МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33270— 2015

Добавки пищевые

НАТРИЯ МАЛАТЫ Е350

Общие технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

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 Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт пищевых добавок» (ФГБНУ ВНИИПД)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 18 июня 2015 г. № 47)

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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 июля 2015 г. № 992-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33270—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартинформ, 2016

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Классификация 3
4 Общие технические требования 3
4.1 Характеристики 3
4.2 Требования к сырью 4
4.3 Упаковка 4
4.4 Маркировка 5
5 Требования безопасности 5
6 Правила приемки 5
7 Методы контроля 7
7.1 Отбор и подготовка проб 7
7.2 Определение органолептических показателей 7
7.3 Тест на малат 8
7.4 Тест на натрий-ион 9
7.5 Тест на растворимость в воде пищевого малата натрия 1-замещенного Е350(i) 10
7.6 Определение массовой доли основного вещества пищевых малатов натрия 10
7.7 Определение массовой доли потерь при высушивании 13
7.8 Определение массовых долей малеиновой и фумаровой кислот полярографическим методом 15
7.9 Определение массовой доли щелочи в пищевых малатах натрия Е350(ii) 20
7.10 Тест на 1,2-дикарбоновую кислоту 21
7.11 Определение токсичных элементов 22
8 Транспортирование и хранение 22
Библиография 23

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

Добавки пищевые

НАТРИЯ МАЛАТЫ Е350

Общие технические условия

Food additives. Sodium malates E350. General specifications

Дата введения —2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку малаты натрия Е350, представляющую собой соли яблочной кислоты (далее — пищевые малаты натрия), и предназначенную для использования в пищевой промышленности как регулятор кислотности пищевых продуктов.

Требования, обеспечивающие безопасность пищевых малатов, изложены в 4.1.6, требования к качеству — 4.1.3, 4.1.4 и 4.1.5, требования к маркировке — 4.4.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

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

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

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

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

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

ГОСТ 12.4.009—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

Издание официальное

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

ГОСТ 427—75 Линейки измерительные металлические. Технические условия

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

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

ГОСТ 2493—75 Реактивы. Калий фосфорнокислый двузамещенный 3-водный. Технические условия

ГОСТ 2874—82 Вода питьевая. Гигиенические требования и контроль за качеством*

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640—94 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4197—74 Реактивы. Натрий азотистокислый. Технические условия

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

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4234—77 Реактивы. Калий хлористый. 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 5821—78 Реактивы. Кислота сульфаниловая. Технические условия

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

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

ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 9336—75 Реактивы. Аммоний ванадиево-кислый мета. Технические условия

ГОСТ 9803—75 Реактивы. Кислота малеиновая. Технические условия

ГОСТ 9970—74 Резорцин технический. Технические условия

ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 11293—89 Желатин. 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, транспортирование и хранение

ГОСТ 17308—88 Шпагаты. Технические условия

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

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

ГОСТ 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 25794.3—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов

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

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

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

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51232—98 «Вода питьевая. Общие требования к организации и методам контроля качества».

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 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

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

ГОСТ 32748—2014 Добавки пищевые. Кислота яблочная Е296. Технические условия

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по 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 Классификация

Пищевые малаты натрия (Е350) подразделяют:

- на Е350(i) малат натрия 1-замещенный;
- Е350(ii) малат натрия.

Наименования пищевых малатов натрия, их химические названия, формулы и молекулярные массы приведены в таблице 1.

Таблица 1

Обозначение и наименование пищевой добавки	Химическое наименование	Формула	Молекулярная масса, а. е. м.
Е350(i) Малат натрия 1-замещенный (Sodium hydrogen malate)	Натрий кислый яблочнокислый	$C_4H_5NaO_5$	156,07
Е350(ii) Малат натрия (Sodium malate)	Натрий яблочнокислый полуводный	$C_4H_4Na_2O_5 \cdot 1/2H_2O$	187,05
	Натрий яблочнокислый 3-водный	$C_4H_4Na_2O_5 \cdot 3H_2O$	232,10

4 Общие технические требования

4.1 Характеристики

4.1.1 Пищевые малаты 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.

4.1.2 Малат натрия растворим в холодной воде (для растворения 1 г вещества при температуре (20 ± 2) °С необходимо от 10 до 30 г дистиллированной воды) и не растворим в этаноле; малат натрия 1-замещенный хорошо растворим в воде (для растворения 1 г вещества при температуре (20 ± 2) °С необходимо от 1 до 10 г дистиллированной воды).

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

Таблица 2 — Органолептические показатели

Е-номер пищевой добавки	Характеристика показателя		
	внешнего вида	цвета	запаха
E350(i)	Порошок	Белый	Без запаха
E350(ii)	Кристаллический порошок или комочки	Белый	Без запаха

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

Таблица 3 — Физико-химические показатели

Наименование показателя	Характеристика показателя
Тест на малат	Выдерживает испытания
Тест на натрий-ион	Выдерживает испытания
Тест на растворимость в воде для пищевого малата натрия 1-замещенного E350(i)	Хорошо растворим
Массовая доля потерь при высушивании пищевого малата натрия 1-замещенного E350(i), %, не более	2,0
Массовая доля потерь при высушивании пищевых малатов натрия E350(ii), %, не более:	
полуводный	7,0
трехводный	От 20,5 до 23,5 включ.
Массовая доля малеиновой кислоты, %, не более	0,05
Массовая доля фумаровой кислоты, %, не более	1,0
Массовая доля щелочи (на Na_2CO_3) для пищевых малатов натрия E350(ii), %, не более	0,2
Тест на 1,2-дикарбоновую кислоту	Выдерживает испытания

4.1.5 Массовая доля основного вещества пищевых малатов натрия (на безводной основе) должна соответствовать требованиям [1] или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

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

4.2 Требования к сырью

4.2.1 Для производства пищевых малатов натрия используют следующее сырье:
- яблочная кислота по ГОСТ 32748;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328;
- вода питьевая по ГОСТ 2874.

