, помещенного в пробирку, добавляют 1 $см^3$ раствора ацетата цинк-уранила, приготовленного по 6.3.4.3.

Образование желтого кристаллического осадка тройной соли ацетата натрий-цинк-уранила подтверждает присутствие в растворе ионов натрия.

6.3.5.2 Способ 2. Платиновую проволоку нагревают в пламени горелки и быстро вносят в анализируемую пробу пищевого бензоата натрия, растертого в порошок. Затем прилипший к раскаленной проволоке порошок осторожно сплавляют в пламени горелки, опускают в концентрированную соляную кислоту и снова помещают в пламя.

Окрашивание бесцветного пламени в желтый цвет подтверждает присутствие ионов натрия.

6.4 Тест на бензоат-ионы

Метод основан на качественном определении бензоат-ионов по реакции с хлоридом железа (III) или на разложении пищевого бензоата натрия азотной кислотой и идентификации выпадающей в осадок кристаллической бензойной кислоты по температуре плавления.

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

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

Стаканы В(Н)-1–50 ТС(ТХС), В(Н)-1–250 ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Пипетки 1–1–2–1, 1–1–2–2, 1–1–2–5 по ГОСТ 29227.

Пробирка П 1(2)-14–150 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1–100–1 по ГОСТ 1770.

Воронка В-75–140 ХС по ГОСТ 25336.

Эксикатор 2–250 по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Железо (III) хлорид 6-водный по ГОСТ 4147, ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.4.2 Отбор проб – по 6.1.

6.4.3 Условия проведения анализа – по 6.2.3.

6.4.4 Подготовка к анализу

6.4.4.1 Приготовление раствора хлорида железа (III)

Раствор хлорида железа (III) массовой долей 3 % готовят растворением 3,0 г хлорида железа (III) в 97 $см^3$ дистиллированной воды.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.4.4.2 Приготовление водного раствора азотной кислоты

Водный раствор азотной кислоты массовой долей 30 % готовят разбавлением концентрированной азотной кислоты по ГОСТ 4517 (пункт 89).

Срок хранения раствора в условиях по 6.2.3.1 – не более 12 мес.

6.4.5 Проведение анализа

6.4.5.1 Способ 1. От 2,0 до 2,5 г анализируемой пробы пищевого бензоата натрия помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды. В пробирку пипеткой вносят 2 $см^3$ приготовленного раствора и 0,5 $см^3$ раствора хлорида железа (III) (см. 6.4.4.1).

Образование осадка розовато-желтого цвета подтверждает присутствие в растворе бензоат-ионов.

6.4.5.2 Способ 2. 1,0 г анализируемой пробы пищевого бензоата натрия помещают в стакан вместимостью 50 $см^3$ и растворяют в 20 $см^3$ дистиллированной воды. Затем к раствору прибавляют 4 $см^3$ раствора азотной кислоты (см. 6.4.4.2), перемешивают, выделившиеся белые кристаллы отфильтровывают, промывают дистиллированной водой и высушивают в эксикаторе над серной кислотой в течение 24 ч.

Температуру плавления полученной бензойной кислоты определяют по ГОСТ 18995.4. Нахождение температуры плавления в интервале от 121,5 °С до 123,5 °С подтверждает присутствие бензоат-ионов.

6.5 Определение массовой доли основного вещества

Метод основан на титровании пищевого бензоата натрия соляной кислотой в присутствии индикатора бромфенолового синего, при этом выделяющаяся в процессе реакции обмена слабо растворимая в воде бензойная кислота растворяется в слое диэтилового эфира.

Массовую долю основного вещества определяют на высушенной основе анализируемой пробы.

6.5.1 Средства измерений, посуда, реактивы

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

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

Бюретка I–1–2–25(50)–0,1 по ГОСТ 29251.

Стаканчик СВ 34/12 по ГОСТ 25336.

Капельница 2–50 ХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 2–2–25, 2–2–50 по ГОСТ 29169.

Колба 2–1000–2 по ГОСТ 1770.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Бромфеноловый синий (индикатор).

