МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34147— 2017

Добавки пищевые

НАТРИЯ-КАЛЬЦИЯ ПОЛИФОСФАТ Е452(iii)

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, 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 7 июня 2017 г. № 99-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
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 сентября 2017 г. № 1172-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34147—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2019 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, 2017

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

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-КАЛЬЦИЯ ПОЛИФОСФАТ Е452(iii)

Технические условия

Food additives. Sodium-calcium polyphosphate E452 (iii). Specifications

Дата введения — 2019—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку полифосфат натрия-кальция Е452(iii) (далее — пищевой полифосфат натрия-кальция), 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—2015 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 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

Издание официальное

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

ГОСТ 334—73 Бумага масштабно-координатная. Технические условия

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

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

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3204—76 Реактивы. Кальций фосфорнокислый двузамещенный 2-водный. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

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

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

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4217—77 Реактивы. Калий азотнокислый. 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—2016 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 4530—76 Реактивы. Кальций углекислый. Технические условия

ГОСТ 4919.1—2016 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5712—78 Реактивы. Аммоний щавелевокислый 1-водный. Технические условия

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 8253—79 Мел химически осажденный. Технические условия

ГОСТ 8677—76 Реактивы. Кальция оксид. Технические условия

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

ГОСТ 9262—77 Реактивы. Кальция гидроокись. Технические условия

ГОСТ 10091—75 Реактивы. Кальций фосфорнокислый однозамещенный 1-водный. Технические условия

ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'- тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 10678—76 Кислота ортофосфорная термическая. Технические условия

ГОСТ 11078—78 Натр едкий очищенный. Технические условия

ГОСТ 11773—76 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный. 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 19360—74 Мешки-вкладыши пленочные. Общие технические условия

ГОСТ 22280—76 Реактивы. Натрий лимоннокислый 5,5-водный. Технические условия

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

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

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

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

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

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

ГОСТ 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 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 31725—2012 Добавки пищевые. Натрия фосфаты Е339. Общие технические условия

ГОСТ 32007—2012 Добавки пищевые. Кальция фосфаты Е341. Общие технические условия

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по 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(iii) представляет собой смешанную натрий-кальциевую соль линейно конденсированных полифосфорных кислот общей формулы $H_{n+2}P_nO_{3n+1}$, где обычно $n = 5$.

Химическое наименование — полифосфат натрия-кальция.

3.1.2 Пищевой полифосфат натрия-кальция изготовляют в соответствии с требованиями технических регламентов [1], [2] и настоящего стандарта, применяют в пищевых продуктах в соответствии с требованиями технического регламента [1] и/или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.1.3 По органолептическим показателям пищевой полифосфат натрия-кальция должен соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Органолептические показатели

Наименование показателя	Характеристика показателя
Внешний вид	Стекловидные кристаллы или сферические гранулы
Цвет	Белый
Запах	Без запаха

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

3.1.4 Пищевой полифосфат натрия-кальция должен выдерживать испытания идентификационных тестов на натрий-ионы, кальций-ионы и фосфат-ионы.

3.1.5 Массовая доля общей пятиокиси фосфора (P_2O_5) в полифосфате натрия-кальция, должна соответствовать требованиям технического регламента [1] и/или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

3.1.6 Массовая доля фторидов в пищевом полифосфате натрия-кальция должна быть не более 10 млн$^{-1}$ (мг/кг).

3.1.7 Содержание токсичных элементов (мышьяк, свинец, ртуть, кадмий) в пищевом полифосфате натрия-кальция не должно превышать норм, установленных техническим регламентом [1] и/или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.2 Требования к сырью

3.2.1 Для производства пищевого полифосфата натрия-кальция используют следующее сырье:

- кислоту ортофосфорную термическую марки А по ГОСТ 10678;
- натрий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 31725 или ГОСТ 245;
- натрий фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 31725 или ГОСТ 4172, или ГОСТ 11773;
- кальций фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 32007 или ГОСТ 10091;
- кальций фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 32007 или ГОСТ 3204;
- кальция гидроокись по ГОСТ 9262;
- кальций углекислый по ГОСТ 4530;
- мел химически осажденный по ГОСТ 8253;
- кальция оксид по ГОСТ 8677;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328;
- натрий углекислый по ГОСТ 83;
- натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201;
- натр едкий очищенный марки А по ГОСТ 11078.