4.2.2 Допускается применение аналогичного сырья, по показателям безопасности соответствующего требованиям [1], [2] или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего стандарт, обеспечивающих получение пищевых малатов натрия в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

4.3 Упаковка

4.3.1 Пищевые малаты натрия упаковывают в мешки продуктовые из мешочных тканей по ГОСТ 30090, мешки бумажные открытые марки НМ и ПМ по нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт, ящики из гофрированного картона для пищевых про-

дуктов 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 пищевой полиэтиленовой нестабилизированной пленки марки Н и толщиной не менее 0,08 мм по ГОСТ 10354.

Тип и размеры мешков, предельную массу упаковываемых пищевых малатов натрия устанавливает изготовитель.

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

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

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

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

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

4.4 Маркировка

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

4.4.2 Маркировка транспортной упаковки 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.

5 Требования безопасности

5.1 Пищевые малаты натрия нетоксичны, пожаро- и взрывобезопасны.

5.2 По степени воздействия на организм человека пищевые малаты натрия в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относятся к веществам умеренно опасным — третьему классу опасности.

5.3 При работе с пищевыми малатами натрия необходимо использовать спецодежду, средства индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.011 и соблюдать правила личной гигиены.

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

5.5 Организация обучения работающих безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

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

5.7 Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.2.007.0.

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

5.9 При работе с пищевыми малатами натрия контроль воздуха рабочей зоны должен осуществляться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

6 Правила приемки

6.1 Пищевые малаты натрия принимают партиями.

Партией считают количество пищевых малатов натрия одного наименования, произведенное одним изготовителем по одному нормативному документу за один технологический цикл, расфасованное в одинаковую упаковку, сопровождаемое товаросопроводительной документацией, обеспечивающей прослеживаемость продукции.

6.2 Для проверки соответствия пищевых малатов натрия требованиям настоящего стандарта проводят приемо-сдаточные испытания по качеству упаковки, правильности нанесенной маркировки,

массе нетто, органолептическим и физико-химическим показателям и периодические испытания по показателям, обеспечивающим безопасность.

6.3 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 4.

Таблица 4

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

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

6.5 Контроль массы нетто пищевых малатов натрия в каждой упаковочной единице, попавшей в выборку, проводят по разности массы брутто и массы упаковочной единицы, освобожденной от содержимого. Предел допускаемых отрицательных отклонений от номинальной массы нетто пищевых малатов натрия в каждой упаковочной единице — по 4.3.5.

6.6 Приемка партии пищевых малатов натрия по массе нетто, качеству упаковки и правильности маркировки упаковочных единиц

6.6.1 Партию принимают, если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто пищевых малатов натрия, меньше или равно приемочному числу (см. таблицу 4).

6.6.2 Если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто пищевых малатов натрия, больше или равно браковочному числу (см. таблицу 4), контроль проводят на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Партию принимают, если выполняются условия 6.6.1.

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

6.7 Приемка партии пищевых малатов натрия по органолептическим и физико-химическим показателям

6.7.1 Для контроля органолептических и физико-химических показателей пищевых малатов натрия из каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку в соответствии с требованиями таблицы 4, проводят отбор мгновенных проб и составляют суммарную пробу по 7.1.

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

При повторном получении неудовлетворительных результатов испытаний партию бракуют.

6.7.3 Органолептические и физико-химические показатели пищевых малатов натрия в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты испытаний распространяют только на пищевые малаты натрия в этой упаковке.

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

7 Методы контроля

7.1 Отбор и подготовка проб

7.1.1 Для составления суммарной пробы пищевых малатов натрия из разных мест каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку по 6.3, 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.

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

Рекомендуемая масса суммарной пробы должна быть не менее 500 г.

7.1.3 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.

7.1.4 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 пищевых малатов натрия. Рекомендуемый срок хранения пробы при температуре от 18 °С до 25 °С и относительной влажности 70 % — два года.

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

- полное наименование пищевой добавки и ее Е-номер (Е350);
- 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.

7.2 Определение органолептических показателей

Метод основан на органолептической оценке внешнего вида, цвета и запаха пищевых малатов натрия.

7.2.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда, материалы, реактивы

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

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Лампы люминесцентные типа ЛД по ГОСТ 6825.

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

Бумага белая.

Пластинка стеклянная.

Стаканчик для взвешивания 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 реактивы по качеству не хуже вышеуказанных.

7.2.2 Отбор проб — по 7.1.

7.2.3 Условия проведения анализа

При проведении анализа должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха.....от 18 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха.....от 40 % до 90 %.

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

7.2.4 Требования к квалификации оператора

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

7.2.5 Проведение анализа

7.2.5.1 Внешний вид и цвет пищевых малатов 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.

7.2.5.2 Для определения запаха готовят раствор массовой долей 2 %. Для этого растворяют пробу массой 2 г в 98 $см^3$ дистиллированной воды в стакане вместимостью 250 $см^3$. Чистый, без постороннего запаха стаканчик заполняют на 1/2 объема приготовленным раствором. Стаканчик закрывают крышкой и выдерживают в течение 1 ч при температуре воздуха (20 ± 2) °С. Запах определяют органолептически на уровне края стаканчика сразу же после открывания крышки.

7.3 Тест на малат

Метод основан на образовании окрашенного азосоединения в результате реакции пищевого малата натрия с сульфаниловой кислотой, нитритом натрия в щелочной среде.

7.3.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда и реактивы

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Колбы мерные 1–100(1000)–2 по ГОСТ 1770.

Стакан стеклянный В(Н)-1–50(100) по ГОСТ 25336.

Цилиндр мерный 1–100(500)–1 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2–2а–1–5(25) по ГОСТ 29227.

Чашка выпарительная 2 по ГОСТ 9147.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, ч.

Кислота сульфаниловая по ГОСТ 5821, ч.

Аммиак водный с массовой долей 28 % по ГОСТ 3760.

Фенолфталеин (индикатор).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

7.3.2 Отбор проб — по 7.1.

7.3.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.3.4 Требования к квалификации оператора — 7.2.4.

7.3.5 Подготовка к анализу

7.3.5.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 1 $моль/дм^3$ по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.2).

Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С — не более 12 мес.

7.3.5.2 Приготовление раствора нитрита натрия с массовой долей 20 %

20,0 г нитрита натрия, растворяют в 80 см^3 дистиллированной воды.