Фенолфталеин (индикатор).

Эфир диэтиловый, ч. д. а.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Стандарт-титр (фиксанал) для приготовления раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,1 $моль/дм^3$.

Натрий углекислый по ГОСТ 83, х. ч.

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.

6.5.2 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 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3

Раствор соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1 (подпункт 2.1.2) или из стандарт-титра (фиксанала) молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 (0,1н).

Срок хранения раствора в условиях по 6.2.3.1 – не более 4 мес.

6.5.4.2 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм^3

Раствор соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1 (подпункт 2.1.2) или из стандарт-титра (фиксанала) молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 (0,1н), переводя количественно содержимое пяти ампул в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и добавляя дистиллированную воду до метки.

Срок хранения раствора в условиях по 6.2.3.1 в местах, защищенных от попадания прямых солнечных лучей – не более 12 мес.

6.5.4.3 Коэффициент поправки (K) водного раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм^3 определяют по ГОСТ 25794.1 (подпункт 2.1.3) по безводному углекислому натрию, проверяют коэффициент поправки один раз в месяц.

6.5.4.4 Приготовление спиртового раствора фенолфталеина массовой долей 0,1 %

Спиртовой раствор фенолфталеина массовой долей 0,1 % готовят по ГОСТ 4919.1 (пункт 39, перечисление б).

Срок хранения раствора в защищенном от света месте в условиях по 6.2.3.1 – не более 12 мес.

6.5.4.5 Приготовление спиртового бромфенолового синего массовой долей 0,1 %

Спиртовой раствор бромфенолового синего массовой долей 0,1 % готовят по ГОСТ 4919.1 (пункт 7).

Срок хранения раствора в защищенном от света месте в условиях по 6.2.3.1 – не более 12 мес.

6.5.5 Проведение анализа

1,5 г анализируемой пробы пищевого бензоата натрия, предварительно высушенной по 6.6.4, с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см^3, растворяют в 25 см^3 дистиллированной воды, прибавляют одну-две капли раствора фенолфталеина (см. 6.5.4.4) и нейтрализуют (если раствор окрасился в розовый цвет) раствором соляной кислоты (см. 6.5.4.1). Затем в раствор добавляют три-четыре капли раствора бромфенолового синего (см. 6.5.4.5), 50 см^3 диэтилового эфира и титруют раствором соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм^3 (см. 6.5.4.2), постоянно встряхивая колбу, до перехода окраски водного слоя от сине-фиолетовой в желто-зеленую.

6.5.6 Обработка и оформление результатов анализа

Массовую долю основного вещества пищевого бензоата натрия X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V\ 0{,}07205\ K\ 100}{m}, \qquad (1)$$

где V – объем раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм^3, израсходованный на титрование пробы, см^3;

0,07205 – масса бензоата натрия, соответствующая 1 см^3 раствора соляной кислоты, молярной концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм^3, г;

K – коэффициент поправки раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм^3, определенный по 6.5.4.3;

100 – коэффициент пересчета 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 $R = 0,40$ %.

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли основного вещества пищевого бензоата натрия ± 0,2 % при $P = 95$ %.

6.6 Определение массовой доли потерь при высушивании

Метод основан на способности пищевого бензоата натрия освобождаться от летучих веществ при нагревании до температуры 105 °С.

Массовую долю потерь при высушивании определяют по разности массы пищевого бензоата натрия до и после высушивания.

6.6.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

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

Термометр жидкостный стеклянный 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 с погрешностью ± 2 °С.

Эксикатор 2–250 по ГОСТ 25336.

Стаканчики СН-60/14 или СН-45/13 по ГОСТ 25336.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

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

6.6.2 Отбор проб – по 6.1.

6.6.3 Условия проведения анализа – по 6.2.3.

6.6.4 Проведение анализа

Чистый пустой стаканчик для взвешивания сушат вместе с крышкой в открытом виде в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С от 30 до 40 мин. Затем стаканчик закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе с обезвоженным хлористым кальцием 40 мин и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака.