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

3.3 Упаковка

3.3.1 Пищевой полифосфат натрия-кальция упаковывают в продуктовые мешки из мешочных тканей по ГОСТ 30090, бумажные открытые мешки марок НМ и ПМ по нормативным документам, действующим 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 толщиной не менее 0,08 мм по ГОСТ 10354.

Тип и размеры мешков, предельную массу упаковываемого пищевого полифосфата натрия-кальция 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 техническому 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 упаковки других видов, обеспечивающей сохранность пищевого полифосфата натрия-кальция при хранении и транспортировании и изготовленных из материалов, соответствующих требованиям, установленным техническим регламентом [3] и/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 приложения А).

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

3.4 Маркировка

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

3.4.2 Маркировка транспортной упаковки должна соответствовать требованиям, установленным техническим регламентом [4] и/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 Пищевой полифосфат натрия-кальция нетоксичен, пожаро- и взрывобезопасен.

4.2 По степени воздействия на организм человека пищевой полифосфат натрия-кальция в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относится к веществам умеренно опасным — третьему классу опасности и оказывает раздражающее действие на кожу и слизистые оболочки глаз и верхних дыхательных путей.

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

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

4.5 Организация обучения работающих безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

4.6 Помещения, в которых проводят работы с пищевым полифосфатом натрия-кальция, 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 пищевым полифосфатом натрия-кальция контроль воздуха рабочей зоны следует осуществлять в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

5 Правила приемки

5.1 Пищевой полифосфат натрия-кальция принимают партиями.

Партией считают количество пищевого полифосфата натрия-кальция, 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 пищевого полифосфата натрия-кальция требованиям настоящего стандарта проводят приемо-сдаточные испытания по качеству упаковки, правильности нанесенной маркировки, массе нетто, органолептическим и химическим показателям (идентификационным тестам по 3.1.4, массовой доле общей пятиокиси фосфора по 3.1.5 и массовой доле фторидов по 3.1.6) и периодические испытания по показателям, обеспечивающим безопасность.

5.3 При проведении приемо-сдаточных испытаний применяют одноступенчатый выборочный план при нормальном контроле со специальным уровнем контроля S-4 и пределе приемлемого качества AQL, равном 6.5 по стандарту [5].

Выборку упаковочных единиц осуществляют методом случайного отбора в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2

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 пищевого полифосфата натрия-кальция в каждой упаковочной единице, попавшей в выборку, проводят по разности масс брутто и упаковочной единицы, освобожденной от

содержимого. Предел допускаемых отрицательных отклонений от номинальной массы нетто пищевого полифосфата натрия-кальция в каждой упаковочной единице — по 3.3.5.

5.6 Приемка партии пищевого полифосфата натрия-кальция 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 пищевого полифосфата натрия-кальция, меньше или равно приемочному числу (см. таблицу 2).

5.6.2 Если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто пищевого полифосфата натрия-кальция, больше или равно браковочному числу (см. таблицу 2), 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 пищевого полифосфата натрия-кальция, больше или равно браковочному числу.

5.7 Приемка партии пищевого полифосфата натрия-кальция по органолептическим и химическим показателям

5.7.1 Для контроля органолептических и химических показателей пищевого полифосфата натрия-кальция из каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку в соответствии с требованиями таблицы 2, 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 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 химические показатели пищевого полифосфата натрия-кальция в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты испытаний распространяют только на пищевой полифосфат натрия-кальция 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 пищевого полифосфата натрия-кальция из разных мест каждой упаковочной единицы, отобранной по 5.3, отбирают мгновенные пробы пробоотборником (щупом), 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 ссыпают, используя деревянные планки со скошенными ребрами, 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 пищевого полифосфата натрия-кальция.

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 указывают:

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

6.2 Определение органолептических показателей

6.2.1 Сущность метода

Метод основан на органолептической оценке внешнего вида, цвета и запаха пищевого полифосфата натрия-кальция.