Раствор используют свежеприготовленный.

7.3.5.3 Раствор фенолфталеина с массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4919.1 (таблица 1, пункт 39).

Раствор хранят в стеклянном сосуде при температуре (25 ± 1) °С — 12 мес.

7.3.5.4 Приготовление водного раствора аммиака с массовой долей 10 %

Аммиак водный в количестве 400 см^3 с массовой долей 28 % помещают с помощью цилиндра в мерную колбу 1000 см^3 и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

Раствор хранят в полимерном сосуде при температуре (25 ± 1) °С — 6 мес.

7.3.6 Проведение анализа

7.3.6.1 Приготовление раствора анализируемой пробы

В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 50 см^3 взвешивают с записью результата до первого десятичного знака анализируемую пробу пищевого малата натрия массой 5,0 г, растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки. Полученный раствор в количестве 25 см^3 с помощью пипетки переносят в стакан вместимостью 100 см^3, добавляют 2—3 капли фенолфталеина по 7.3.5.3 и нейтрализуют водным раствором аммиака с массовой долей 10 % по 7.3.5.4 до образования слабого розового окрашивания.

7.3.6.2 В фарфоровую чашку вместимостью 50 см^3 помещают 25 см^3 раствора анализируемой пробы пищевого малата натрия по 7.3.6.1, добавляют 0,01 г сульфаниловой кислоты и перемешивают. Полученную смесь нагревают на электроплитке от 3 до 5 мин, добавляют пипеткой 5 см^3 раствора нитрита натрия по 7.3.5.2 и продолжают медленно нагревать раствор. В раствор добавляют раствор гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3 по 7.3.5.1 до появления красного окрашивания.

Образование азосоединения пищевого малата натрия с сульфаниловой кислотой и нитритом натрия, окрашивающее раствор в красный цвет, свидетельствует о наличии малатов.

7.4 Тест на натрий-ион

Метод основан на качественном определении натрий-ионов в пищевых малатах натрия.

7.4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда, реактивы

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

Горелка газовая.

Пипетки 2–2–1–5(10) по ГОСТ 29227.

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

Пробирки П2-21–70 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)–100 по ГОСТ 1770.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Палочка стеклянная.

Проволока платиновая по ГОСТ 18389.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч.

Уранилацетат цинка, ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

7.4.2 Отбор проб — по 7.1.

7.4.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.4.4 Требования к квалификации оператора — по 7.2.4.

7.4.5 Подготовка к анализу

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

Раствор уксусной кислоты готовят в стакане вместимостью 250 см^3 разбавлением по объему уксусной кислоты массовой долей 99,5 % (одна часть) дистиллированной водой (пять частей).

Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С — не более 6 мес.

7.4.5.2 Приготовление раствора уранилацетата цинка массовой долей 5 %

2,5 г уранилацетата цинка растворяют при температуре не выше 50 °С в 42,5 см^3 дистиллированной воды и 5 см^3 разбавленной уксусной кислоты по 7.4.5.1.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 2) °С — не более 6 мес.

7.4.6 Проведение анализа

Способ 1. От 1,0 до 1,5 г анализируемой пробы пищевого малата натрия помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды. 5 см^3 полученного раствора помещают в пробирку, добавляют пипеткой от 1 до 2 см^3 разбавленной уксусной кислоты по 7.4.5.1, фильтруют, затем добавляют пипеткой 1 см^3 раствора уранилацетата цинка по 7.4.5.2.

Образование желтого кристаллического осадка подтверждает присутствие в растворе ионов натрия.

Способ 2. Платиновую проволоку нагревают в пламени горелки и быстро вносят в пробу пищевого малата натрия. Далее прилипшие к раскаленной проволоке кристаллы 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.

7.5 Тест на растворимость в воде пищевого малата натрия 1-замещенного Е350(i)

Метод основан на растворимости пищевого малата натрия 1-замещенного Е350(i) в воде.

7.5.1 Средства измерений, посуда и 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.

Стакан стеклянный В(Н)-1–50 по ГОСТ 25336.

Пипетки 2–2а–1–10 по ГОСТ 29227.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

7.5.2 Отбор проб — по 7.1.

7.5.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.5.4 Требования к квалификации оператора — по 7.2.4.

7.5.5 Проведение анализа

В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 50 см^3 взвешивают 1,0 г анализируемой пробы пищевого малата натрия 1-замещенного Е350(i), добавляют 10 см^3 дистиллированной воды, встряхивают не менее 30 с и не более 5 мин.

Пищевой малат натрия 1-замещенный Е350(i) соответствует требованиям настоящего стандарта, если 1 г свободно растворяется в 10 см^3 дистиллированной воды.

7.6 Определение массовой доли основного вещества пищевых малатов натрия

7.6.1 Определение массовой доли основного вещества пищевого малата натрия 1-замещенного Е350(i)

Метод основан на растворении пищевого малата натрия 1-замещенного в серной кислоте и последующем его титровании гидроокисью натрия.

7.6.1.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и устройства, посуда, материалы, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0005 г.

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Секундомер по нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

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

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336.

Баня водяная.

Палочка стеклянная.

Колба коническая Кн-2−250(500)−40 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр мерный 1–100(1000)–1 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные вместимостью 10 $см^3$ 1-го класса точности по ГОСТ 29227.

Стекло часовое.

Фильтр обеззоленный.

Воронка лабораторная В-56–80 ХС по ГОСТ 25336.

Бумага индикаторная универсальная pH 0–12 ед. pH.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.

Фенолфталеин (индикатор).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

7.6.1.2 Отбор проб — по 7.1.

7.6.1.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.6.1.4 Требования к квалификации оператора — по 7.2.4.

7.6.1.5 Подготовка к анализу

а) Раствор серной кислоты молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,25 моль/$дм^3$ готовят из раствора молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,5 моль/$дм^3$ по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.1) разбавлением дистиллированной водой в два раза.

Раствор используют свежеприготовленный.

б) Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/$дм^3$ готовят по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.2). Коэффициент поправки K определяют по ГОСТ 25794.1 (подпункт 2.2.3) и проверяют один раз в месяц.

Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С — не более 6 мес.