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

От 1,5 до 2,0 г анализируемой пробы пищевого бензоата натрия с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака распределяют равномерным слоем по дну осторожным постукиванием стаканчика, помещают в открытом виде вместе с крышкой в сушильный шкаф и сушат при температуре (105 ± 2) °С в течение 4 ч. После этого стаканчик быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе 40 мин и взвешивают с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака.

6.6.5 Обработка и оформление результатов анализа

Массовую долю потерь при высушивании пищевого бензоата натрия X_2, %, вычисляют по формуле

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

где m – масса сухого стаканчика с анализируемой пробой до высушивания, г;

m_1 – масса стаканчика с анализируемой пробой после высушивания, г;

100 – коэффициент пересчета результата в проценты;

m_2 – масса сухого стаканчика, г;

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{2ср}$, %, округленное до второго десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух последовательных определений, полученными в условиях повторяемости при $P = 95$ %, не превышает предела повторяемости $r = 0,070$ %.

Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 95$ %, не превышает предела воспроизводимости $R = 0{,}110$ %.

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли потерь при высушивании ± 0,07 % при $P = 95$ %.

6.7 Определение массовой доли хлорорганических соединений

Метод основан на взаимодействии хлорид-ионов и ионов серебра с образованием труднорастворимого хлористого серебра и заключается в разложении пищевого бензоата натрия азотной кислотой, отделении осадка бензойной кислоты и хлорорганических соединений, его сухой минерализации с добавлением углекислого кальция для предотвращения потерь хлоридов, растворении зольного остатка и определении массовой доли хлорорганических соединений, выраженных как хлориды, визуально-нефелометрическим методом.

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

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

Электропечь камерная с диапазоном автоматического регулирования рабочей температуры от 400 °С до 1100 °С.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.

Колба Кн-1–50 по ГОСТ 25336.

Колба 2–100–2, 2–1000–2 по ГОСТ 1770.

Пробирки градуированные со шлифом и стеклянной пробкой П–2–25–14/23 ХС по ГОСТ 1770.

Воронка В-25–38 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1–10–1, 1–25–1, 1–100–1 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1–2–2–1 по ГОСТ 29227.

Стаканчик СВ-34/12 по ГОСТ 25336.

Стакан В(Н)-1–50 ТХС по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная.

Щипцы тигельные.

Фильтры обеззоленные «синяя лента».

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х. ч.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530, х. ч.

Стандарт-титр (фиксанал) для приготовления раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3.

Стандарт-титр (фиксанал) для приготовления раствора азотнокислого серебра молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.7.2 Отбор проб – по 6.1.

6.7.3 Условия проведения анализа – по 6.2.3.

6.7.4 Подготовка к анализу

6.7.4.1 Приготовление раствора азотной кислоты

Раствор азотной кислоты готовят разбавлением 105 см^3 концентрированной азотной кислоты дистиллированной водой до 1000 см^3 в мерной колбе вместимостью 1000 см^3.

Срок хранения раствора в плотно закрытой стеклянной емкости в условиях по 6.2.3.1 – не более 12 мес.

6.7.4.2 Приготовление раствора азотнокислого серебра молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3

Раствор азотнокислого серебра молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.3 (пункт 2.2) или из стандарт-титра, хранят в плотно закрытой стеклянной посуде из темного стекла в защищенном от света месте.

Срок хранения раствора в условиях по 6.2.3.1 – не более 6 мес.