6.2.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда и материалы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 среднего (III) класса точности (e = 0,1 г) с пределами допускаемой абсолютной погрешности в эксплуатации ± 0,1 г.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения температуры от 0 °С до 50 °С, 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.

6.2.3 Отбор проб — по 6.1.

6.2.4 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.

6.2.5 Требования к квалификации оператора

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

6.2.6 Проведение анализа

6.2.6.1 Внешний вид и цвет пищевого полифосфата натрия-кальция 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.

6.2.6.2 Для определения запаха стаканчик для взвешивания заполняют на половину его вместимости анализируемой пробой пищевого полифосфата натрия-кальция, 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 натрий-ионы

6.3.1 Сущность метода

Метод основан на качественном определении натрий-ионов по реакции с уксуснокислым цинк-уранилом с образованием желтого кристаллического осадка уксуснокислого натрий-цинк-уранила.

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

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 высокого (II) класса точности (e = 0,01 г), с пределами допускаемой абсолютной погрешности в эксплуатации ± 0,02 г.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С, 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 ТС (ТСХ), В (Н)-1—250 ТС (ТСХ) по ГОСТ 25336.

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

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

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

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

Палочка стеклянная.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

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

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

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.3.3 Отбор проб — по 6.1.

6.3.4 Условия проведения анализа — по 6.2.4.

6.3.5 Требования к квалификации оператора — по 6.2.5.

6.3.6 Подготовка к анализу

6.3.6.1 Приготовление раствора уксуснокислого цинка

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

Раствор используют свежеприготовленный.

6.3.6.2 Приготовление раствора уксуснокислого уранила

10,0 г уксуснокислого уранила помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 54 см^3 дистиллированной воды температурой не выше 50 °С, содержащей 1,7 см^3 ледяной уксусной кислоты.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.3.6.3 Приготовление раствора уксуснокислого цинк-уранила

Приготовленные по 6.3.6.1 и 6.3.6.2 растворы смешивают в стакане вместимостью 250 см^3 и оставляют на 24 ч, затем фильтруют через бумажный фильтр.

Срок хранения раствора в условиях по 6.2.4 — не более 6 мес.

6.3.6.4 Приготовление раствора уксусной кислоты массовой долей 30 %

В стакане вместимостью 250 см^3 смешивают 31,3 см^3 ледяной уксусной кислоты и 68,7 см^3 дистиллированной воды.

Срок хранения раствора в условиях по 6.2.4 — не более 6 мес.

6.3.7 Проведение анализа

Анализируемую пробу пищевого полифосфата натрия-кальция массой 0,5 г растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды в стакане вместимостью 100 см^3. К 5 см^3 раствора, помещенного в пробирку, добавляют пипеткой 1 см^3 раствора уксусной кислоты по 6.3.6.4, фильтруют, если необходимо, и добавляют 2 см^3 раствора уксуснокислого цинк-уранила по 6.3.6.3.

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

6.4 Тест на кальций-ионы

6.4.1 Сущность метода

Метод основан на качественном определении кальций-ионов по реакции с щавелевокислым аммонием с образованием белого кристаллического осадка щавелевокислого кальция.

6.4.2 Средства измерений, вспомогательное устройство, посуда материалы, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 высокого (II) класса точности (e = 0,01 г), с пределами допускаемой абсолютной погрешности в эксплуатации ± 0,02 г.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Электроплитка по ГОСТ 14919.
Стаканы В (Н)-1—100 ТС (ТСХ), В (Н)-1—250 ТС (ТСХ) по ГОСТ 25336.
Цилиндры 1—25—1, 1—100—1 по ГОСТ 1770.
Пробирка П1 (2)-14—150 ХС по ГОСТ 25336.
Пипетки 1—2—2—1, 1—2—2—5 по ГОСТ 29227.
Палочка стеклянная.
Стекло часовое.
Сетка асбестовая.
Кислота азотная по ГОСТ 4461, массовой долей не менее 65 %, ч.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.
Кислота уксусная по ГОСТ 61, ч.
Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.
Аммоний щавелевокислый 1-водный по ГОСТ 5712, ч.
Метиловый красный (индикатор).
Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.4.3 Отбор проб — по 6.1.