в) Раствор фенолфталеина с массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4919.1 (таблица 1, пункт 39).

Раствор хранят в стеклянном сосуде при температуре (20 ± 2) °С не более 12 мес.

7.6.1.6 Проведение анализа

От 1,4 до 1,6 г анализируемой пробы пищевого малата натрия 1-замещенного Е350(i), с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака, помещают в тигель. Затем тигель помещают на электроплитку и проводят обугливание анализируемой пробы в течение 2 ч, не допуская сильного задымления. После прекращения выделения дыма для минерализации анализируемой пробы тигель помещают в муфельную печь с температурой 300 °С и постепенно (на 50 °С через каждые 30 мин) повышают температуру до 400 °С. Минерализацию продолжают при этой температуре в течение 15 ч до получения золы розового цвета. Тигель с золой вынимают из муфельной печи и охлаждают в эксикаторе с хлористым кальцием до температуры (20 ± 2) °С. Золу из тигля переносят в колбу вместимостью 250 $см^3$. В тигель добавляют 10 $см^3$ дистиллированной воды, перемешивают стеклянной палочкой для извлечения остатков золы и переносят в колбу с золой. Операцию повторяют пять раз. К содержимому колбы добавляют 50 $см^3$ раствора серной кислоты молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,25 моль/$дм^3$ по 7.6.1.5а и нагревают до температуры (90 ± 1) °С на водяной бане в течение 1 ч. Раствор с осадком фильтруют через обеззоленный фильтр, помещенный на стеклянную воронку, в колбу вместимостью 500 $см^3$ (колба А). Затем стеклянную воронку с нерастворимым осадком на фильтре переносят на колбу вместимостью 500 $см^3$ (колба Б) и осадок на фильтре промывают горячей [нагретой до температуры (60 ± 5) °С] дистиллированной водой до достижения pH в промывной воде 7,0 ед., контроль pH проводят по универсальной индикаторной бумаге. Фильтрат из колбы Б переносят в колбу А, перемешивают, добавляют 2—3 капли фенолфталеина по 7.6.1.5в и титруют избыток серной кислоты раствором

гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3 по 7.6.1.5б до появления слабого розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

7.6.1.7 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества пищевого малата натрия 1-замещенного E350(i) X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{VK \cdot 0{,}07804 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3, израсходованный на титрование пробы, см^3;

0,07804 — масса пищевого малата натрия 1-замещенного E350(i), соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3 раствора, г;

K — коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3, определенный по 7.6.1.5б;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса анализируемой пробы по 7.6.1.6, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X}_1$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия приемлемости по 7.6.1.8а.

7.6.1.8 Метрологические характеристики метода

а) Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,40 %.

б) Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,60 %.

в) Границы абсолютной погрешности определения массовой доли пищевого малата натрия 1-замещенного E350(i) Δ_1 = ± 0,5 % при P = 95 %.

7.6.1.9 Оформление результатов

Результат определения массовой доли пищевого малата натрия 1-замещенного E350(i) представляют в виде $(\overline{X}_1 \pm \Delta_1)$ %.

7.6.2 Определение массовой доли основного вещества пищевых малатов натрия E350(ii)

Метод основан на растворении пищевых малатов натрия E350(ii) в ледяной уксусной кислоте и последующем его титровании хлорной кислотой.

7.6.2.1 Средства измерений, посуда и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0005 г.

Секундомер по нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт.

Цилиндр мерный 1–100(1000)–1 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1–250 по ГОСТ 25336.

Стакан В-1–50 ТХС по ГОСТ 25336.

Бюретка 1–1–2–50–0,1 по ГОСТ 29251.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61, х. ч.

Кислота хлорная с массовой долей 60 %.

Метиловый оранжевый (индикатор).

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

7.6.2.2 Отбор проб — по 7.1.

7.6.2.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.6.2.4 Требования к квалификации оператора — по 7.2.4.

7.6.2.5 Подготовка к анализу

а) Приготовление уксуснокислого раствора хлорной кислоты молярной концентрации c ($HClO_4$) = = 0,1 моль/дм^3 по ГОСТ 25794.3 (пункт 2.3). Коэффициент поправки K определяют по ГОСТ 25794.3 (подпункт 2.3.5) и определяют один раз в месяц.

Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С — не более 12 мес.

б) Раствор метилового оранжевого с массовой долей 0,1 % готовят по ГОСТ 4919.1 (таблица 1, пункт 24).

Раствор хранят в стеклянном сосуде при температуре (20 ± 2) °С — не более 6 мес.

7.6.2.6 Проведение анализа

В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 50 см^3 взвешивают анализируемую пробу пищевого малата натрия Е350(ii) массой 0,25 г с записью результата до второго десятичного знака, затем количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 50 см^3 ледяной уксусной кислоты, 2—3 капли метилового оранжевого по 7.6.2.5б и титруют раствором хлорной кислоты молярной концентрации c ($HClO_4$) = 0,1 моль/дм^3 по 7.6.2.5а до появления красного окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

7.6.2.7 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества пищевого малата натрия Е350(ii) X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{VK \cdot 0{,}008903 \cdot 100}{m}, \qquad (2)$$

где V — объем раствора хлорной кислоты молярной концентрации c ($HClO_4$) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование пробы, см^3;

0,008903 — масса пищевого малата натрия Е350(ii), соответствующая 1 см^3 раствора хлорной кислоты молярной концентрации c ($HClO_4$) = 0,1 моль/дм^3, г;

K — коэффициент поправки раствора хлорной кислоты молярной концентрации c ($HClO_4$) = 0,1 моль/дм^3, определенный по 7.6.2.5а;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса анализируемой пробы по 7.6.2.6, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X}_2$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия приемлемости по 7.6.2.8а.

7.6.2.8 Метрологические характеристики метода

а) Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,40 %.

б) Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,60 %.

в) Границы абсолютной погрешности определения массовой доли пищевых малатов натрия Е350(ii) Δ_2 = ± 0,5 % при P = 95 %.

7.6.2.9 Оформление результатов

Результат определения массовой доли пищевых малатов натрия Е350(ii) представляют в виде ($\overline{X}_2 \pm \Delta_2$) %.

