МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33773— 2016

Добавки пищевые

КАЛИЯ ПОЛИФОСФАТ Е452(ii)

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 29 марта 2016 г. № 86-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17 мая 2016 г. № 327-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33773-2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2017 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 (gost.e-ecolog.ru

© 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 Технические требования ... 3
3.1 Характеристики ... 3
3.2 Требования к сырью ... 4
3.3 Упаковка ... 4
3.4 Маркировка ... 5
4 Требования безопасности ... 5
5 Правила приемки ... 5
6 Методы контроля ... 7
6.1 Отбор и подготовка проб ... 7
6.2 Определение органолептических показателей ... 7
6.3 Тест на растворимость ... 8
6.4 Тест на образование геля ... 8
6.5 Тест на калий-ионы ... 9
6.6 Тест на фосфат-ионы ... 10
6.7 Определение массовой доли общей пятиокиси фосфора ... 11
6.8 Определение массовой доли потерь при прокаливании ... 13
6.9 Определение массовой доли циклических фосфатов ... 15
6.10 Определение массовой доли фторидов ... 19
6.11 Определение токсичных элементов ... 21
7 Транспортирование и хранение ... 21
Библиография ... 22

Поправка к ГОСТ 33773—2016 Добавки пищевые. Калия полифосфат Е452(ii). Технические условия

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Туркмения	ТМ	Главгосслужба «Туркменстандартлары»

(ИУС № 2 2023 г.)

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

КАЛИЯ ПОЛИФОСФАТ Е452(ii)

Технические условия

Food additives. Potassium polyphosphates E452 (ii).
Specifications

Дата введения — 2017—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку полифосфат калия Е452(ii) (далее — пищевые полифосфаты калия), предназначенную для использования в пищевой промышленности как влагоудерживающий агент, эмульгатор, стабилизатор пищевых продуктов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

Издание официальное

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 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3765—78 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 4143—78 Реактивы. Калий углекислый кислый. Технические условия

ГОСТ 4172—76 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный. Технические условия

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

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4217—77 Реактивы. Калий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4221—76 Реактивы. Калий углекислый. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4463—76 Реактивы. Натрий фтористый. 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 5456—79 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 5817—77 Реактивы. Кислота винная. Технические условия

ГОСТ 6016—77 Реактивы. Спирт изобутиловый. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 8515—75 Диаммонийфосфат. Технические условия

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

ГОСТ 9285—78 (ИСО 992—75, ИСО 995—75, ИСО 2466—73) Калия гидрат окиси технический. Технические условия

ГОСТ 9805—84 Спирт изопропиловый. Технические условия

ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 10678—76 Кислота ортофосфорная термическая. 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 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 18389—2014 Проволока из платины и сплавов на ее основе. Технические условия

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

ГОСТ 22159—76 Реактивы. Гидразин дигидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. 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 26927—86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения ртути

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

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

ГОСТ 26933—86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения кадмия

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

ГОСТ 28365—89 Реактивы. Метод бумажной хроматографии

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

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

ГОСТ 31266—2004* Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка

ГОСТ 31628—2012 Продукты пищевые и продовольственное сырье. Инверсионно-вольтамперометрический метод определения массовой концентрации мышьяка

ГОСТ 31687—2012 Добавки пищевые. Калия фосфаты Е340. Общие технические условия

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

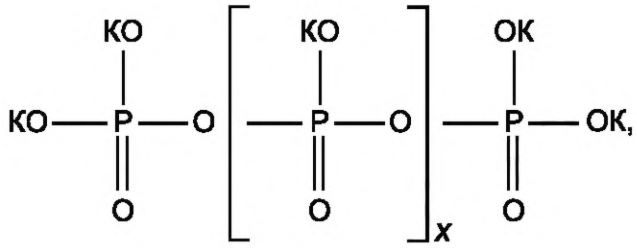
3 Технические требования

3.1 Характеристики

3.1.1 Пищевая добавка Е452(ii) представляет собой смесь калиевых солей линейно конденсированных полифосфорных кислот общей формулы $H_{n+2}P_nO_{3n+1}$, где $n \geq 2$.

Химическое название — калия полифосфат.

Структурная формула:



где $x = n - 2$.

3.1.2 Пищевые полифосфаты калия изготавливают 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 По органолептическим показателям пищевые полифосфаты калия должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51766—2001 «Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка».

Таблица 1 — Органолептические показатели

Наименование показателя	Характеристика показателя
Внешний вид	Стеклообразные массы, пластинки, кристаллы или порошок
Цвет	Бесцветный или белый
Запах	Без запаха

3.1.4 По физико-химическим показателям пищевые полифосфаты калия должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

Таблица 2 — Физико-химические показатели

Наименование показателя	Норма
Тест на растворимость	Выдерживает испытание
Тест на образование геля	Выдерживает испытание
Тест на калий-ионы	Выдерживает испытание
Тест на фосфат-ионы	Выдерживает испытание
Массовая доля потерь при прокаливании, %, не более	2,0
Массовая доля циклических фосфатов (как P_2O_5), %, не более	8,0
Массовая доля фторидов, млн$^{-1}$ (мг/кг), не более	10,0

3.1.5 Массовая доля общей пятиокиси фосфора (P_2O_5) в прокалённом полифосфате калия, должна соответствовать требованиям [1] или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

3.1.6 Содержание токсичных элементов (мышьяк, свинец, ртуть, кадмий) в пищевых полифосфатах калия 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 пищевых полифосфатов калия используют следующее сырье:
- кислоту ортофосфорную термическую марки А по ГОСТ 10678;
- калия гидроокись по ГОСТ 9285 или ГОСТ 24363;
- калий углекислый по ГОСТ 4221;
- калий углекислый кислый по ГОСТ 4143;
- калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198 или по ГОСТ 31687;
- калий фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 2493 или по ГОСТ 31687.

3.2.2 Допускается применение аналогичного сырья, обеспечивающего получение пищевого полифосфата калия в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

3.3 Упаковка

3.3.1 Пищевые полифосфаты калия 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 упаковываемых пищевых полифосфатов калия 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.

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 пищевых полифосфатов калия 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 Пищевые полифосфаты калия, отправляемые 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 нормативным правовым актам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

3.4.2 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.

4 Требования безопасности

4.1 Пищевые полифосфаты калия нетоксичны, пожаро- и взрывобезопасны.

4.2 По степени воздействия на организм человека пищевых полифосфатов калия 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.