6.4.4 Условия проведения анализа — по 6.2.4.

6.4.5 Требования к квалификации оператора — по 6.2.5.

6.4.6 Подготовка к анализу

6.4.6.1 Раствор аммиака массовой долей 10 % готовят по ГОСТ 4517 (пункт 2.4).

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде из полиэтилена в условиях по 6.2.4 — не более 6 мес.

6.4.6.2 Раствор щавелевокислого аммония массовой долей 4 % готовят по ГОСТ 4517 (пункт 2.15).

Срок хранения раствора в условиях по 6.2.4 — не более 12 мес.

6.4.6.3 Спиртовой раствор метилового красного массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4919.1 (таблица 1, пункт 22).

Срок хранения раствора в условиях по 6.2.4 — не более 12 мес.

6.4.6.4 Раствор соляной кислоты массовой долей 10 % готовят по ГОСТ 4517 (пункт 2.89).

Срок хранения раствора в условиях по 6.2.4 — не более 12 мес.

6.4.7 Подготовка анализируемой пробы

Анализируемую пробу пищевого полифосфата натрия-кальция массой 0,5 г смешивают в стакане вместимостью 100 $см^3$ с 10 $см^3$ азотной кислоты массовой долей 65 % и 50 $см^3$ дистиллированной воды. Стакан устанавливают на электрическую плитку, покрытую асбестовой сеткой, закрывают часовым стеклом, кипятят в течение 30 мин для гидролиза полифосфата, затем охлаждают до температуры окружающего воздуха по 6.2.4.

6.4.8 Проведение анализа

В пробирку пипеткой вносят 5 $см^3$ гидролизата анализируемой пробы пищевого полифосфата натрия-кальция, приготовленного по 6.4.7, две капли спиртового раствора метилового красного по 6.4.6.3 и по каплям при перемешивании добавляют водный раствор аммиака по 6.4.6.1 до изменения красного цвета раствора на оранжевый. Затем вносят 5 $см^3$ щавелевокислого аммония по 6.4.6.2 и перемешивают. Постепенное образование белого мелкокристаллического осадка, нерастворимого в уксусной кислоте по 6.4.2 и растворимого в растворе соляной кислоты по 6.4.6.4, подтверждает присутствие ионов кальция в анализируемом растворе.

6.5 Тест на фосфат-ионы

6.5.1 Сущность метода

Метод основан на гидролизе пищевого полифосфата натрия-кальция в кислой среде до ортофосфатов и качественном их определении по образованию осадков фосфоромолибдата аммония или ортофосфата серебра.

6.5.2 Средства измерений, вспомогательное устройство, посуда, материалы, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 высокого (II) класса точности (e = 0,01 г), с пределами допускаемой абсолютной погрешности в эксплуатации ± 0,02 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.
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, массовой долей не менее 65 %, ч.
Кислота молибденовая с массовой долей основного вещества не менее 85 %, ч.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.5.3 Отбор проб — по 6.1.

6.5.4 Условия проведения анализа — по 6.2.4.

6.5.5 Требования к квалификации оператора — 6.2.5.

6.5.6 Подготовка к анализу

6.5.6.1 Раствор азотной кислоты готовят в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ разбавлением 105 $см^3$ азотной кислоты массовой долей 65 % дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в плотно закрытой стеклянной емкости в условиях по 6.2.4 — не более 12 мес.

6.5.6.2 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.

Срок хранения раствора в плотно закрытой стеклянной посуде из темного стекла в условиях по 6.2.4 — не более 6 мес.

6.5.6.3 Раствор аммиака массовой долей 10 % готовят по ГОСТ 4517 (пункт 2.4).

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде из полиэтилена в условиях по 6.2.4 — не более 6 мес.

6.5.6.4 Приготовление раствора молибденовокислого аммония

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

Раствор охлаждают и постепенно при перемешивании добавляют к охлажденной смеси 32 $см^3$ азотной кислоты массовой долей 65 % и 40 $см^3$ дистиллированной воды, выдерживают в течение 48 ч и фильтруют.

Срок хранения раствора в емкости из темного стекла в условиях по 6.2.4 — не более 1 мес.