7.7 Определение массовой доли потерь при высушивании

Метод основан на способности пищевого малата натрия 1-замещенного Е350(i) освобождаться от летучих веществ при температуре 110 °С в течение 3 ч и пищевых малатов натрия Е350(ii) при температуре 130 °С в течение 4 ч. Массовую долю потерь определяют по разности в массе пробы пищевых малатов натрия до и после высушивания.

7.7.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и посуда

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0005 г.

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.

Стаканчик СН 45/13 по ГОСТ 25336.

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

7.7.2 Отбор проб — по 7.1.

7.7.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.7.4 Требования к квалификации оператора — по 7.2.4.

7.7.5 Проведение анализа

Чистый пустой стаканчик для взвешивания сушат вместе с крышкой в открытом виде при температуре (105 ± 2) °С в сушильном шкафу до постоянной массы. Массу считают постоянной, если разница между двумя последовательными взвешиваниями не превышает 0,0005 г. В случае увеличения массы берут данные предыдущих взвешиваний.

Взвешивают в стаканчике для взвешивания анализируемую пробу пищевого малата натрия 1-замещенного Е350(i) [или анализируемую пробу пищевых малатов натрия Е350(ii)] массой 2 г, с записью результата до четвертого десятичного знака, помещают стаканчик с пробой в открытом виде вместе с крышкой в сушильный шкаф. Сушат анализируемую пробу пищевого малата натрия 1-замещенного Е350(i) при температуре (110 ± 2) °С в течение 3 ч [анализируемую пробу пищевых малатов натрия Е350(ii) сушат при температуре (130 ± 2) °С в течение 4 ч]. После этого стаканчик быстро закрывают крышкой и охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры по 7.2.3 и взвешивают.

7.7.6 Обработка и оформление результатов для пищевого малата натрия 1-замещенного Е350(i)

7.7.6.1 Обработка результатов

Массовую долю потерь при высушивании пищевого малата натрия 1-замещенного Е350(i) X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(m - m_1)\,100}{(m - m_2)}, \qquad (3)$$

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

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

m_2 — масса сухого стаканчика, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\bar{X}_3$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия приемлемости по 7.7.6.2а.

7.7.6.2 Метрологические характеристики метода

Метрологические характеристики метода определения массовой доли потерь при высушивании пищевого малата натрия 1-замещенного Е350(i):

а) Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,50 %.

б) Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,80 %.

в) Границы абсолютной погрешности определения массовой доли потерь при высушивании пищевого малата натрия 1-замещенного Е350(i) Δ_3 = ± 0,6 % при P = 95 %.

7.7.6.3 Оформление результатов

Результат определения массовой доли потерь при высушивании пищевого малата натрия 1-замещенного Е350(i) представляют в виде ($\bar{X}_3 \pm \Delta_3$) %.

7.7.7 Обработка и оформление результатов для пищевых малатов натрия Е350(ii)

7.7.7.1 Обработка результатов

Массовую долю потерь при высушивании пищевых малатов натрия Е350(ii) X_4, %, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(m - m_1)\,100}{(m - m_2)} \qquad (4)$$

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

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

m_2 — масса сухого стаканчика, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X}_4$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{|X_{4_1} - X_{4_2}|}{\overline{X}_4}\,100 \le r, \qquad (5)$$

где X_{4_1}, X_{4_2} — результаты двух параллельных определений массовой доли потерь при высушивании, %;

$\overline{X}_4$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений массовой доли потерь при высушивании, %;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

r — значение предела повторяемости, приведенное в таблице 5, % абс.

7.7.7.2 Метрологические характеристики метода

Метрологические характеристики метода определения массовой доли потерь при высушивании пищевых малатов натрия Е350(ii) приведены в таблице 5.

Таблица 5

Диапазон определения массовой доли потерь при высушивании пищевых малатов натрия Е350(ii), %	Предел повторяемости r, % абс., при P = 95 %, n = 2	Предел воспроизводимости R, % абс., при P = 95 %, m = 2	Границы абсолютной погрешности $\Delta_{4(1)}$, $\Delta_{4(2)}$, %, при P = 95 %
От 0,1 до 7,0 включ.	0,60	0,90	0,6
От 20,5 до 23,5 включ.	2,00	3,00	2,0

7.7.7.3 Оформление результатов

Результат определения массовой доли потерь при высушивании пищевых малатов натрия Е350(ii) представляют в виде:

для полуводного — $(\overline{X}_4 \pm \Delta_{4(1)})$ %,

для 3-водного — $(\overline{X}_4 \pm \Delta_{4(2)})$ %.

7.8 Определение массовых долей малеиновой и фумаровой кислот полярографическим методом

Метод основан на различной способности ненасыщенных карбоновых кислот восстанавливаться на ртутном катоде при электролизе. Изменение потенциала ртутно-капельного электрода в зависимости от проходящего через раствор электрического тока регистрируется в виде вольтамперных кривых, называемых полярограммами.

7.8.1 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 100 °С, ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498.

Линейка с диапазоном измерений от 0 до 300 мм, погрешностью ± 0,5 мм по ГОСТ 427.

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

Полярограф универсальный с диапазоном определяемых концентраций по кадмию от $1 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-8}$ моль/дм^3, в инверсионном режиме с предварительным накоплением до $1 \cdot 10^{-9}$ моль/дм^3.

Электролизер.

Ртутно-капельный или пленочный электрод (отрицательной полярности).

Каломелевый электрод сравнения.

Баня водяная.

Мешалка магнитная.

Пипетки градуированные вместимостью 5 см^3, 25 см^3 1-го класса точности по ГОСТ 29227.

Колбы мерные 1–100(500,1000)–2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1–500(1000) по ГОСТ 25336.

Цилиндр мерный 1–500–1 по ГОСТ 1770.

Бюретка 1–1–2–25–0,1 по ГОСТ 29251.

Стакан стеклянный В(Н)-1(2)–50(150,500) ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч.

Кислота фумаровая с массовой долей основного вещества 99 %.

Кислота малеиновая по ГОСТ 9803.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Калий фосфорнокислый двузамещенный 3-водный по ГОСТ 2493.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Желатин по ГОСТ 11293.