4.3 При работе с пищевыми полифосфатами калия 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 пищевыми полифосфатами калия, 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 При работе с пищевыми полифосфатами калия контроль воздуха рабочей зоны должен осуществляться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

5 Правила приемки

5.1 Пищевые полифосфаты калия принимают партиями.

Партией считают количество пищевых полифосфатов калия, произведенное одним изготовителем по одному нормативному документу за один технологический цикл, в одинаковой упаковке, сопровождаемое товаросопроводительной документацией, обеспечивающей прослеживаемость продукции.

5.2 Для проверки соответствия пищевых полифосфатов калия 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.

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

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

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

5.5 Контроль массы нетто пищевых полифосфатов калия 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 полифосфатов калия в каждой упаковочной единице — по 3.3.5.

5.6 Приемка партии пищевых полифосфатов калия по массе нетто, качеству упаковки и правильности нанесенной маркировки упаковочных единиц

5.6.1 Партию принимают, если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности нанесенной маркировки и массе нетто пищевых полифосфатов калия, 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 пищевых полифосфатов калия, 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 нанесенной маркировки и массе нетто пищевых полифосфатов калия, больше или равно браковочному числу.

5.7 Приемка партии пищевых полифосфатов калия по органолептическим и физико-химическим показателям

5.7.1 Для контроля органолептических и физико-химических показателей пищевых полифосфатов калия 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 пищевых полифосфатов калия в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты испытаний распространяют только на пищевые полифосфаты калия в этой упаковке.

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

6 Методы контроля

6.1 Отбор и подготовка проб

6.1.1 Для составления суммарной пробы пищевых полифосфатов калия 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 до получения необходимой массы пробы, 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 пищевых полифосфатов калия.

Рекомендуемый срок хранения пробы при температуре от 18 °С до 25 °С и относительной влажности воздуха от 40 % до 75 % — не более двух лет.

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 пищевых полифосфатов калия.

6.2.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда и материалы

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 50 °С, ценой деления 0,5 °С по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Лампы люминесцентные типа ЛД по ГОСТ 6825.

Стаканчик СВ-34/12 по ГОСТ 25336.

Пластинка стеклянная.

Бумага белая.

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

6.2.2 Отбор проб — по 6.1.

6.2.3 Условия проведения анализа

При проведении испытаний должны быть соблюдены следующие условия:

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

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

6.2.4 Требования к квалификации оператора

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

6.2.5 Проведение анализа

6.2.5.1 Внешний вид и цвет пищевых полифосфатов калия 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.

6.2.5.2 Для определения запаха стаканчик для взвешивания заполняют на половину его вместимости анализируемой пробой пищевых полифосфатов калия, закрывают крышкой и выдерживают в течение 1 ч при температуре (20 ± 5) °С.

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

6.3 Тест на растворимость

Метод основан на способности пищевых полифосфатов калия растворяться в водном растворе уксуснокислого натрия.

6.3.1 Средства измерений, посуда, реактивы

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

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

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

Колба П–1–250 –29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1–100–1 по ГОСТ 1770.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, 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 ниже вышеуказанных.

6.3.2 Отбор проб — по 6.1.

6.3.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.3.4. Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

6.3.5 Подготовка к анализу

Раствор уксуснокислого натрия массовой долей 4 % готовят в стакане вместимостью 250 см^3 растворением 4,0 г натрия уксуснокислого 3-водного в 96 см^3 дистиллированной воды.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.3.6 Проведение анализа

Анализируемую пробу пищевых полифосфатов калия массой 1,0 г помещают в колбу вместимостью 250 см^3, которая содержит 100 см^3 раствора ацетата натрия по 6.3.5, и перемешивают круговыми движениями колбы в течение 5 мин до растворения пробы.

В образовавшемся растворе при наблюдении невооруженным глазом не должно обнаруживаться частиц пробы.

6.4 Тест на образование геля

Метод основан на способности пищевых полифосфатов калия к гелеобразованию в растворе хлористого натрия.

6.4.1 Средства измерений, посуда, реактивы

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

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

Цилиндр 1–100–1 по ГОСТ 1770.

Палочка стеклянная.
Пестик 1 по ГОСТ 9147.
Ступка 2 по ГОСТ 9147.
Натрий хлористый по ГОСТ 4233, ч.
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 ниже вышеуказанных.

6.4.2 Отбор проб — по 6.1.

6.4.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.4.4 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

6.4.5 Подготовка к анализу

Раствор хлористого натрия массовой долей 2 % готовят в стакане вместимостью 250 $см^3$ растворением 2 г натрия хлористого в 98 $см^3$ дистиллированной воды.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.4.6 Проведение анализа

В стакан вместимостью 250 $см^3$ вносят 100 $см^3$ раствора хлористого натрия по 6.4.5 и медленно при интенсивном перемешивании раствора стеклянной палочкой добавляют 1 г растертой в порошок анализируемой пробы пищевых полифосфатов калия.

Образование вязкой гелеобразной массы подтверждает присутствие в пробе конденсированных фосфатов калия.

6.5 Тест на калий-ионы

Метод основан на качественном определении калий-ионов по окрашиванию бесцветного пламени в фиолетовый цвет или по образованию осадка битартрата калия.

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

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

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.
Электроплитка по ГОСТ 14919.
Горелка газовая.
Стакан В (Н) -1–100 (ТХС), В (Н) -1–250 (ТХС) по ГОСТ 25336.
Цилиндры 1–25–1, 1–100–1 по ГОСТ 1770.
Пипетки 1–2–2–1, 1–2–2–2 по ГОСТ 29227.
Пробирка П1 (2)-14–150 ХС по ГОСТ 25336.
Тигель высокий 5 по ГОСТ 9147.
Проволока из платины по ГОСТ 18389.
Палочка стеклянная.
Стекло часовое.
Сетка асбестовая.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.
Кислота азотная по ГОСТ 4461, ч.
Кислота винная по ГОСТ 5817, ч.
Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, ч.
Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.
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 ниже вышеуказанных.

6.5.2 Отбор проб — по 6.1.