6.7.4.3 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,01 моль/дм^3

Раствор соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1 (подпункт 2.1.2) или из стандарт-титра. Рабочий раствор соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,01 моль/дм^3 готовят разбавлением 10 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 дистиллированной водой до 100 см^3 в мерной колбе вместимостью 100 см^3.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.7.5 Проведение анализа

(0,250 ± 0,001) г анализируемой пробы пищевого бензоата натрия помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3, растворяют в 10 см^3 дистиллированной воды, добавляют пипеткой 0,15 см^3 концентрированной азотной кислоты и перемешивают. Выделившийся осадок количественно переносят на обеззоленный фильтр «синяя лента», смывая со стенок колбы дистиллированной водой. Осадок на фильтре смешивают стеклянной палочкой с 0,5 г углекислого кальция и ополаскивают палочку дистиллированной водой. Затем фильтр вместе с осадком переносят в фарфоровый тигель, высушивают в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С, осторожно обугливают на электроплитке до прекращения выделения дыма, помещают в электропечь и озоляют постепенно поднимая температуру от 250 °С до 500 °С. Минерализацию считают законченной, когда зола станет белой или слегка окрашенной, без обугленных частиц. После охлаждения к зольному остатку осторожно по каплям добавляют 20 см^3 раствора азотной кислоты (см. 6.7.4.1), перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр, собирая фильтрат в градуированную пробирку вместимостью 25 см^3. Остаток в тигле, стеклянную палочку и фильтр промывают раствором азотной кислоты (см. 6.7.4.1). К раствору минерализата прибавляют пипеткой 0,5 см^3 раствора азотнокислого серебра (см. 6.7.4.2), доводят объем раствора раствором азотной кислоты (см. 6.7.4.1) до 25 см^3 и перемешивают.

Одновременно готовят раствор сравнения, для этого в градуированную пробирку вносят 20 см^3 раствора азотной кислоты (см. 6.7.4.1), 0,5 см^3 раствора азотнокислого серебра (см. 6.7.4.2), 0,5 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,01 моль/дм^3 (см. 6.7.4.3), доводят объем раствора сравнения раствором азотной кислоты (см. 6.7.4.1) до 25 см^3 и перемешивают.

Сравнение интенсивности опалесценции раствора минерализата пробы и раствора сравнения проводят после выдержки в течение 20 мин в темном месте.

Массовая доля хлорорганических соединений, выраженных как хлориды, в пробе пищевого бензоата натрия не превышает 0,07 %, если интенсивность опалесценции раствора минерализата пробы не будет интенсивнее опалесценции раствора сравнения.

6.8 Тест на кислотность и щелочность

Метод основан на нейтрализации свободной кислоты или свободной щелочи в пищевом бензоате натрия гидроокисью натрия или соляной кислотой в присутствии кислотно-основного индикатора.

6.8.1 Средства измерения, посуда, реактивы

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

Колба Кн-1–100 19/26 ТХС по ГОСТ 25336.

Колба 2–1000–2 по ГОСТ 1770.

Бюретка I–1–2–2–0,01 по ГОСТ 29251.

Капельница 2–50 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1–25–1 по ГОСТ 1770.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Фенолфталеин (индикатор).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Стандарт-титр (фиксанал) для приготовления раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3.

Стандарт-титр (фиксанал) для приготовления раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3.

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.

6.8.2 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 Дистиллированную воду, не содержащую углекислого газа, готовят по ГОСТ 4517 (пункт 2.38).

6.8.4.2 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3

Раствор соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1 (подпункт 2.1.2) или из стандарт-титра.

Срок хранения раствора в условиях по 6.2.3.1 – не более 4 мес.

6.8.4.3 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3

Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.2) или из стандарт-титра.

Срок хранения раствора в плотно закрытой полимерной посуде в условиях по 6.2.3.1 – не более 1 мес.

6.8.4.4 Приготовление спиртового раствора фенолфталеина массовой долей 1 %

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

Срок хранения раствора в условиях по 6.2.3.1 – не более 12 мес.

6.8.5 Проведение анализа

(2,000 ± 0,001) г анализируемой пробы пищевого бензоата натрия помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в 20 см^3 дистиллированной воды, не содержащей углекислого газа, (см. 6.8.4.1), добавляют одну-две капли раствора фенолфталеина (см. 6.8.4.4) и перемешивают. Если при этом раствор остается бесцветным, его титруют раствором гидроокиси натрия (см. 6.8.4.3) до появления розовой окраски. Если же раствор окрашен в розовой цвет, то титруют раствором соляной кислоты (см. 6.8.4.2) до исчезновения розовой окраски.