Цинк металлический, гранулированный по ГОСТ 3640.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Аммоний ванадиево-кислый мета по ГОСТ 9336.

Фенолфталеин (индикатор).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного 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.

7.8.2 Отбор проб — по 7.1.

7.8.3 Условия проведения анализа

При подготовке и проведении анализа должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха .....от 18 °С до 25 °С;
- относительная влажность .....от 40 % до 90 %;
- напряжение в электросети.....220 В;
- частота тока в электросети ..... от 49 до 51 Гц;
- обеспечиваемая мощность полярографа, потребляемая от сети.....60 Вт;
- создаваемый потенциал .....от минус 0,1 до минус 2 В.

7.8.4 Требования к квалификации оператора по 7.2.4.

7.8.5 Подготовка к анализу

7.8.5.1 Очистка азота от кислорода

а) Насыщенный раствор ванадиево-кислого аммония готовят, растворяя 500 г аммония ванадиево-кислого мета в 1 дм^3 раствора серной кислоты с массовой долей 16 %, приготовленной по ГОСТ 4517 (пункт 2.89).

б) Амальгаму цинка готовят из гранулированного цинка в растворе серной кислоты с массовой долей 5 % по ГОСТ 4517 (пункт 2.3).

в) Насыщенный раствор аммония ванадиево-кислого мета по 7.8.5.1а смешивают встряхиванием с амальгамой цинка по 7.8.5.1б до получения фиолетовой окраски, свидетельствующей об образовании сульфата двухвалентного ванадия.

Раствор хранят в стеклянном сосуде в условиях по 7.8.3 — от 1,5 до 2 мес.

г) Азот из баллона с редуктором продувают через склянку, содержащую раствор сульфата двухвалентного ванадия по 7.8.5.1в, находящегося над гранулами амальгамы цинка по 7.8.5.1б.

7.8.5.2 Приготовление раствора желатина

В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 150 $см^3$ взвешивают 1,0 г желатина и растворяют с помощью магнитной мешалки в 65 $см^3$ кипяченой дистиллированной воды температурой (80 ± 5) °С, охлаждают и добавляют 35 $см^3$ этилового спирта в качестве консерванта.

Раствор используют свежеприготовленный.

7.8.5.3 Раствор фенолфталеина с массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4919.1 (таблица 1, пункт 39).

Раствор хранят в стеклянном сосуде в условиях по 7.8.3 — не более 12 мес.

7.8.5.4 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$ по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.2). Коэффициент поправки K определяют по ГОСТ 25794.1 (подпункт 2.2.3) и проверяют один раз в месяц.

Раствор хранят в стеклянном сосуде в условиях по 7.8.3 — не более 12 мес.

7.8.5.5 Приготовление буферного раствора А

В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 50 $см^3$ взвешивают 74,5 г хлористого калия, растворяют в 500 $см^3$ дистиллированной воды и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, добавляют 100 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

7.8.5.6 Приготовление буферного раствора Б

В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 500 $см^3$ взвешивают 171,0 г калия фосфорнокислого двузамещенного 3-водного, растворяют в 300 $см^3$ дистиллированной воды и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки, перемешивают. Полученный раствор в количестве 500 $см^3$ с помощью цилиндра переносят в коническую колбу вместимостью 1000 $см^3$, добавляют калий фосфорнокислый однозамещенный до достижения значения pH раствора 7.0 ед. pH. Значение pH контролируют с помощью pH-метра в соответствии с инструкцией к прибору.

7.8.5.7 Приготовление раствора сравнения

В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 50 $см^3$ взвешивают 20,0 г анализируемой пробы пищевого малата натрия, 0,2 г фумаровой кислоты, 0,01 г малеиновой кислоты, растворяют в дистиллированной воде и количественно переносят в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$, добавляют 300 $см^3$ раствора гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$ по 7.8.5.4, 2—3 капли раствора фенолфталеина по 7.8.5.3 и с помощью бюретки титруют раствором гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$ до появления слабого розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин. Содержимое колбы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор сравнения используют свежеприготовленный.

7.8.5.8 Приготовление анализируемого раствора пищевого малата натрия

В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 50 $см^3$ взвешивают 4,0 г анализируемой пробы пищевого малата натрия, растворяют в 25 $см^3$ дистиллированной воды, добавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина по 7.8.5.3 и нейтрализуют раствором гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$ по 7.8.5.4 до появления слабого розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем раствора до метки.

Раствор используют свежеприготовленный.

7.8.5.9 Подготовка к анализу растворов пищевого малата натрия и растворов сравнения

а) Анализируемый раствор А. Анализируемый раствор пищевого малата натрия по 7.8.5.8 в количестве 25 $см^3$ с помощью пипетки помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем раствора до метки буферным раствором А по 7.8.5.5.

б) Анализируемый раствор Б. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают с помощью пипетки 25 см^3 анализируемого раствора пищевого малата натрия по 7.8.5.8, добавляют 50 см^3 буферного раствора Б по 7.8.5.6 и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

в) Раствор сравнения А. Раствор сравнения по 7.8.5.7 в количестве 25 см^3 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем до метки буферным раствором А по 7.8.5.5.

г) Раствор сравнения Б. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают с помощью пипетки 25 см^3 раствора сравнения по 7.8.5.7, добавляют 50 см^3 буферного раствора Б по 7.8.5.6 и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

Растворы используют свежеприготовленными.

7.8.5.10 Подготовка к работе полярографа

Подготовку к работе и запуск полярографа осуществляют в соответствии с инструкцией к прибору.

7.8.6 Проведение анализа

7.8.6.1 Электролитическую ячейку (электролизер) промывают двумя-тремя порциями анализируемого раствора А по 7.8.5.9а, затем заполняют ее этим раствором, помещают на водяную баню и доводят температуру до значения в диапазоне от 24,5 °С до 25,5 °С, добавляют две капли раствора желатина по 7.8.5.2, удаляют кислород продуванием в течение 5 мин предварительно очищенным азотом по 7.8.5.1г. Помещают в электролитическую ячейку ртутно-капельный электрод, подходящий для полярографа, регулируют чувствительность тока по мере необходимости, регистрируют с помощью самописца полярограмму при потенциале от минус 0,1 до минус 0,8 В со скоростью 0,2 В/мин, с использованием насыщенного каломелевого электрода в качестве электрода сравнения.