6.5.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.5.4 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

6.5.5 Подготовка к анализу

6.5.5.1 Раствор винной кислоты массовой долей 20 % готовят в стакане вместимостью 250 см^3 растворением 20,0 г винной кислоты в 80 см^3 дистиллированной воды.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.5.5.2 Раствор уксуснокислого натрия массовой долей 10 % готовят в стакане вместимостью 250 см^3 растворением 10,0 г уксуснокислого натрия в 90,0 см^3 дистиллированной воды.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.5.6 Подготовка анализируемой пробы

Анализируемую пробу пищевых полифосфатов калия массой 0,5 г смешивают в стакане вместимостью 100 см^3 с 10 см^3 концентрированной азотной кислоты и 50 см^3 дистиллированной воды. Стакан устанавливают на электрическую плитку, покрытую асбестовой сеткой, закрывают часовым стеклом, кипятят в течение 30 мин для гидролиза полифосфатов, затем охлаждают до температуры окружающего воздуха по 6.2.3.

6.5.7 Проведение анализа

6.5.7.1 Способ 1. В пробирку пипеткой вносят 2 см^3 раствора гидролизата анализируемой пробы пищевых полифосфатов калия по 6.5.6, добавляют 1 см^3 раствора винной кислоты по 6.5.5.1, 1 см^3 раствора уксуснокислого натрия по 6.5.5.2, 0,5 см^3 этилового спирта и встряхивают. Постепенное образование белого кристаллического осадка битартрата калия подтверждает присутствие ионов калия.

6.5.7.2 Способ 2. Раствор гидролизата анализируемой пробы пищевых полифосфатов калия по 6.5.6 помещают в фарфоровый тигель и выпаривают на электрической плитке до сухого остатка. Платиновую проволоку нагревают в пламени горелки и быстро вносят в сухой остаток. Далее прилипшие к проволоке частицы осторожно сплавляют в пламени горелки, опускают в концентрированную соляную кислоту и снова помещают в пламя. Окрашивание бесцветного пламени в фиолетовый цвет — подтверждает присутствие ионов калия.

6.6 Тест на фосфат-ионы

Метод основан на гидролизе пищевых полифосфатов калия в кислой среде до ортофосфатов и качественным их определении по образованию осадков фосфорномолибдата аммония или ортофосфата серебра.

6.6.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы, реактивы

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

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

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

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

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

Пробирка П1 (2)-14–150 ХС по ГОСТ 25336.

Воронка В–56–80 ХС по ГОСТ 25336.

Колба 2–1000–2 по ГОСТ 1770.

Ступка 3 по ГОСТ 9147.

Пестик 2 по ГОСТ 9147.

Тигель высокий 5 по ГОСТ 9147.

Палочка стеклянная.

Фильтры обеззоленные «синяя лента».

Бумага индикаторная универсальная.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ч.

Кислота молибденовая массовой долей основного вещества не менее 85%, ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.6.2 Отбор проб — по 6.1.

6.6.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.6.4 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

6.6.5 Подготовка к анализу

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

Раствор хранят в плотно закрытой стеклянной емкости в условиях по 6.2.3 — не более 12 мес.

6.6.5.2 Раствор азотнокислого серебра массовой долей 4,2 % готовят в стакане вместимостью 250 см^3 растворением 4,2 г азотнокислого серебра в 95,8 см^3 дистиллированной воды.

Раствор хранят в плотно закрытой стеклянной посуде из темного стекла в условиях по 6.2.3 — не более 6 мес.

6.6.5.3 Раствор аммиака массовой долей 10 % готовят в соответствии с ГОСТ 4517 (пункт 2.4).

Раствор хранят в плотно закрытой посуде из полиэтилена в условиях по 6.2.3 — не более 6 мес.

6.6.5.4 Приготовление раствора молибденовокислого аммония

Растворяют 6,5 г измельченной в порошок молибденовой кислоты в смеси 14 см^3 дистиллированной воды и 14,5 см^3 водного аммиака.

Раствор охлаждают и постепенно при перемешивании добавляют к охлажденной смеси 32 см^3 концентрированной азотной кислоты и 40 см^3 дистиллированной воды, выдерживают в течение 48 ч и фильтруют.

Раствор хранят в емкости из темного стекла в условиях по 6.2.3 — не более 1 мес. Если во время хранения образуется осадок, то для анализа используют только прозрачный раствор над осадком.

6.6.5.5 Раствор гидроокиси натрия массовой долей 4,3 % готовят в стакане вместимостью 250 см^3 растворением 4,3 г гидроокиси натрия в 95,7 см^3 дистиллированной воды.

Срок хранения раствора в закрытой емкости в условиях по 6.2.3 — не более 12 мес.

6.6.6 Проведение анализа

6.6.6.1 Способ 1.

В пробирку пипеткой вносят 5 см^3 гидролизата анализируемой пробы пищевых фосфатов калия, приготовленного по 6.5.6, прибавляют раствор гидроокиси натрия по 6.6.5.5 до нейтральной реакции среды по универсальной индикаторной бумаге и 1 см^3 раствора азотнокислого серебра по 6.6.5.2. Образование осадка желтого цвета, растворимого в растворе азотной кислоты по 6.6.5.1 и растворе аммиака по 6.6.5.3, подтверждает присутствие фосфат-ионов.

6.6.6.2 Способ 2.

К 2 см^3 гидролизата анализируемой пробы пищевых фосфатов калия, приготовленного по 6.5.6, прибавляют пипеткой 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония по 6.6.5.4 и нагревают. Образование желтого осадка, растворимого в растворе аммиака по 6.6.5.3, подтверждает присутствие фосфат-ионов.

6.7 Определение массовой доли общей пятиокиси фосфора

Массовую долю общей пятиокиси фосфора в предварительно высушенной и прокаленной при температуре (550 ± 25) °С пробе пищевых полифосфатов калия определяют титриметрическим фосфоромолибдатным методом. Метод основан на осаждении фосфатов, образующихся в результате кислотного гидролиза пищевых полифосфатов калия, в виде фосфоромолибдата аммония, растворении осадка избытком раствора гидроокиси натрия и титровании не прореагировавшей гидроокиси натрия раствором серной кислоты в присутствии кислотно-основного индикатора.

6.7.1 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 и ± 0,01 г.

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

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Стаканы В (Н) -1–100 ТХС, В (Н) -1–250 ТХС, В (Н) -1–400 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1–25–1, 1–100–1, 1–500–1 по ГОСТ 1770.

Колбы 2–100–2, 2–1000–2 по ГОСТ 1770.

Бюретка I–1–2–50–0,1 по ГОСТ 29251.

Капельница 2–50 ХС по ГОСТ 25336.
Воронка В–56–80 ХС по ГОСТ 25336.
Пипетки 1–1–2–2, 1–1–2–5 по ГОСТ 29227.
Пробирка П1 (2)-14–150 ХС по ГОСТ 25336.
Ступка 3 по ГОСТ 9147.
Пестик 2 по ГОСТ 9147.
Палочка стеклянная.
Фильтры обеззоленные «синяя лента».
Бумага индикаторная лакмусовая синяя.
Кислота азотная по ГОСТ 4461, ч.
Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.
Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч.
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.
Кислота молибденовая массовой долей основного вещества не менее 85%, ч.
Калий азотнокислый по ГОСТ 4217, ч.
Натрий форфорнокислый двузамещенный 12-водный по ГОСТ 4172, ч.
Фенолфталеин (индикатор).
Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.
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 ниже вышеуказанных.

6.7.2 Отбор проб — по 6.1.

6.7.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.7.4 Требования к квалификации оператора — по 6.2.4.

6.7.5 Подготовка к анализу

6.7.5.1 Раствор молибденовокислого аммония готовят по 6.6.5.4. Перед проведением анализа раствор проверяют на пригодность. Для этого к 2 $см^3$ раствора, полученного растворением 16,0 г натрия фосфорнокислого двузамещенного 12-водного в 84 $см^3$ дистиллированной воды, добавляют 5 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония по 6.6.5.4. Раствор не годен для анализа, если обильный желтый осадок не образовался сразу после смешения растворов.

6.7.5.2 Раствор азотной кислоты готовят в стакане вместимостью 400 $см^3$ разбавлением 10 $см^3$ концентрированной азотной кислоты 350 $см^3$ дистиллированной воды.

Раствор хранят в условиях по 6.2.3 — не более 12 мес.

6.7.5.3 Раствор азотнокислого калия массовой долей 1 % готовят в стакане вместимостью 250 $см^3$ растворением 1,0 г калия азотнокислого в 99 $см^3$ дистиллированной воды.

Раствор хранят в условиях по 6.2.3 — не более 6 мес.

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

Раствор хранят в полиэтиленовой плотно закрытой посуде в условиях по 6.2.3 — не более 6 мес.

Коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия молярной концентрации $c(1/2H_2SO_4)$ = 1 моль/$дм^3$ определяют по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.1.3), проверяют коэффициент поправки один раз в месяц.

6.7.5.5 Раствор серной кислоты молярной концентрации $c(1/2H_2SO_4)$ = 1 моль/$дм^3$ готовят по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.1).

Раствор хранят в условиях по 6.2.3 — не более 12 мес.

Коэффициент поправки раствора серной кислоты молярной концентрации $c(1/2H_2SO_4)$ = 1 моль/$дм^3$ определяют по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.1.3), проверяют коэффициент поправки один раз в месяц.

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

Раствор хранят в условиях по 6.2.3 — не более 12 мес.

6.7.6 Проведение анализа

Анализируемую пробу пищевых полифосфатов калия, предварительно прокаленную по 6.8.5, массой 0,3 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в стакан вместимостью 400 $см^3$, прибавляют 15 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и 30 $см^3$ дистиллированной воды, кипятят в течение 30 мин и разбавляют дистиллированной водой до объема приблизительно равного 100 $см^3$. Затем раствор гидролизата пробы нагревают до температуры (50 ± 2) °С, прибавляют

75 см^3 раствора мобилденовокислого аммония по 6.7.5.1 и выдерживают при температуре (50 ± 2) °С в течение 30 мин, периодически перемешивая содержимое стакана. После охлаждения раствор с осадком фильтруют методом декантации через бумажный фильтр «синяя лента». Осадок три раза промывают декантацией раствором азотной кислоты по 6.7.5.2 порциями объемом от 30 до 40 см^3, сливая промывные воды через этот же фильтр. Затем осадок количественно переносят на фильтр раствором азотнокислого калия по 6.7.5.3 и промывают стакан и осадок на фильтре этим раствором до исчезновения кислой реакции промывных вод по лакмусовой индикаторной бумаге.

Фильтр с осадком переносят в стакан, в котором был осажден осадок, прибавляют из бюретки 50 см^3 раствора гидроокиси натрия по 6.7.5.4, перемешивают до полного растворения осадка, прибавляют три капли раствора фенолфталеина по 6.7.5.6 и титруют избыток гидроокиси натрия раствором серной кислоты по 6.7.5.5 до исчезновения розовой окраски раствора.

6.7.7 Обработка результатов

Массовую долю общей пятиокиси фосфора пищевых полифосфатов калия X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(50 \cdot K - V \cdot K_1) \cdot 0{,}003086 \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где 50 — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3, добавленный для растворения осадка фосфоромолибдата аммония, см^3;

K — коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3, определенный по 6.7.5.4;

V — объем раствора серной кислоты молярной концентрации c ($1/2H_2SO_4$) = 1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

K_1 — коэффициент поправки раствора серной кислоты молярной концентрации c ($1/2H_2SO_4$) = 1 моль/дм^3, определенной по 6.7.5.5;

0,003086 — масса фосфатов в пересчете на пятиокись фосфора, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации, c (NaOH) = 1 моль/дм^3, г;

m — масса анализируемой пробы по 6.7.6, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X}_1$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по 6.7.8.1.

6.7.8 Метрологические характеристики метода

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

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

6.7.8.3 Границы абсолютной погрешности определения массовой доли общей пятиокиси фосфора пищевых полифосфатов калия Δ_1 = ± 0,5 % при P = 95 %.

6.7.9 Оформление результатов

Результат определения массовой доли общей пятиокиси фосфора пищевых полифосфатов калия представляют в виде $(\overline{X}_1 \pm \Delta_1)$ %.

6.8 Определение массовой доли потерь при прокаливании

Метод основан на способности пищевых полифосфатов калия освобождаться от летучих веществ при нагревании до температуры 550 °С.

Массовую долю потерь при прокаливании определяют по разности массы пробы пищевых полифосфатов калия до и после прокаливания.

6.8.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы

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 1 °С по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

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

Печь муфельная, обеспечивающая поддержание заданного режима температуры от 150 °С до 600 °С с погрешностью ± 25 °С.

Щипцы тигельные.

Эксикатор 2–250 по ГОСТ 25336.

Тигель высокий 3 по ГОСТ 9147.

Крышка к тиглю 3 по ГОСТ 9147.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

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

6.8.2 Отбор проб – по 6.1.

6.8.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.8.4 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

6.8.5 Проведение анализа

Чистый пустой фарфоровый тигель прокаливают вместе с крышкой в муфельной печи при температуре (550 ± 25) °С в течение 30 мин. Затем тигель закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе с обезвоженным хлористым кальцием 40 мин и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака. Высушивание тигля с крышкой повторяют при тех же условиях до тех пор, пока расхождение между результатами двух последовательных взвешиваний будет не более 0,001 г.

Анализируемую пробу пищевых полифосфатов калия массой от 1,5 до 2 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака распределяют равномерным слоем по дну осторожным постукиванием тигля, помещают в открытом виде вместе с крышкой в сушильный шкаф и сушат при температуре (105 ± 2) °С в течение 4 ч. После этого тигель с пробой и крышкой помещают в муфельную печь и прокаливают при температуре (550 ± 25) °С в течение 30 мин. Затем тигель закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе 40 мин и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака.

6.8.6 Обработка результатов

Массовую долю потерь при прокаливании пищевых полифосфатов калия X_2, %, вычисляют по формуле

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

где m — масса тигля с пробой до прокаливания, г;

m_1 — масса тигля с пробой после прокаливания, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m_2 — масса тигля, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений — $\overline{X}_2$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по 6.8.7.1.

6.8.7 Метрологические характеристики метода

6.8.7.1 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,10 %.

6.8.7.2 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,20 %.

6.8.7.3 Границы абсолютной погрешности определений массовой доли потерь при прокаливании Δ_2 = ± 0,1 % при P = 95 %.

6.8.8 Оформление результатов

Результат определения массовой доли потерь при прокаливании пищевых полифосфатов калия представляют в виде $(\overline{X}_2 \pm \Delta_2)$ %.

6.9 Определение массовой доли циклических фосфатов

Метод основан на разделении циклических фосфатов (тримета-, тетрамета-, гексамета- и октаметафосфатов) и линейных конденсированных полифосфатов в пищевых полифосфатах калия двумерной бумажной хроматографией, проявлении хроматограмм кислым раствором молибденовокислого аммония, идентификации хроматографических зон циклических фосфатов по величинам R_f, их элюировании с хроматограмм раствором аммиака и количественном определении общего содержания циклических фосфатов, выраженных как пятиокись фосфора, фотометрическим методом по окраске синего фосфорномолибденового комплекса (молибденовой сини).

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

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

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

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр с диапазоном измерения в интервале длин волн от 350 до 980 нм, допустимой абсолютной погрешностью коэффициента пропускания не более 1 %.

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Облучатель УФС-254 на длину волны 254 нм.

Камера хроматографическая с герметичной крышкой.

Баня водяная.

Пульверизатор.

Микрошприц вместимостью 0,001 $см^3$ (1 мкл).

Цилиндры 1–50–1, 1–500–1, 1–1000–1 по ГОСТ 1770.

Стаканы В (Н) -1–100 ХС, В (Н) -1–250 ХС, В (Н) -1–1000 ТХС, В (Н) -1–2000 ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы 2–50–2, 2–100–2, 2–1000–2 по ГОСТ 1770.

Воронка В–56–80 ХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 2–2–20, 2–2–25 по ГОСТ 29169.

Пипетки 1–2–2–1, 1–2–2–5, 1–2–2–10 по ГОСТ 29227.

Стаканчик СВ–34/12 по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная.

Стакан 7 по ГОСТ 9147.

Бумага хроматографическая целлюлозная размером не менее 25 х 25 см.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Кислота трихлоруксусная массовой долей основного вещества не менее 98,5%, ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч. д. а.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, х. ч.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Кислота хлорная массовой долей основного вещества не менее 60 %, ч.

Гидразин дигидрохлорид по ГОСТ 22159, х. ч.

Спирт изобутиловый по ГОСТ 6016, х. ч.

Спирт изопропиловый абсолютированный по ГОСТ 9805.

Натрий триметафосфат массовой долей основного вещества не менее 95 %, ч.

Натрий тетраметафосфат массовой долей основного вещества не менее 95 %, ч.

Натрий гексаметафосфат массовой долей основного вещества не менее 95 %, ч.

Натрий октаметафосфат массовой долей основного вещества не менее 95 %, ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Вода деионизированная.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и устройств, посуды, материалов, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристи-

кам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

6.9.2 Отбор проб — по 6.1.

6.9.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.9.4 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

6.9.5 Подготовка к анализу

6.9.5.1 Приготовление растворителя А (щелочного)

Смешивают в стакане вместимостью 1000 $см^3$ 400 $см^3$ изопропилового спирта, 200 $см^3$ изобутилового спирта, 300 $см^3$ деиноизированной воды и 10 $см^3$ водного аммиака плотностью 0,880 $г/см^3$.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.9.5.2 Приготовление растворителя Б (кислого).

Смешивают в стакане вместимостью 2000 $см^3$ 750 $см^3$ изопропилового спирта и 250 $см^3$ деионизированной воды, добавляют 50 г трихлоруксусной кислоты, 2,5 $см^3$ водного аммиака плотностью 0,880 $г/см^3$ и перемешивают до растворения.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.9.5.3 Приготовление проявляющего раствора

К 50 $см^3$ деионизированной воды в стакане вместимостью 100 $см^3$ добавляют пипетками 5 $см^3$ хлорной кислоты, 1 $см^3$ концентрированной соляной кислоты плотностью 1,18 $г/см^3$, 1 г молибденовокислого аммония и перемешивают. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем раствора до метки деионизированной водой и перемешивают.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.9.5.4 Приготовление контрольных растворов метафосфатов натрия (триметафосфата, тетраметафосфата, гексаметафосфата и октаметафосфата)

В стакан вместимостью 100 $см^3$ вносят (0,200 ± 0,001) г контрольного метафосфата натрия (триметафосфата, тетраметафосфата, гексаметафосфата или октаметафосфата натрия), добавляют 50 $см^3$ деионизированной воды и перемешивают до полного растворения метафосфата. Затем раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем раствора до метки деионизированной водой и перемешивают. Полученные растворы содержат 2 мг контрольного метафосфата натрия в 1 $см^3$ раствора (2 мкг в 1 мкл раствора).

Растворы хранят в условиях по 6.2.3 — не более 12 мес.

6.9.5.5 Приготовление раствора гидроксида аммония молярной концентрации $c(NH_4OH) = 0,1$ моль/$дм^3$

35 $см^3$ раствора аммиака массовой долей 10 %, приготовленного по 6.6.5.3, вносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Раствор хранят в плотно закрытой посуде из полиэтилена в условиях по 6.2.3 — не более 1 мес.