Если во время хранения образуется осадок, то для анализа используют только прозрачный раствор над осадком.

6.5.6.5 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 6.2.4 — не более 12 мес.

6.5.7 Проведение анализа

6.5.7.1 **Способ 1.** В пробирку пипеткой вносят 5 $см^3$ гидролизата анализируемой пробы пищевого полифосфата натрия-кальция, приготовленного по 6.4.7, прибавляют раствор гидроокиси натрия по 6.5.6.5 до нейтральной реакции среды по универсальной индикаторной бумаге и 1 $см^3$ раствора азотнокислого серебра по 6.5.6.2. Образование осадка желтого цвета, растворимого в растворе азотной кислоты по 6.5.6.1 и растворе аммиака по 6.5.6.3, подтверждает присутствие фосфат-ионов.

6.5.7.2 **Способ 2.** К 2 $см^3$ гидролизата анализируемой пробы пищевого полифосфата натрия-кальция, приготовленного по 6.4.7, прибавляют пипеткой 5 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония по 6.5.6.4 и нагревают. Образование желтого осадка, растворимого в растворе аммиака по 6.5.6.3, подтверждает присутствие фосфат-ионов.

6.6 Определение массовой доли общей пятиокиси фосфора

6.6.1 Сущность метода

Массовую долю общей пятиокиси фосфора в предварительно высушенной пробе пищевого полифосфата натрия-кальция определяют титриметрическим фосфоромолибдатным методом. Метод основан на осаждении фосфатов, образующихся в результате кислотного гидролиза пищевого полифосфата натрия-кальция, в виде фосфоромолибдата аммония, растворении осадка избытком раствора гидроокиси натрия и титровании не прореагировавшей гидроокиси натрия раствором серной кислоты в присутствии кислотно-основного индикатора.

6.6.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, вспомогательные устройства, посуда, материалы, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 высокого (II) класса точности (e = 0,01 г), с пределами допускаемой абсолютной погрешности в эксплуатации ± 0,02 г.

Весы утвержденного типа, поверенные в установленном порядке, с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,2 мг.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения температуры от 0 °С до 200 °С, 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.

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.

Стаканчик СВ-34/12 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.

Эксикатор 2—250 по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная.

Фильтры обеззоленные «синяя лента».

Бумага индикаторная лакмусовая синяя.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, массовой долей не менее 65 %, ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

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

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217, ч.

Натрий фосфорнокислый 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, вспомогательных 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.

6.6.3 Отбор проб — по 6.1.

6.6.4 Условия проведения анализа — по 6.2.4.

6.6.5 Требования к квалификации оператора — по 6.2.5.

6.6.6 Подготовка к анализу

6.6.6.1 Раствор молибденовокислого аммония готовят по 6.5.6.4. Перед проведением анализа раствор проверяют на пригодность. Для этого к 2 см^3 раствора, полученного растворением 16,0 г двузамещенного 12-водного фосфорнокислого натрия в 84 см^3 дистиллированной воды, добавляют 5 см^3

раствора молибденовокислого аммония по 6.5.6.4. Раствор не годен для анализа, если обильный желтый осадок не образовался сразу после смешения растворов.

6.6.6.2 Раствор азотной кислоты готовят в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 разбавлением 105 см^3 азотной кислоты массовой долей 65 % дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в условиях по 6.2.4 — не более 12 мес.

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

Срок хранения раствора в условиях по 6.2.4 — не более 6 мес.

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

Срок хранения раствора в полиэтиленовой плотно закрытой посуде в условиях по 6.2.4 — не более 6 мес.

Коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = = 1 моль/дм^3 определяют по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.2.3), проверяют коэффициент поправки один раз в месяц.

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

Срок хранения раствора в условиях по 6.2.4 — 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.

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

Срок хранения раствора в условиях по 6.2.4 — не более 12 мес.