Пищевой бензоат натрия выдерживает испытание, если объем раствора гидроокиси натрия или объем раствора соляной кислоты, израсходованные на титрование, не превышают 0,5 см^3.

6.9 Тест на легкообугливаемые вещества

Метод основан на взаимодействии концентрированной серной кислоты и легкообугливаемых веществ, присутствующих в пищевом бензоате натрия с образованием окрашенных соединений.

6.9.1 Средства измерений, посуда, реактивы

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Стаканы В(Н)-1–250 ТХС, В(Н)-1–1000 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1–25–1, 1–100–1, 1–1000–1 по ГОСТ 1770.

Колба 1(2)–1000–2 по ГОСТ 1770.

Пробирка П-2–25–14/23 ХС по ГОСТ 1770.

Пипетка 1–2–5 по ГОСТ 29169.

Пипетки 1–1–2–1, 1–1–2–5 по ГОСТ 29227.

Палочка стеклянная.

Ступка по ГОСТ 9147.

Пестик по ГОСТ 9147.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Кобальт хлористый 6-водный по ГОСТ 4525, ч. д. а.

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

Железо (III) хлорид 6-водный по ГОСТ 4147, ч. д. а.

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 хлористого кобальта

Перед приготовлением раствора определяют массовую долю кобальта хлористого 6-водного в реактиве по ГОСТ 4525 (пункт 3.2). 59,50 г (по основному веществу) растертого в порошок 6-водного хлористого кобальта помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 100 см^3 раствора соляной кислоты, приготовленного разбавлением 25 см^3 соляной кислоты 975 см^3 дистиллированной воды в стакане вместимостью 1000 см^3. Раствор из стакана количественно переносят раствором соляной кислоты в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора раствором соляной кислоты до метки и перемешивают. Полученный раствор содержит 59,5 мг кобальта хлористого 6-водного в 1 см^3.

Срок хранения раствора в посуде из темного стекла в защищенном от света месте в условиях по 6.2.3.1 – не более 6 мес.

6.9.4.2 Приготовление раствора сернокислой меди

Перед приготовлением раствора определяют массовую долю 5-водной сернокислой меди (II) в реактиве по ГОСТ 4165 (пункт 3.2). 62,40 г (по основному веществу) растертой в порошок 5-водной сернокислой меди (II) помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 100 см^3 раствора соляной кислоты, приготовленного разбавлением 25 см^3 соляной кислоты 975 см^3 дистиллированной воды в стакане вместимостью 1000 см^3. Раствор из стакана количественно переносят раствором соляной кислоты в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора раствором соляной кислоты до метки и перемешивают.

Полученный раствор содержит 62,4 мг сернокислой 5-водной меди (II) в 1 см^3.

Срок хранения раствора в посуде из темного стекла в защищенном от света в условиях по 6.2.3.1 – не более 6 мес.

6.9.4.3 Приготовление раствора хлорида железа (III)

Перед приготовлением раствора определяют фактическую массовую долю 6-водного хлорида железа (III) в реактиве по ГОСТ 4147 (пункт 3.2). 45,00 г (по основному веществу) 6-водного хлорида железа (III) помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 100 см^3 раствора соляной кислоты, приготовленного разбавлением 25 см^3 соляной кислоты 975 см^3 дистиллированной воды в стакане вместимостью 1000 см^3. Раствор из стакана количественно переносят раствором соляной кислоты в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора раствором соляной кислоты до метки и перемешивают.

Полученный раствор содержит 45,0 мг 6-водного хлорида железа (III) в 1 см^3.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.9.5 Проведение анализа

В пробирку вносят пипеткой 5 см^3 концентрированной серной кислоты, добавляют (0,500 ± 0,001) г растертой в порошок анализируемой пробы пищевого бензоата натрия, перемешивают стеклянной палочкой до растворения пробы, выдерживают 15 мин и сравнивают окраску раствора пробы с окраской раствора сравнения.