6.9.5.6 Приготовление раствора молибденовокислого аммония массовой долей 12,5 %

Растворяют 12,5 г молибденовокислого аммония в 87,5 $см^3$ дистиллированной воды при температуре (50 ± 10) °С в стакане вместимостью 250 $см^3$. Затем раствор охлаждают и, если раствор мутный, фильтруют.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде в условиях по 6.2.3 — не более 3 сут.

6.9.5.7 Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации $c(1/2H_2SO_4) = 10$ моль/$дм^3$

В фарфоровый стакан вносят 500 $см^3$ дистиллированной воды и осторожно вливают при перемешивании и охлаждении 290 $см^3$ концентрированной серной кислоты плотностью 1,83 $г/см^3$. После охлаждения раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор хранят в условиях по 6.2.3 — не более 12 мес.

6.9.5.8 Приготовление раствора гидразина дигидрохлорида

Водный раствор гидразина дигидрохлорида массовой долей 0,9 % готовят растворением 0,90 г дигидрохлорида гидразина в 99,1 г дистиллированной воды в стакане вместимостью 250 $см^3$.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.9.5.9 Приготовление раствора калия фосфорнокислого однозамещенного, содержащего 1 мг пятиокиси фосфора в 1 $см^3$

Однозамещенный фосфорнокислый калий, предварительно высушенный до постоянной массы при температуре 105 °С, массой (1,917 ± 0,001) г помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$ и растворяют в

50 см^3 дистиллированной воды. Затем раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

1 см^3 раствора содержит 1 мг пятиокиси фосфора.

Раствор хранят в условиях по 6.2.3 — не более 12 мес.

6.9.5.10 Приготовление рабочего раствора калия фосфорнокислого однозамещенного

10 см^3 раствора по 6.9.5.9 пипеткой вносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. 1 см^3 рабочего раствора однозамещенного фосфорнокислого калия содержит 10 мкг пятиокиси фосфора.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.9.6 Построение градуировочной характеристики

В мерные колбы вместимостью 50 см^3 вносят: 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 рабочего раствора фосфорнокислого однозамещенного калия по 6.9.5.10, что соответствует 0; 5; 10; 20; 30; 40; 50 мкг пятиокиси фосфора, прибавляют по 20 см^3 дистиллированной воды, 5 см^3 раствора серной кислоты по 6.9.5.7, 1 см^3 раствора молибденовокислого аммония по 6.9.5.6, перемешивают, добавляют 1 см^3 раствора гидразина дигидрохлорида по 6.9.5.8, доводят объем растворов почти до метки дистиллированной водой и выдерживают колбы на кипящей водяной бане в течение 10 мин. Затем колбы с растворами быстро охлаждают в холодной водяной бане, доводят объем растворов до метки дистиллированной водой, перемешивают и определяют оптическую плотность растворов по отношению к дистиллированной воде на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре при длине волны 830 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм.

По средним результатам двух параллельных определений строят градуировочную характеристику, выраженную в виде графика, откладывая по оси абсцисс массы пятиокиси фосфора (мгк), внесенные с раствором по 6.9.5.10, а по оси ординат — соответствующие значения оптических плотностей.

Градуировочную характеристику необходимо проверять каждый раз перед проведением анализа по трем градуировочным растворам.

6.9.7 Приготовление раствора анализируемой пробы пищевых полифосфатов калия

Анализируемую пробу пищевых полифосфатов калия массой (10,000 ± 0,001) г помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют в 60 см^3 деионизированной воды. Для интенсификации растворения допускается нагревание раствора в стакане на водяной бане при температуре воды не более 50 °С. Затем раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , охлаждают до температуры (20 ± 1) °С, доводят объем раствора до метки деионизированной водой и тщательно перемешивают. 0,001 см^3 (1 мкл) полученного раствора содержит 0,1 мг (100 мкг) анализируемой пробы.

6.9.8 Подготовка хроматографической бумаги

Хроматографическую бумагу готовят по ГОСТ 28365 (пункт 4). Для анализа используют листы хроматографической бумаги размером 23 х 23 см, на которых мягким карандашом обозначают линии старта — на расстоянии 2,5 см от нижнего края и 2,5 см от правого края листа. В точку пересечения линий наносят с помощью микрошприца 0,001 см^3 (1 мкл) раствора анализируемой пробы по 6.9.7 и высушивают бумагу на воздухе. На другой лист хроматографической бумаги в точку пересечения линий старта наносят по очереди с помощью микрошприца по 0,001 см^3 (1 мкл) растворов контрольных метафосфатов натрия по 6.9.5.4, высушивая бумагу после нанесения каждого раствора.

6.9.9 Проведение анализа

Анализ проводят по ГОСТ 28365. Листы хроматографической бумаги с раствором анализируемой пробы и растворами контрольных метафосфатов сворачивают в виде цилиндров, скрепляют зажимами и помещают в хроматографические камеры, содержащие щелочной растворитель А по 6.9.5.1. Глубина погружения бумаги в растворитель должна быть около 6 мм. После поднятия фронта растворителя А на высоту 20 см хроматограммы вынимают, отмечают положение фронта растворителя А и высушивают в сушильном шкафу при температуре (50 ± 2) °С в течение 10 мин.

Затем хроматограммы поворачивают на 90°, сворачивают в виде цилиндров и помещают в хроматографические камеры, содержащие кислый растворитель Б по 6.9.5.2. После поднятия фронта растворителя Б на высоту 20 см хроматограммы вынимают, отмечают положение фронта растворителя Б и высушивают в сушильном шкафу при температуре (50 ± 2) °С в течение 10 мин.

Далее хроматограммы опрыскивают из пульверизатора проявляющим раствором по 6.9.5.3 сначала с одной, потом с другой стороны, высушивают в сушильном шкафу при температуре (50 ± 2) °С и облучают ультрафиолетовым светом при длине волны 250 нм в течение нескольких минут.

Сравнивают хроматограммы анализируемой пробы пищевых полифосфатов калия и контрольных метафосфатов и идентифицируют зоны циклических фосфатов по величинам R_f, ориентировочные значения которых приведены в таблице 4.