Полярограмму раствора сравнения А по 7.8.5.9в, получают аналогично процедуре получения полярограммы анализируемого раствора А по 7.8.5.9а.

На зарегистрированных самописцем полярограммах линейкой измеряют высоту пиков, соответствующих потенциалу полярографической волны восстановления суммы малеиновой и фумаровой кислот равному минус 0,56 В.

7.8.6.2 Полярограммы анализируемого раствора Б по 7.8.5.9б и раствора сравнения Б по 7.8.5.9г получают аналогично по 7.8.6.1 за исключением того, что записывают полярограммы при потенциале от минус 1,05 до минус 1,70 В со скоростью 0,1 В/мин.

На зарегистрированных самописцем полярограммах находят высоты пиков, соответствующих потенциалу полярографической волны восстановления малеиновой кислоты равному минус 1,33 В.

7.8.7 Обработка результатов

7.8.7.1 Массовую долю суммы малеиновой и фумаровой кислот в анализируемой пробе пищевого малата натрия X_5, %, вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{V \cdot (C_1 + C_2) \cdot [i_u / (i_s - i_u)]}{1000\ m} 100, \qquad (6)$$

где V — объем анализируемого раствора А по 7.8.5.9а, помещенный в электролизер, см^3;

C_1 — массовая концентрация малеиновой кислоты в растворе сравнения А, г/дм^3;

C_2 — массовая концентрация фумаровой кислоты в растворе сравнения А, г/дм^3;

i_u — высота волны восстановления суммы малеиновой и фумаровой кислот в анализируемом растворе А, мм;

i_s — высота волны восстановления суммы малеиновой и фумаровой кислот в растворе сравнения А, мм;

m — масса анализируемой пробы по 7.8.5.8, г;

1000 — коэффициент пересчета в см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

Вычисления проводят до четвертого десятичного знака.

За окончательный результат анализа при определении массовой доли суммы малеиновой и фумаровой кислот в анализируемой пробе пищевого малата натрия принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X}_5$, %, округленное до третьего десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по 7.8.7.2а.

7.8.7.2 Метрологические характеристики метода определения массовой доли суммы малеиновой и фумаровой кислот в анализируемой пробе пищевого малата натрия:

а) Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,0020 %.

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

в) Границы абсолютной погрешности определений массовой доли суммы малеиновой и фумаровой кислот Δ_5 = ± 0,002 % при P = 95 %.

7.8.7.3 Оформление результатов определения массовой доли суммы малеиновой и фумаровой кислот в анализируемой пробе пищевого малата натрия

Результат определения массовой доли суммы малеиновой и фумаровой кислот в пищевом малате натрия представляют в виде $(\overline{X}_5 \pm \Delta_5)$ %.

7.8.7.4 Массовую долю малеиновой кислоты в анализируемой пробе пищевого малата натрия X_6, %, вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{V C_3 [i'_u / (i'_s - i''_u)]}{1000\, m} 100, \quad (7)$$

где V — объем анализируемого раствора Б по 7.8.5.9б, помещенный в электролизер, см^3;

C_3 — массовая концентрация малеиновой кислоты в растворе сравнения Б, г/дм^3;

i'_u — высота волны восстановления малеиновой кислоты в анализируемом растворе Б, мм;

i'_s — высота волны восстановления малеиновой кислоты в растворе сравнения Б, мм;

1000 — коэффициент пересчета в см^3;

m — масса анализируемой пробы по 7.8.5.8, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

Вычисления проводят до четвертого десятичного знака.

За окончательный результат анализа при определении массовой доли малеиновой кислоты в анализируемой пробе пищевого малата натрия принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X}_6$, %, округленное до третьего десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по 7.8.7.5а.

7.8.7.5 Метрологические характеристики метода определения массовой доли малеиновой кислоты в пищевом малате натрия:

а) Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,0020 %.

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

в) Границы абсолютной погрешности определений массовой доли малеиновой кислоты Δ_6 = ± 0,002 % при P = 95 %.

7.8.7.6 Оформление результатов определения массовой доли малеиновой кислоты в анализируемой пробе пищевого малата натрия

Результат определения массовой доли малеиновой кислоты в пищевом малате натрия представляют в виде $(\overline{X}_6 \pm \Delta_6)$ %.

7.8.7.7 Массовую долю фумаровой кислоты в анализируемой пробе пищевого малата натрия X_7, %, вычисляют по формуле

$$X_7 = \overline{X}_5 - \overline{X}_6 . \quad (8)$$

где $\overline{X}_5$ — массовая доля суммы малеиновой и фумаровой кислот, %;

$\overline{X}_6$ — массовая доля малеиновой кислоты, %.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли фумаровой кислоты $\Delta_7 = \pm 0{,}004$ % при $P = 95$ %.

7.8.7.8 Оформление результатов определения массовой доли фумаровой кислоты в анализируемой пробе пищевого малата натрия

Результат определения массовой доли фумаровой кислоты в пищевом малате натрия представляют в виде $(\overline{X}_7 \pm \Delta_7)$ %.

7.9 Определение массовой доли щелочи в пищевых малатах натрия Е350(ii)

Метод основан на нейтрализации гидроокиси натрия раствором кислоты в присутствии фенолфталеина.

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

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0005 г.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Бюретка 1–1–2–25–0,1 по ГОСТ 29251.

Колбы Кн-1–250 по ГОСТ 25336.

Стаканы стеклянные В(Н)-1–100 по ГОСТ 25336.

Цилиндр мерный 1–100–1 по ГОСТ 1770.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Фенолфталеин (индикатор).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного 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.

7.9.2 Отбор проб — по 7.1.

7.9.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.9.4 Требования к квалификации оператора — по 7.2.4.

7.9.5 Подготовка к анализу

7.9.5.1 Воду дистиллированную освобождают от углекислоты по ГОСТ 4517 (пункт 2.38).

7.9.5.2 Раствор фенолфталеина с массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4919.1 (таблица 1, пункт 39).