6.6.7 Подготовка анализируемой пробы

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

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

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

6.6.8 Проведение анализа

Анализируемую пробу пищевого полифосфата натрия-кальция, предварительно высушенную по 6.6.7, массой 0,2 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака, помещают в стакан вместимостью 400 см^3, растворяют в 25 см^3 дистиллированной воды и 10 см^3 раствора азотной кислоты по 6.6.6.2, кипятят в течение 30 мин и разбавляют дистиллированной водой до объема, приблизительно равного 100 см^3. При необходимости раствор после кипячения фильтруют, промывают фильтр с осадком дистиллированной водой, растворяют осадок добавлением 1 см^3 раствора азотной кислоты по 6.6.6.2 и снова промывают дистиллированной водой. Общий объем раствора гидролизата анализируемой пробы с промывными водами должен составлять примерно 100 см^3.

Затем раствор гидролизата пробы нагревают до температуры (50 ± 2) °С, прибавляют 75 см^3 раствора молибденовокислого аммония по 6.6.6.1 и выдерживают при температуре (50 ± 2) °С в течение 30 мин, периодически перемешивая, охлаждают и оставляют в условиях по 6.2.4 на 16 ч для формирования осадка. После отстаивания сливают жидкость над осадком через бумажный фильтр «синяя лента». Осадок один или два раза промывают декантацией дистиллированной водой 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 6.6.6.3 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 6.6.6.4, перемешивают до полного растворения осадка, прибавляют три капли раствора фенолфталеина по 6.6.6.6 и титруют избыток гидроокиси натрия раствором серной кислоты по 6.6.6.5 до исчезновения розовой окраски раствора.

6.6.9 Обработка результатов

Массовую долю общей пятиокиси фосфора пищевого полифосфата натрия-кальция X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(50K - VK_1)0{,}003086 \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

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 6.6.6.4;

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 6.6.6.5;

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;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m — масса анализируемой пробы по 6.6.8, г.

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 6.6.10.1.

6.6.10 Метрологические характеристики метода

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

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

6.6.10.3 Границы абсолютной погрешности определения массовой доли общей пятиокиси фосфора пищевого полифосфата натрия-кальция $\Delta_1 = \pm 0{,}5$ % при P = 95 %.

6.6.11 Оформление результатов

Результат определения массовой доли общей пятиокиси фосфора пищевого полифосфата натрия-кальция представляют в виде: $(\overline{X}_1 \pm \Delta_1)$ % при P = 95 %.

6.7 Определение массовой доли фторидов

6.7.1 Сущность метода

Метод основан на прямом потенциометрическом измерении концентрации фторид в растворе пищевого полифосфата натрия-кальция с использованием ионоселективного электрода.

Метод применим для измерения массовой доли фторидов в диапазоне значений от 5 до 15 млн$^{-1}$ (мг/кг).

6.7.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, вспомогательные устройства, посуда, материалы и реактивы

Весы утвержденного типа, поверенные в установленном порядке, с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,2 мг.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 высокого (II) класса точности (e = 0,01 г), с пределами допускаемой абсолютной погрешности в эксплуатации ± 0,02 г.

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

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

pH-метр-милливольтметр-иономер диапазоном измерения pH от минус 1 до плюс 14 ед. pH, ЭДС — от минус 2000 до плюс 2000 мВ, с пределами допускаемой абсолютной погрешности измерения pH ± 0,05 ед. pH, ЭДС ± 2 мВ.

Электрод стеклянный лабораторный диапазоном измерения pH от 0 до 12 ед. pH, с рабочей температурой от 0 °С до 40 °С.

Электрод вспомогательный лабораторный хлорсеребряный с рабочей температурой от 0 °С до 100 °С, потенциалом относительно нормального водородного электрода при температуре 20 °С (201 ± 3) мВ, электрическим сопротивлением не более $2 \cdot 10^4$ Ом.

Электрод фторидселективный с диапазоном измерения фторидов от 1 до $1 \cdot 10^{-6}$ моль/дм^3, с нижним пределом обнаружения фторидов 0,02 мг/дм^3 и допустимым диапазоном pH от 5 до 7 ед. pH.

Шкаф сушильный с максимальной рабочей температурой 250 °С, точностью автоматического регулирования температуры ± 5 °С.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Мешалка магнитная.

Цилиндры 1—10—1, 1—50—1, 1—250—1 по ГОСТ 1770.

Стаканы В (Н)-1—150 ТС, В (Н)-1—800 ТС по ГОСТ 25336.