Таблица 4 — Значения R_f для орто-, пиро- и циклических фосфатов

Фосфат	R_f (щелочной)	R_f (кислый)
Триметафосфат	0,49	0,13
Тетраметафосфат	0,36	0,05
Гексаметафосфат	0,27	0,02
Октаметафосфат	0,21	0,01
Ортофосфат	0,32	0,71
Пирофосфат	0,26	0,40

В случае если зоны циклических фосфатов на хроматограмме анализируемой пробы пищевых полифосфатов калия слабо выражены, определение повторяют, используя 0,002 см^3 или 0,005 см^3 (2 мкл или 5 мкл) раствора по 6.9.7, высушивая хроматографическую бумагу после нанесения каждого 0,001 см^3 (1 мкл) раствора.

Окрашенные зоны, соответствующие тримета-, тетрамета-, гексамета- и октаметафосфатам, вырезают из хроматограммы анализируемой пробы и помещают в стаканчик для взвешивания. Одновременно вырезают неокрашенные участки хроматограммы, равные по площади вырезанным окрашенным зонам циклических фосфатов, и помещают в другой стаканчик. В каждый стаканчик добавляют пипеткой по 25 см^3 раствора гидроксида аммония по 6.9.5.5, закрывают крышками и выдерживают в течение 1 ч, периодически встряхивая стаканчики. Затем пипетками отбирают из каждого стаканчика по 20 см^3 полученных растворов, переносят в мерные колбы вместимостью 50 см^3, добавляют по 5 см^3 раствора серной кислоты по 6.9.5.7, выдерживают на кипящей водяной бане в течение 30 мин для гидролиза циклических фосфатов до ортофосфатов, охлаждают до комнатной температуры, добавляют по 1 см^3 раствора молибденовокислого аммония по 6.9.5.6, перемешивают, добавляют по 1 см^3 раствора гидразина дигидрохлорида по 6.9.5.8, доводят объемы растворов в колбах почти до метки дистиллированной водой и выдерживают колбы на кипящей водяной бане в течение 10 мин. Затем колбы с растворами быстро охлаждают в холодной водяной бане, доводят объем растворов до метки дистиллированной водой, перемешивают и определяют оптическую плотность растворов по отношению к дистиллированной воде на спектрофотометре или фотоколориметре при длине волны 830 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм. Массу пятиокиси фосфора (мгк) определяют по градуировочной характеристике.

6.9.10 Обработка результатов

Массовую долю циклических фосфатов пищевых полифосфатов калия (в пересчете на пятиокись фосфора) X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(m - m_k) \cdot 100}{CV} = \frac{(m - m_k)}{n}, \quad (3)$$

где m — масса пятиокиси фосфора, определенная по градуировочной характеристике для окрашенных зон циклических фосфатов, мкг;

m_k — масса пятиокиси фосфора, определенная по градуировочной характеристике для неокрашенных участков хроматограммы, мкг;

C — массовая концентрация анализируемой пробы в растворе по 6.9.7, мкг/см^3; C = 100000 мкг/см^3 ;

V — объем раствора анализируемой пробы по 6.9.7, используемой для анализа по 6.9.9, см^3; $V = 0{,}001 \cdot n$;

n — количество 0,001 см^3 (мкл) раствора анализируемой пробы по 6.9.7, используемой для анализа по 6.9.9;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X}_3$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по 6.9.11.1.

6.9.11 Метрологические характеристики метода

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

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

6.9.11.3 Границы абсолютной погрешности определений массовой доли циклических фосфатов пищевых полифосфатов калия Δ_3 = ± 0,6 % при P = 95 %.

6.9.12 Оформление результатов

Результат определения массовой доли циклических фосфатов (в пересчете на пятиокись фосфора) пищевых полифосфатов калия представляют в виде $(\overline{X}_3 \pm 0{,}6)$ %.

6.10 Определение массовой доли фторидов

Определение основано на образовании бесцветных комплексных соединений при взаимодействии фторид-ионов и ионов тория (IV), и менее устойчивых комплексных соединений тория с органическим красителем ализариновым красным С (1,2-диоксиантрахинон-3-сульфонатом натрия).

При титровании фторидов азотнокислым торием в кислой среде в присутствии ализаринового красного С в точке эквивалентности цвет раствора изменяется с желтого на розовый.

Определение проводят после предварительной отгонки фторидов из анализируемой пробы пищевых полифосфатов калия.

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

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

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 150 °С, ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного режима температуры от 20 °С до 250 °С с погрешностью ± 2 °С.

Горелка газовая.

Баня глицериновая.

Установка для отгонки с водяным паром по ГОСТ 8515 (пункт 3.9.3) или установка, состоящая из парообразователя, дистилляционной колбы КГУ-2–1–250–29/32 ТХС по ГОСТ 25336, насадки НЗ–29/32 по ГОСТ 25336 или перехода П2П–29/32–14/23 ТХС по ГОСТ 25336, каплеуловителя КО–14/23–100 ХС по ГОСТ 25336, холодильника ХШ-3–300–ХС по ГОСТ 25336, воронки капельной ВК–500 ТС по ГОСТ 25336.

Колбы 2–100–2, 2–250–2, 2–1000–2 по ГОСТ 1770.

Стаканы В (Н) –1–50 ТС (ТХС), В (Н) –1–100 ТС (ТХС) по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1–50–1 по ГОСТ 1770.

Колба $К_н$–1–100–29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Бюретки 1–1 (2) –2–10–0,05, 1–1 (2) 2–0,02 по ГОСТ 29251.

Пипетки 2–2–10, 2–2–50 по ГОСТ 29169.

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

Стаканчик СВ–34/12 по ГОСТ 25336.

Эксикатор 2–250 по ГОСТ 25336.

Воронка В–56–80 ХС по ГОСТ 25336.

Шарики стеклянные.

Палочка стеклянная.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Торий азотнокислый массовой долей основного вещества не менее 98,0 %, ч. д. а.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, ч. д. а.

Ализариновый красный С (индикатор).

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х. ч.

Кислота хлорная массовой долей основного вещества не менее 60 %, ч.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

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 ниже вышеуказанных.

6.10.2 Отбор проб — по 6.1.

6.10.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.10.4 Требования к квалификации оператора — по 6.2.4.

6.10.5 Подготовка к анализу

6.10.5.1 Раствор азотнокислого серебра (1 : 2) готовят в стакане вместимостью 50 $см^3$ растворением 10 г азотнокислого серебра в 20 $см^3$ дистиллированной воды.

Раствор хранят в посуде из темного стекла в условиях по 6.2.3 — не более 6 мес.

6.10.5.2 Раствор ализаринового красного С массовой долей 0,1 % готовят в стакане вместимостью 100 $см^3$ растворением 0,1 г ализаринового красного С в 100 $см^3$ дистиллированной воды. После растворения красителя раствор фильтруют.

Раствор хранят в посуде из темного стекла в условиях по 6.2.3 — не более 3 мес.

6.10.5.3 Приготовление раствора гидроксиламина гидрохлорида

0,25 г гидроксиламина гидрохлорида помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, растворяют 50 $см^3$ дистиллированной воды, количественно переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают. Затем 10 $см^3$ полученного раствора пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают. 1 $см^3$ раствора содержит 0,25 мг гидроксиламина гидрохлорида.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.10.5.4 Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,05 моль/$дм^3$ готовят разбавлением в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ 50 $см^3$ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/$дм^3$ дистиллированной водой до объема 1000 $см^3$.

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

Растворы хранят в плотно закрытой посуде из полиэтилена в условиях по 6.2.3 — не более 3 мес.

6.10.5.5 Раствор соляной кислоты молярной концентрации c(HCl) = 0,1 моль/$дм^3$ готовят по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.1).

Раствор хранят в условиях по 6.2.3 — не более 6 мес.

6.10.5.6 Приготовление раствора азотнокислого тория

0,25 г азотнокислого тория помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, растворяют в 50 $см^3$ дистиллированной воды, количественно переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают. Пипеткой вносят 10 $см^3$ полученного раствора в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают. 1 $см^3$ раствора содержит 0,25 мг азотнокислого тория.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.10.5.7 Приготовление раствора фтористого натрия

Фтористый натрий массой 0,5 г высушивают в сушильном шкафу при температуре (200 ± 2) °С в течение 4 ч.

0,222 г высушенного фтористого натрия помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, растворяют в 50 $см^3$ дистиллированной воды, количественно переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают. Затем пипеткой переносят 10 $см^3$ полученного раствора в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают. 1 $см^3$ раствора содержит 0,01 мг фторидов (F^-).

Раствор используют свежеприготовленным.

6.10.6 Проведение анализа

Анализируемую пробу пищевых полифосфатов калия массой (5,000 ± 0,001) г помещают в дистилляционную колбу вместимостью 250 $см^3$ установки для отгонки фторидов, добавляют 25 $см^3$ дистиллированной воды, 50 $см^3$ хлорной кислоты, 5 капель раствора азотнокислого серебра по 6.10.5.1 и несколько стеклянных шариков. Колбу соединяют с холодильником, парообразователем или капельной воронкой для добавления дистиллированной воды. Конец термометра, капельной воронки или капиллярной трубки парообразователя должны быть погружены в раствор. В качестве приемника дистиллята используют мерную колбу вместимостью 250 $см^3$. Нагревают дистилляционную колбу газовой горелкой или на глицериновой бане и ведут перегонку, поддерживая температуру жидкости в колбе от 135 °С до 140 °С и пропуская пар или добавляя воду из воронки. Перегонку заканчивают после отгонки около 230 $см^3$ дистиллята. Объем дистиллята доводят водой до метки и перемешивают.

Переносят пипеткой 50 $см^3$ дистиллята в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$. В другую коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 50 $см^3$ дистиллированной воды (контрольный раствор). В каждую колбу прибавляют по 0,1 $см^3$ раствора ализаринового красного С по 6.10.5.2, 1 $см^3$ раствора гидроксиламина гидрохлорида по 6.10.5.3 и перемешивают. В колбу с дистиллятом добавляют по каплям при перемешивании раствор гидроокиси натрия по 6.10.5.4 до тех пор, пока цвет раствора дистиллята не совпадет с цветом контрольного раствора — розового. Далее в обе колбы добавляют по 1 $см^3$ раствора соляной кислоты по 6.10.5.5 и перемешивают.

Раствор в колбе с дистиллятом медленно, по каплям титруют из бюретки раствором азотнокислого тория по 6.10.5.6 до перехода желтой окраски раствора в слабо-розовую.

Отмечают объем раствора азотнокислого тория, израсходованный на титрование, и добавляют такой же объем раствора азотнокислого тория по 6.10.5.6 в колбу с контрольным раствором, перемешивают, и титруют из бюретки раствором фтористого натрия по 6.10.5.7 до слабо-розовой окраски, совпадающей с окраской раствора в колбе с дистиллятом анализируемой пробы.

Растворы в колбах хорошо перемешивают, разбавляют до одинакового объема дистиллированной водой, выдерживают для удаления пузырьков воздуха и сравнивают интенсивность окраски растворов в колбах, которая должна быть одинаковой.

Затем продолжают титрование контрольного раствора раствором фтористого натрия по 6.10.5.7 до изменения цвета от слабо-розового до желтого.

Массовая доля фторидов в анализируемой пробе пищевых полифосфатов калия не превышает 10 $млн^{-1}$ (мг/кг), если объем раствора фтористого натрия, израсходованный на титрование не превышает 1,0 $см^3$.

6.11 Определение токсичных элементов

6.11.1 Отбор проб по — 6.1.

6.11.2 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.11.3 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

6.11.4 Массовую долю свинца определяют по ГОСТ 26932, ГОСТ 30538, ГОСТ 30178.

6.11.5 Массовую долю мышьяка определяют по ГОСТ 26930, ГОСТ 31628, ГОСТ 30538 или ГОСТ 31266*.

6.11.6 Массовую долю ртути определяют по ГОСТ 26927.

6.11.7 Массовую долю кадмия определяют по ГОСТ 26933, ГОСТ 30178.

7 Транспортирование и хранение

7.1 Пищевые полифосфаты калия перевозят в крытых транспортных средствах всеми видами транспорта в соответствии с правилами транспортирования грузов, действующими на соответствующих видах транспорта.

7.2 Пищевые полифосфаты калия хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях при температуре не более 30 °С и относительной влажности воздуха не более 70 %.

7.3 Срок годности пищевых полифосфатов калия устанавливает изготовитель согласно нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51766—2001 «Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка».

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 пар

УДК 663.05:006.354 МКС 67.220.20

Ключевые слова: пищевая добавка, полифосфат калия Е452(ii)

Редактор *Т.С. Ложникова*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *К.Л. Чубанова*

Сдано в набор 04.05.2016. Подписано в печать 16.05.2016. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,13. Тираж 44 экз. Зак. 1354
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

Поправка к ГОСТ 33773—2016 Добавки пищевые. Калия полифосфат Е452(ii). Технические условия

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Туркмения	ТМ	Главгосслужба «Туркменстандартлары»

(ИУС № 2 2023 г.)

gost.e-ecolog.ru