Раствор хранят в стеклянном сосуде в условиях по 7.2.3 — не более 6 мес.

7.9.5.3 Раствор серной кислоты молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,05 моль/дм^3 готовят из раствора молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3 по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.1) разбавлением дистиллированной водой в два раза.

Раствор используют свежеприготовленный.

7.9.6 Проведение анализа

7.9.6.1 Определение массовой доли щелочи в анализируемой пробе

В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 100 см^3 взвешивают анализируемую пробу пищевого малата натрия Е350(ii) массой 1 г с записью до четвертого десятичного знака, затем количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в 20 см^3 дистиллированной воды по 7.9.5.1 и прибавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина по 7.9.5.2. Если появляется розовое окрашивание, раствор титруют раствором серной кислоты молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,05 моль/дм^3 по 7.9.5.3 до обесцвечивания.

7.9.6.2 Определение массовой доли щелочи в дистиллированной воде по 7.9.5.1 проводят в соответствии с 7.9.6.1 в отсутствие анализируемой пробы пищевых малатов натрия Е350(ii).

7.9.7 Обработка результатов

Массовую долю щелочи в пересчете на Na_2CO_3 в анализируемой пробе пищевых малатов натрия Е350(ii) X_8, %, вычисляют по формуле

$$X_8 = \frac{(V - V_1)\,52{,}99 \cdot 0{,}05 \cdot 100}{1000\,m}\,100, \qquad (9)$$

где V — объем серной кислоты молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,05 моль/дм^3 по 7.9.5.3, израсходованный на титрование дистиллированной воды по 7.9.6.2, см^3;

V_1 — объем серной кислоты молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,05 моль/дм^3 по 7.9.5.3, израсходованный на титрование анализируемой пробы по 7.9.6.1, см^3;

52,99 — молярная масса эквивалента углекислого натрия, г/моль;

0,05 — молярная концентрация раствора серной кислоты по 7.9.5.3, моль/дм^3;

1000 — коэффициент пересчета дм^3 в см^3;

m — масса анализируемой пробы по 7.9.6.1, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X}_8$, %, округленное до второго десятичного знака, если выполняются условия приемлемости по 7.9.8а.

7.9.8 Метрологические характеристики метода

а) Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = ± 0,040 %.

б) Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = ± 0,060 %.

в) Границы абсолютной погрешности определения массовой доли щелочи в пищевом малате натрия Е350(ii) Δ_8 = ± 0,04 % при P = 95 %.

7.9.9 Оформление результатов

Результат определения массовой доли щелочи в пищевом малате натрия Е350(ii) представляют в виде ($\overline{X}_8 \pm \Delta_8$) %.

7.10 Тест на 1,2-дикарбоновую кислоту

Метод основан на флюоресценции раствора в ультрафиолетом излучении при взаимодействии (реакции) дикарбоновых кислот с азокрасителем.

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

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0005 г.

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

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

Лампа ультрафиолетовая.

Цилиндр мерный 1–100–1 по ГОСТ 1770.

Стаканы В(Н)–1–100 по ГОСТ 25336.

Пробирка градуированная П-1–15–0,1 ТХС по ГОСТ 1770.

Пипетки 2–2–1–5 по ГОСТ 29227.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч.

Резорцин по ГОСТ 9970.

Серная кислота по ГОСТ 4204.

Фенолфталеин (индикатор).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного 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.

7.10.2 Отбор проб — по 7.1.

7.10.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.10.4 Требования к квалификации оператора — по 7.2.4.

7.10.5 Подготовка к анализу

7.10.5.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия массовой долей 40 %.

В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 100 $см^3$ взвешивают 40,0 г гидроокиси натрия, растворяют в 60 $см^3$ дистиллированной воды.

Раствор хранят в стеклянном сосуде при температуре (20 ± 2) °С — не более 12 мес.

7.10.5.2 Раствор фенолфталеина с массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4919.1 (таблица 1, пункт 39).

Раствор хранят в стеклянном сосуде при температуре (20 ± 2) °С — не более 12 мес.

7.10.6 Проведение анализа

Анализируемую пробу пищевого малата натрия массой (0,050 ± 0,001) г и резорцин массой (0,0025 ± 0,0005) г помещают в пробирку, добавляют 1 $см^3$ серной кислоты, нагревают в сушильном шкафу при температуре (130 ± 2) °С в течение 5 мин и охлаждают при температуре воздуха (20 ± 2) °С. Прибавляют пипетками 5 $см^3$ дистиллированной воды, 2—3 капли раствора фенолфталеина по 7.10.5.2 и по каплям раствор гидроокиси натрия по 7.10.5.1 до появления слабого розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин. Раствор охлаждают при температуре воздуха (20 ± 2) °С, доводят объем раствора дистиллированной водой до 10 $см^3$ и помещают под ультрафиолетовую лампу.

Раствор должен флюоресцировать сине-зеленым цветом, что подтверждает наличие в анализируемой пробе 1,2-дикарбоновой кислоты.

7.11 Определение токсичных элементов

7.11.1 Отбор проб — по 7.1.

7.11.2 Требования к квалификации оператора — по 7.2.4.

7.11.3 Массовую долю свинца определяют по ГОСТ 26932 или ГОСТ 30178.

7.11.4 Массовую долю мышьяка определяют по ГОСТ 26930.

7.11.5 Массовую долю ртути определяют по ГОСТ 26927.

8 Транспортирование и хранение

8.1 Пищевые малаты натрия перевозят в крытых транспортных средствах всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на соответствующих видах транспорта.

8.2 Пищевые малаты натрия хранят в упаковке изготовителя в сухих отапливаемых складских помещениях на деревянных стеллажах или поддонах при температуре от 10 °С до 25 °С относительной влажности воздуха не более 70 %.

8.3 Срок годности пищевых малатов натрия устанавливает изготовитель.

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, малаты натрия, E350(i) малат натрия 1-замещенный, E350(ii) малат натрия, натрий кислый яблочнокислый, натрий яблочнокислый полуводный, натрий яблочнокислый 3-водный

Редактор А.Э. Попова
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60×84 $^{1}/_{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,26. Тираж 42 экз. Зак. 3823.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

gost.e-ecolog.ru