Стаканы полимерные вместимостью 100, 150, 500 см^3.

Емкость полимерная вместимостью 1000 см^3.

Колбы 2—100—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 2—2—5 по ГОСТ 29169.

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

Палочка стеклянная.

Бумага масштабно-координатная марки ПЛН по ГОСТ 334.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463, х. ч.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты.

2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Натрий лимоннокислый 5,5-водный по ГОСТ 22280, х. ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, вспомогательных 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.

6.7.3 Отбор проб — по 6.1.

6.7.4 Условия проведения анализа — по 6.2.4.

6.7.5 Требования к квалификации оператора — по 6.2.5.

6.7.6 Подготовка к анализу

6.7.6.1 Фтористый натрий высушивают в сушильном шкафу при температуре (200 ± 5) °С в течение 4 ч.

6.7.6.2 Приготовление раствора фтористого натрия, содержащего 1 мг фторида (F^-) в 1 см^3

2,210 г фтористого натрия по 6.7.6.1 помещают в пластмассовый химический стакан вместимостью 500 см^3, добавляют 200 см^3 дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора в полимерной емкости, плотно закрытой пробкой, в условиях по 6.2.4 — не более 6 мес.

6.7.6.3 Приготовление рабочего раствора фтористого натрия, содержащего 5 мкг фторида (F^-) в 1 см^3

5 см^3 раствора фтористого натрия по 6.7.6.2, взятого пипеткой с одной отметкой, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, разбавляют дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.7.6.4 Раствор соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1.

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде в условиях по 6.2.4 — не более 12 мес.

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

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде из полиэтилена в условиях по 6.2.4 — не более 12 мес.

6.7.6.6 Приготовление раствора трилона Б молярной концентрации c ($1/2\ C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = = 0,4 моль/дм^3

74,42 г трилона Б растворяют в объеме от 400 до 500 см^3 дистиллированной воды. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, объем доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора в полимерной емкости в условиях по 6.2.4 — не более 6 мес.

6.7.6.7 Приготовление раствора лимоннокислого натрия молярной концентрации $c(Na_3C_6H_5O_7 \cdot 5{,}5H_2O) = 1$ моль/дм^3

357,0 г лимоннокислого натрия растворяют в объеме от 600 до 700 см^3 дистиллированной воды. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, объем доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора в полимерной емкости в условиях по 6.2.4 — не более 6 мес.

6.7.7 Построение градуировочной характеристики

Подготавливают pH-метр-милливольтметр-иономер и электроды в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора и указаниями, изложенными в руководстве по эксплуатации электродов.

Для построения градуировочной характеристики в шесть полимерных химических стаканов вместимостью по 150 см^3 вносят 1, 2, 3, 5, 10 и 15 см^3 свежеприготовленного раствора фтористого натрия по 6.7.6.3, добавляют по 50 см^3 дистиллированной воды, 5 см^3 раствора соляной кислоты по 6.7.6.4, 10 см^3 раствора лимоннокислого натрия по 6.7.6.7, 10 см^3 раствора трилона Б по 6.7.6.6 и перемешивают.

Каждый раствор количественно переносят в мерные колбы вместимостью 100 см^3, разбавляют дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученные растворы содержат соответственно 5, 10, 15, 25, 50 и 75 мкг фторида в 100 см^3. В полимерные стаканы вместимостью 100 см^3 вносят по 50 см^3 каждого приготовленного раствора и измеряют потенциал растворов с использованием рекомендованного фторидселективного электрода.

В ходе измерений растворы постоянно перемешивают, используя магнитную мешалку. Показания милливольтметра регистрируют через 3 мин после погружения электродов. Перед каждым измерением электроды тщательно промывают дистиллированной водой и осторожно высушивают впитывающей влагу бумагой. Измерения проводят при температуре растворов (20 ± 1) °С. Измерения электродного потенциала каждого раствора выполняют не менее трех раз.

На основании полученных результатов строят градуировочную характеристику, откладывая на оси абсцисс с логарифмическими делениями содержание фторида (мкг) в 100 см^3 каждого градуировочного раствора, а по оси ординат — среднеарифметическое значение трех измерений электродного потенциала в милливольтах.