Для приготовления раствора сравнения в пробирку вносят пипетками 0,2 см^3 раствора хлористого кобальта (см. 6.9.4.1), 0,1 см^3 раствора сернокислой меди (см. 6.9.4.2), 0,3 см^3 раствора хлорида железа (см. 6.9.4.3), 4,4 см^3 дистиллированной воды и перемешивают. Окраску растворов рассматривают в отраженном свете на белом фоне.

Пищевой бензоат натрия выдерживает испытание на легкообугливаемые вещества, если окраска раствора пробы светло-розовая и ее интенсивность не интенсивнее окраски раствора сравнения.

6.10 Тест на легкоокисляемые вещества

Метод основан на восстановлении Mn (VII) до Mn (II) легкоокисляемыми веществами, содержащимися в пищевом бензоате натрия, и заключается в титровании раствора пищевого бензоата натрия раствором перманганата калия в кислой среде.

6.10.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

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

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

Секундомер.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Колба Кн-1–250–24/29 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1–100–1 по ГОСТ 1770.

Пипетка 1–1–2–2 по ГОСТ 29227.

Колба 1(2)–1000–2 по ГОСТ 1770.

Бюретка I–1(2)–2–2–0,01 по ГОСТ 29251.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.д.а.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, х. ч.

Стандарт-титр (фиксанал) для приготовления раствора калия марганцовокислого молярной концентрации c (1/5$KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.10.2 Отбор проб – по 6.1.

6.10.3 Условия проведения анализа – по 6.2.3.

6.10.4 Подготовка к анализу

6.10.4.1 Приготовление раствора марганцовокислого калия молярной концентрации c (1/5$KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3

Раствор марганцовокислого калия молярной концентрации c (1/5$KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.2 (пункт 2.8) или из стандарт-титра.

Срок хранения раствора в посуде из темного стекла в условиях по 6.2.3.1 – не более 6 мес.

6.10.5 Проведение анализа

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают 100 см^3 дистиллированной воды прибавляют пипеткой 1,5 см^3 серной кислоты, перемешивают и нагревают до кипения раствора. Затем к горячему раствору добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия (см. 6.10.4) до появления не исчезающей в течение 30 с розовой окраски раствора, после этого в раствор вносят (1,000 ± 0,001) г анализируемой пробы пищевого бензоата натрия, перемешивают до полного растворения пробы и титруют из бюретки раствором марганцовокислого калия (см. 6.10.4) до появления розовой окраски раствора не исчезающей в течение 30 с. Температура раствора в конце титрования должна быть не менее 60 °С.

Пищевой бензоат натрия выдерживает испытание, если объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, не превышает 0,5 см^3.

6.11 Определение токсичных элементов

6.11.1 Отбор проб – по 6.1.

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

6.11.3 Массовую долю мышьяка определяют по ГОСТ 26930 или ГОСТ 30538.

6.11.4 Массовую долю ртути определяют по ГОСТ 26927.

7 Транспортирование и хранение

7.1 Пищевой бензоат натрия перевозят в крытых транспортных средствах всеми видами транспорта в соответствии с правилами транспортирования грузов, действующими на соответствующих видах транспорта.

7.2 Пищевой бензоат натрия хранят в упаковке изготовителя в сухих отапливаемых складских помещениях при температуре от 10 °С до 30 °С на деревянных стеллажах или поддонах при относительной влажности воздуха не более 70 %.

7.3 Срок годности пищевого бензоата натрия устанавливает изготовитель.

Рекомендуемый срок годности пищевого бензоата натрия – два 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 Е211, пищевой бензоат натрия, показатели качества и безопасности, упаковка, маркировка, требования безопасности, правила приемки, методы контроля, транспортирование и хранение

Подписано в печать 16.03.2015. Формат 60x84 1/8.

Усл. печ. л. 2,33. Тираж 31 экз. Зак. 507

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

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

Поправка к ГОСТ 32777—2014 Добавки пищевые. Натрия бензоат Е211. Технические условия

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

(ИУС № 7 2019 г.)

gost.e-ecolog.ru