Градуировочную характеристику необходимо проверять каждый раз перед проведением анализа по двум-трем градуировочным растворам с содержанием в них фторида от 5 до 25 мкг.

Градуировочная характеристика считается стабильной, если измеренные значения электродных потенциалов отличаются от потенциалов калибровочной характеристики на ±3 мВ.

6.7.8 Проведение анализа

Анализируемую пробу пищевого полифосфата натрия-кальция массой 2 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в стакан вместимостью 150 см^3, добавляют 10 см^3 дистиллированной воды и, при постоянном перемешивании, 20 см^3 раствора соляной кислоты по 6.7.6.4, нагревают до кипения и кипятят в течение 1 мин. Затем полученный раствор быстро охлаждают в холодной водяной бане до температуры (20 ± 1) °С, добавляют 10 см^3 раствора лимоннокислого натрия по 6.7.6.7, 10 см^3 раствора трилона Б по 6.7.6.6 и перемешивают. Определяют значение pH полученного раствора. При отклонении от требуемого значения (5,5 ± 0,1) ед. pH проводят корректировку добавлением раствора соляной кислоты по 6.7.6.4 или раствора гидроокиси натрия по 6.7.6.5.

Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают. В полимерный химический стакан помещают 50 см^3 данного раствора и измеряют электродный потенциал, как описано в 6.7.7.

По градуировочной характеристике находят массу фторида (мкг), содержащуюся в растворе анализируемой пробы пищевого полифосфата натрия-кальция.

6.7.9 Обработка результатов

Массовую долю фторида X_2, млн$^{-1}$ (мг/кг), вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{C}{m}, \qquad (2)$$

где C — содержание фторида в растворе анализируемой пробы пищевого полифосфата натрия-кальция, определенное по градуировочной характеристике (см. 6.7.7), мкг;

m — масса анализируемой пробы по 6.7.8, г.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X}_2$, млн$^{-1}$ (мг/кг), округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по 6.7.10.1.

6.7.10 Метрологические характеристики метода

6.7.10.1 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при доверительной вероятности $P = 95$ %, не превышает предела повторяемости $r = 0{,}50$ млн$^{-1}$ (мг/кг).

6.7.10.2 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности $P = 95$ %, не превышает предела воспроизводимости $R = 0{,}70$ млн$^{-1}$ (мг/кг).

6.7.10.3 Границы абсолютной погрешности метода определения массовой доли фторида $\Delta_2 = \pm 0{,}5$ млн$^{-1}$ (мг/кг) при $P = 95$ %.

6.7.11 Оформление результатов

Результат определения массовой доли фторида в пищевом полифосфате натрия-кальция представляют в виде: $(\overline{X}_2 \pm \Delta_2)$ млн$^{-1}$ (мг/кг) при $P = 95$ %.

6.8 Определение токсичных элементов

6.8.1 Отбор проб — по 6.1.

6.8.2 Условия проведения анализа — по 6.2.4.

6.8.3 Требования к квалификации оператора — по 6.2.5.

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

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

6.8.6 Массовую долю ртути определяют по ГОСТ 26927.

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

7 Транспортирование и хранение

7.1 Пищевой полифосфат натрия-кальция транспортируют в крытых транспортных средствах всеми видами транспорта в соответствии с правилами транспортирования грузов, действующими на соответствующих видах транспорта.

7.2 Пищевой полифосфат натрия-кальция 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 пищевого полифосфата натрия-кальция устанавливается изготовителем или нормативными документами, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

Библиография

[1]	Технический регламент Таможенного Союза ТР ТС 029/2012	О безопасности пищевых добавок, ароматизаторов и технологических вспомогательных средств
[2]	Технический регламент Таможенного Союза ТР ТС 021/2011	О безопасности пищевой продукции
[3]	Технический регламент Таможенного Союза ТР ТС 005/2011	О безопасности упаковки
[4]	Технический регламент Таможенного Союза ТР ТС 022/2011	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, полифосфат натрия-кальция Е452(iii), технические условия

БЗ 8—2017/151

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 21.09.2017. Подписано в печать 05.10.2017. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,16. Тираж 24 экз. Зак. 1895.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru