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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34098— 2017

Добавки пищевые

НАТРИЯ НИТРАТ Е251

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 1 июня 2017 г. № 51)

За принятие проголосовали:

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

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 июня 2017 г. № 652-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34098—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2018 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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Технические требования . . . 3
3.1 Характеристики . . . 3
3.2 Требования к сырью . . . 4
3.3 Упаковка . . . 4
3.4 Маркировка . . . 4
4 Требования безопасности . . . 4
5 Правила приемки . . . 5
6 Методы контроля . . . 6
6.1 Отбор и подготовка проб . . . 6
6.2 Определение органолептических показателей . . . 7
6.3 Тест на натрий-ионы . . . 8
6.4 Тест на нитрат-ионы . . . 9
6.5 Определение массовой доли потерь при высушивании . . . 10
6.6 Определение массовой доли основного вещества . . . 11
6.7 Определение массовой доли нитритов . . . 15
6.8 Определение pH водного раствора пищевого нитрата натрия массовой долей 5 % . . . 17
6.9 Определение содержания токсичных элементов . . . 18
7 Транспортирование и хранение . . . 18
Библиография . . . 19

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 НИТРАТ Е251

Технические условия

Food additives. Sodium nitrate E251. Specifications

Дата введения — 2018—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку нитрат натрия Е251 (далее — пищевой нитрат натрия), предназначенную для использования в пищевой промышленности как консервант и фиксатор окраски 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—2015 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 84—76 Реактивы. Натрий углекислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

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

ГОСТ 2263—79 Натр едкий технический. Технические условия*

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3770—75 Реактивы. Аммоний углекислый. Технические условия

ГОСТ 3956-76 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 4142—77 Реактивы. Кальций азотнокислый 4-водный. Технические условия

ГОСТ 4148—78 Реактивы. Железо (II) сернокислое 7-водное. Технические условия

ГОСТ 4171—76 Реактивы. Натрия сульфат 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4197—74 Реактивы. Натрий азотисто-кислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4517—2016 Реактивы. Методики приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

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

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 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 12871—2013 Хризотил. Общие технические условия

ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 14961—91 Нитки льняные и льняные с химическими волокнами. Технические условия

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

ГОСТ 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 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

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

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

ГОСТ 26319—84 Грузы опасные. Упаковка

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

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

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

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

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

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

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

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55064—2012 «Натр едкий технический. Технические условия».

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

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

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 Е251 представляет собой натриевую соль азотной кислоты.

Химическая формула — $NaNO_3$.

Химическое наименование — натрий азотнокислый.

Молекулярная масса — 84,99 а. е. м.

3.1.2 Пищевой нитрат натрия вырабатывают в соответствии с требованиями технических регламентов [1], [2] и настоящего стандарта и применяют в пищевых продуктах в соответствии с требованиями технического регламента [1] и/или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

3.1.3 Пищевой нитрат натрия легко растворим в воде (в 100 $см^3$ дистиллированной воды при температуре от 20 °С до 25 °С растворяется от 87,6 г до 91,6 г нитрата натрия), очень плохо растворим в 96 %-ном этаноле (в 100 $см^3$ 96 %-ного этанола при температуре 25 °С растворяется 0,036 г нитрата натрия), гигроскопичен.

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

Таблица 1

Наименование показателя	Характеристика показателя
Внешний вид	Прозрачные кристаллы или кристаллический белый порошок
Цвет	Белый или бесцветный

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

Таблица 2

Наименование показателя	Характеристика (значение) показателя
Тест на натрий-ионы	Выдерживает испытание
Тест на нитрат-ионы	Выдерживает испытание
Массовая доля потерь при высушивании, %, не более	2,0
Массовая доля нитритов, $млн^{-1}$ (мг/кг), не более	30,0
pH водного раствора нитрата натрия массовой долей 5 %, ед. pH	От 5,5 до 8,3 включ.

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

3.1.6 Массовая доля основного вещества в пищевом нитрате натрия должна соответствовать требованиям технического регламента [1] и/или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

3.1.7 Содержание токсичных элементов (мышьяк, свинец, ртуть) в пищевом нитрате натрия 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 нитрата натрия используют следующее сырье:

- кальций азотнокислый 4-водный по ГОСТ 4142;
- натрия сульфат 10-водный по ГОСТ 4171;
- газы нитрозные (смесь NO с NO_2);
- натрий углекислый по ГОСТ 83, натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328, натр едкий технический по ГОСТ 2263.

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

3.3 Упаковка

3.3.1 Упаковка, применяемая для пищевого нитрата натрия, должна быть прочной, влагонепроницаемой, изготовляться из материалов, использование которых в контакте с продуктом обеспечивает его качество и безопасность при употреблении.

3.3.2 Пищевой нитрат натрия упаковывают в открытые многослойные ламинированные бумажные мешки марки ПМ или в открытые многослойные непропитанные бумажные мешки марки НМ по нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт, с учетом требований ГОСТ 26319.

3.3.3 В открытые многослойные непропитанные бумажные мешки марки НМ 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 нитрата натрия устанавливает изготовитель.

3.3.4 Бумажные мешки после их заполнения зашивают машинным способом льняными нитками по ГОСТ 14961 или другими нитками, обеспечивающими механическую прочность шва. Бумажные мешки с полиэтиленовым мешком-вкладышем зашивают вместе.

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

3.3.6 Массу нетто упаковочной единицы (группу фасовки) устанавливает изготовитель.

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

3.3.8 Пищевой нитрат натрия, отправляемый в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, упаковывают по ГОСТ 15846 с учетом требований ГОСТ 26319.

3.4 Маркировка

3.4.1 Маркировка должна соответствовать требованиям, установленным техническим регламентом [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 Нитрат натрия токсичен, по степени воздействия на организм человека относится к умеренно опасным веществам (3-й класс опасности по ГОСТ 12.1.007). Предельно допустимая концентрация (ПДК) аэрозоля в воздухе рабочей зоны устанавливается в соответствии с гигиеническими нормами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

4.2 В соответствии с ГОСТ 12.1.004 нитрат натрия является окислителем, способным в смеси с горючими дисперсными материалами образовывать взрывопожароопасные смеси, способные гореть без доступа воздуха.

При изготовлении и фасовке пищевого нитрата натрия должны соблюдаться общие требования пожарной безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004 и должны быть в наличии средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

Разведение огня на расстоянии менее 50 м от мест погрузки, разгрузки и хранения нитрата натрия, а также курение вблизи этих мест запрещается.

При возникновении пожара его следует тушить большим количеством воды, огнетушителями типа ОП-3, ОП-5 или ОВП-10, азотом, сухим песком, асбестовым покрывалом.

4.3 Изготовление и фасовку пищевого нитрата натрия следует проводить при работающих системах общеобменной приточно-вытяжной и местной вентиляции по ГОСТ 12.4.021, обеспечивающих чистоту воздуха в соответствии с требованиями гигиенических нормативов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

4.4 Контроль вредных веществ в воздухе рабочей зоны производства пищевого нитрата натрия должна проводить производственная лаборатория предприятия в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

4.5 Во всех производственных помещениях должна быть аптечка доврачебной помощи.

Пищевой нитрат натрия действует раздражающе на органы дыхания, слизистые оболочки и кожные покровы. При попадании внутрь организма изменяет состав крови, образовывая метгемоглобин.

При попадании пищевого нитрата натрия в глаза и на кожу их следует промыть большим количеством воды. При отравлении ингаляционным путем необходимы свежий воздух, покой, тепло, чистая одежда, кроме того, следует тщательно прополоскать нос и рот водой. При попадании внутрь рекомендуется обильное питье. При необходимости следует обратиться за медицинской помощью.

При случайном проглатывании пищевого нитрата натрия следует выпить несколько стаканов теплой воды с добавлением активированного угля (из расчета 1 г сорбента на 1 кг массы тела пострадавшего), вызвать рвоту (раздражением корня языка).

4.6 Лица, работающие с пищевым нитратом натрия, должны проходить предварительные и периодические медицинские осмотры в соответствии с установленным порядком.

4.7 Работающие с пищевым нитратом натрия должны быть обеспечены специальной одеждой и обувью, средствами защиты рук, лица, глаз, органов дыхания для работы с высокотоксичными продуктами по ГОСТ 12.4.011, ГОСТ 12.4.103 и соблюдать правила личной гигиены.

4.8 Все работы с пищевым нитратом натрия, в том числе лабораторные анализы, должны выполняться в строгом соответствии со специально разработанными инструкциями по технике безопасности и производственной санитарии, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

4.9 Организация обучения работающих безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

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

4.11 Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.2.007.0.

5 Правила приемки

5.1 Пищевой нитрат натрия принимают партиями.

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

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

5.3 При проведении приемо-сдаточных испытаний применяют одноступенчатый выборочный план при нормальном контроле со специальным уровнем контроля S-4 и пределом приемлемого качества AQL, равным 6,5 по стандарту [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 »	30	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 нитрата натрия в каждой упаковочной единице, попавшей в выборку, проводят по разности массы брутто и массы упаковочной единицы, освобожденной от содержимого. Предел допускаемых отрицательных отклонений от номинальной массы нетто пищевого нитрата натрия в каждой упаковочной единице — по 3.3.7.

5.6 Приемка партии пищевого нитрата натрия 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 нитрата натрия, меньше или равно приемочному числу (см. таблицу 3).

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

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

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

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

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

При повторном получении неудовлетворительных результатов испытаний партию бракуют.

5.7.3 Органолептические и физико-химические показатели пищевого нитрата натрия в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты испытаний распространяют только на пищевой нитрат натрия в этой упаковке.

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

6 Методы контроля

6.1 Отбор и подготовка проб

6.1.1 Для составления суммарной пробы пищевого нитрата натрия из разных мест каждой упаковочной единицы, отобранной по 5.3, отбирают мгновенные пробы с использованием 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 300 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, используя деревянные планки со скошенными ребрами, ее ссыпают с двух противоположных сторон на середину так, чтобы образовался валик. Суммарную пробу с концов валика также ссыпают на середину, снова разравнивают в виде квадрата толщиной слоя от 1 до 1,5 см и планкой делят по диагонали на четыре треугольника. Две противоположные части пробы отбрасывают, а две оставшиеся — соединяют, перемешивают и вновь делят на четыре треугольника. Операцию повторяют необходимое число раз, при этом продолжительность процедуры квартования должна быть минимальной.

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

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

Емкость со второй частью пробы опечатывают, пломбируют и хранят для повторного контроля в случае возникновения разногласий в оценке качества и безопасности пищевого нитрата натрия.

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

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

- полное наименование пищевой добавки и ее Е-номер;
- наименование и местонахождение изготовителя;
- номер партии;
- масса нетто партии;
- число упаковочных единиц в партии;
- дата изготовления;
- дата отбора проб;
- срок хранения пробы;
- фамилии лиц, проводивших отбор данной пробы;
- обозначение настоящего стандарта;
- место отбора проб (цех, участок и т. п.);
- фамилии и должности присутствующих лиц при отборе.

6.2 Определение органолептических показателей

6.2.1 Сущность метода

Метод основан на органолептической оценке внешнего вида и цвета пищевого нитрата натрия.

6.2.2 Средства измерений, вспомогательное устройство и материалы

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

Лампа люминесцентная типа ЛД по ГОСТ 6825.

Бумага белая.

Пластинка стеклянная.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного устройства, 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 %.

Все испытания 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

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

6.3 Тест на натрий-ионы

6.3.1 Сущность метода

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

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) и 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 шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Горелка газовая.

Стаканчики для взвешивания СВ-19/9 (24/10) или СН-34/12 по ГОСТ 25336.

Проволока из платины по ГОСТ 18389.

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

Пипетки 2–2–1–5 (10) по ГОСТ 29227.

Цилиндры 1–50 (100)–1 по ГОСТ 1770.

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

Воронка В-56–80 ХС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Палочка стеклянная оплавленная.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61, х. ч.

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

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, посуды и материалов, не уступающим 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 уранила (ацетата уранила)

Уксуснокислый уранил массой 10 г растворяют при нагревании до температуры не более 50 °С в растворе, содержащем 54 см^3 дистиллированной воды и 1,7 см^3 ледяной уксусной кислоты.

Срок хранения раствора в условиях по 6.2.4 — не более 3 мес.

6.3.6.2 Приготовление раствора уксуснокислого цинка (ацетата цинка)

Уксуснокислый цинк массой 30 г растворяют в растворе, содержащем 52 см^3 дистиллированной воды и 1 см^3 ледяной уксусной кислоты при нагревании до температуры не более 50 °С.

Срок хранения раствора в условиях по 6.2.4 — не более 3 мес.

6.3.6.3 Приготовление раствора ацетата цинк-уранила

Растворы ацетата уранила по 6.3.6.1 и ацетата цинка по 6.3.6.2 смешивают и через 24 ч фильтруют.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.3.6.4 Приготовление раствора уксусной кислоты в соотношении 1:5

Раствор уксусной кислоты в соотношении 1:5 готовят разбавлением по объему ледяной уксусной кислоты массовой долей 99,5 % (одна часть) дистиллированной водой (пять частей).

Срок хранения раствора в условиях по 6.2.4 — не более 3 мес.

6.3.7 Проведение анализа

Способ 1. Анализируемую пробу пищевого нитрата натрия массой от 0,5 до 1,0 г растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды. К 5 см^3 раствора добавляют для подкисления от 1 до 2 см^3 раствора уксусной кислоты по 6.3.6.4, фильтруют, затем прибавляют 1 см^3 ацетата цинк-уранила по 6.3.6.3.

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

Способ 2. Платиновую проволоку нагревают в пламени горелки и быстро вносят в анализируемую пробу пищевого нитрата натрия. Затем прилипшие к раскаленной проволоке кристаллы осторожно

сплавляют в пламени горелки, опускают в концентрированную соляную кислоту и снова помещают в пламя.

Окрашивание бесцветного пламени в желтый цвет указывает на присутствие в пробе ионов натрия.

6.4 Тест на нитрат-ионы

6.4.1 Сущность метода

Метод основан на качественном определении нитрат-ионов по образованию бурого окрашивания раствора при реакции восстановления солями железа (II) нитратов до окиси азота, которая с избытком солей железа (II) образует нестойкое комплексное соединение коричневого цвета (способ 1) или по образованию коричнево-красных паров окислов азота при реакции с металлической медью в кислой среде (способ 2), а также по отсутствию обесцвечивания раствора перманганата калия, подкисленного серной кислотой, для отличия от нитрит-ионов (способ 3).

6.4.2 Средства измерений, вспомогательное устройство, посуда, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 высокого (II) класса точности (e = 0,01 г) и 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 шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Горелка газовая.

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

Цилиндр 1 (3)–100–1 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 2–2–1–2 (5) по ГОСТ 29227.

Пробирки П2-14–100 ХС и П2Т-10 ТС по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная.

Рукавицы тканевые или держатель для пробирок.

Стружки металлические медные (должны быть обезжирены).

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а.

Железо (II) сернокислое 7-водное по ГОСТ 4148, ч. д. а.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, ч. д. а.

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 реактивы 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 анализируемой пробы готовят в стакане вместимостью 250 см^3 растворением 1,5 г пищевого нитрата натрия в 100 см^3 дистиллированной воды.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.4.6.2 Раствор сернокислого железа (II) молярной концентрации c ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$) = 1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 4517 (пункт 2.54).

Раствор используют свежеприготовленный.

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

Раствор используют свежеприготовленный.

6.4.7 Проведение анализа

Способ 1. К 2 см^3 полученного по 6.4.6.1 раствора анализируемой пробы пищевого нитрата натрия, помещенного в пробирку, осторожно приливают 2 см^3 серной кислоты по 6.4.2. Полученный раствор охлаждают до температуры (20 ± 2) °С и приливают к нему из пипетки 0,5 см^3 раствора сернокислого железа (II) по 6.4.6.2. Образование бурого кольца в месте соприкосновения двух жидкостей указывает на присутствие в растворе нитрат-ионов.

Способ 2. К 2 см^3 полученного по 6.4.6.1 раствора анализируемой пробы пищевого нитрата натрия, помещенного в пробирку, осторожно приливают 2 см^3 серной кислоты по 6.4.2 и добавляют 2—3 кусочка медной стружки. При нагревании содержимого пробирки на газовой горелке происходит выделение коричнево-красных паров оксидов азота, что свидетельствует о наличии в растворе нитрат-ионов.

Способ 3. К 2 $см^3$ полученного по 6.4.6.1 раствора анализируемой пробы пищевого нитрата натрия, помещенного в пробирку, приливают 2 $см^3$ раствора марганцовокислого калия по 6.4.6.3 и 4—5 капель серной кислоты по 6.4.2.

Необесцвечивание полученного раствора указывает на присутствие нитрат-ионов.

6.5 Определение массовой доли потерь при высушивании

6.5.1 Сущность метода

Метод основан на гравиметрическом определении потерь при высушивании пищевого нитрата натрия при температуре 105 °С в течение 4 ч.

6.5.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы

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

Термометры жидкостные стеклянные диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С и от 0 °С до 200 °С, с ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

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

Стаканчик СН-45/13 по ГОСТ 25336.

Эксикатор 2–250 по ГОСТ 25336.

Рукавицы тканевые или держатель для стаканчика.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

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

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 — по 6.2.5.

6.5.6 Подготовка к анализу

Открытый стеклянный стаканчик вместе с крышкой помещают в сушильный шкаф, нагретый до температуры (120 ± 2) °С, и выдерживают в течение 30 мин. Затем стаканчик закрывают крышкой, помещают в эксикатор на 1/3 заполненный обезвоженным хлористым кальцием, охлаждают до температуры, не превышающей более чем на 3 °С температуру окружающего воздуха по 6.2.4, и взвешивают. Результат взвешивания записывают до третьего десятичного знака. Высушивание стаканчика с крышкой повторяют при тех же условиях до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний составит не более 0,001 г.

6.5.7 Проведение анализа

В подготовленный по 6.5.6 стаканчик вносят от 1 до 2 г анализируемой пробы пищевого нитрата натрия, стаканчик закрывают крышкой и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака. Пробу распределяют равномерным слоем постукиванием по стаканчику и сушат в открытом стаканчике вместе с крышкой в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С в течение 4 ч. После этого стаканчик быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе 40 мин и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака.

6.5.8 Обработка результатов

Массовую долю потерь при высушивании пищевого нитрата натрия X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m-m_1)100}{m-m_2}, \quad (1)$$

где m — масса стаканчика с пробой до высушивания, г

m_1 — масса стаканчика с пробой после высушивания, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m_2 — масса сухого стаканчика, г.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X}_1$ (%), округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по 6.5.9.1.

6.5.9 Метрологические характеристики метода

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

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

6.5.9.3 Границы абсолютной погрешности метода определения потерь при высушивании составляют $\Delta_1 = \pm 0{,}1$ %.

6.5.10 Оформление результатов

Результаты определения массовой доли потерь при высушивании пищевого нитрата натрия представляют в виде $(\overline{X}_1 \pm \Delta_1)$ % при P = 95 %.

6.6 Определение массовой доли основного вещества

6.6.1 Метод 1 (арбитражный)

6.6.1.1 Сущность метода

Метод основан на гравиметрическом определении сернокислого натрия, образующегося при обработке пищевого нитрата натрия серной кислотой, и последующем прокаливании остатка при температуре от 600 °С до 700 °С.

Массовую долю основного вещества определяют на высушенной основе анализируемой пробы пищевого нитрата натрия.

Диапазон измерений массовой доли основного вещества гравиметрическим методом составляет от 95,0 % до 99,8 % сухого вещества.

6.6.1.2 Средства измерений, вспомогательные оборудование и устройства, посуда и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 высокого (II) класса точности (e = 0,01 г) и 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.

Термометры жидкостные стеклянные диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С, от 100 °С до 200 °С и от 200 °С до 300 °С, с ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

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

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Баня песчаная.

Тигель фарфоровый по ГОСТ 9147.

Ступка по ГОСТ 9147.

Пестик по ГОСТ 9147.

Пипетка 2–2–1–5 по ГОСТ 29227.

Эксикатор 2–250 по ГОСТ 25336.

Стекло часовое.

Рукавицы тканевые.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.

Аммоний углекислый по ГОСТ 3770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.6.1.3 Отбор проб — по 6.1.

6.6.1.4 Условия проведения анализа — по 6.2.4.

6.6.1.5 Требования к квалификации оператора — по 6.2.5.

6.6.1.6 Подготовка к анализу

Раствор серной кислоты массовой долей 20 % готовят по ГОСТ 4517 (пункт 2.89).

Срок хранения раствора в условиях по 6.2.4 — два года.

6.6.1.7 Проведение анализа

Пустой фарфоровый тигель помещают в муфельную печь, нагретую до температуры от 600 °С до 700 °С, и выдерживают 30 мин. Затем тигель вынимают и помещают в эксикатор, заполненный на 1/3 обезвоженным хлористым кальцием, охлаждают до температуры, не превышающей более чем на 3 °С температуру окружающего воздуха по 6.2.4 и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака.

Прокаливание тигля повторяют при тех же условиях до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний составит не более 0,001 г.

Анализируемую пробу пищевого нитрата натрия, предварительно высушенную по 6.5 и растертую в порошок, массой 1 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака, помещают в фарфоровый тигель, прокаленный до постоянной массы, прибавляют 3 $см^3$ раствора серной кислоты по 6.6.1.6 и выпаривают досуха на водяной бане. Тигель с остатком помещают на песчаную баню и постепенно нагревают до температуры 300 °С (остаток сначала плавится, а затем становится твердым) до прекращения выделения белых паров. Затем нагрев песчаной бани прекращают и охлаждают вместе с тиглем с остатком до температуры (55 ± 5) °С. К охлажденному остатку прибавляют от 0,1 до 0,2 г углекислого аммония по 6.6.1.2 (для разрушения образовавшегося персульфата), накрывают тигель часовым стеклом и нагревают на песчаной бане при температуре (61 ± 1) °С до исчезновения со стекла соли, после чего стекло снимают и остаток прокаливают в муфельной печи при температуре от 600 °С до 700 °С в течение 30 мин. После этого тигель с прокаленным остатком снова помещают на песчаную баню и охлаждают до температуры песчаной бани (55 ± 5) °С. Затем к остатку повторно прибавляют от 0,1 до 0,2 г углекислого аммония по 6.6.1.2, накрывают тигель часовым стеклом и нагревают на песчаной бане при температуре (61 ± 1) °С до исчезновения со стекла соли, после чего стекло снимают и остаток прокаливают в муфельной печи при температуре от 600 °С до 700 °С в течение 30 мин. После этого тигель с прокаленным остатком охлаждают в эксикаторе над обезвоженным хлористым кальцием до температуры, не превышающей более чем на 3 °С температуру окружающего воздуха по 6.2.4, и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака.

Прокаливание тигля с пробой повторяют с продолжительностью прокаливания 30 мин до тех пор, пока разница между результатами последовательных взвешиваний составит не более 0,001 г.

6.6.1.8 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества пищевого нитрата натрия X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2)1{,}1967 \cdot 100}{m}, \qquad (2)$$

где m_1 — масса тигля с прокаленным остатком, г;

m_2 — масса тигля, г;

1,1967 — коэффициент пересчета массы нитрата натрия на массу сульфата натрия ($2MNaNO_3/MNa_2SO_4$); $MNaNO_3$ = 84,99 а. е. м.; MNa_2SO_4 = 142,04 а. е. м.;

m — масса анализируемой пробы по 6.6.1.7;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $\overline{X}_2$ (%), округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по 6.6.1.9, перечисление а).

6.6.1.9 Метрологические характеристики метода

а) Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,20 %.

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

в) Границы абсолютной погрешности определения массовой доли основного вещества пищевого нитрата натрия при P = 95 % составляют $\Delta_2 = \pm 0{,}2$ %.

6.6.1.10 Оформление результатов анализа

Результат определений массовой доли основного вещества пищевого нитрата натрия представляют в виде $(\overline{X}_2 \pm \Delta_2)$ % при P = 95 %.

6.6.2 Метод 2

6.6.2.1 Сущность метода

Метод основан на восстановлении нитратного азота до аммонийного сплавом Деварда в присутствии гидроокиси натрия, с последующей отгонкой аммиака из щелочного раствора в раствор серной кислоты и титрованием избытка кислоты раствором гидроокиси натрия в присутствии смешанного индикатора.

Массовую долю основного вещества определяют на высушенной основе анализируемой пробы пищевого нитрата натрия.

Диапазон измеряемой массовой доли основного вещества титриметрическим методом составляет от 96,0 % до 99,7 % сухого вещества.

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

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

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Электроплитка по ГОСТ 14919 или колбонагреватель.

Колба КГУ-2–1–500–29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Каплеуловитель КО-14/23–100 ХС по ГОСТ 25336.

Переход П-1–29/32–14/23 ТХС по ГОСТ 25336.

Воронка ВК-50 ХС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХШ-1–300–29/32 ХС или ХСН-16 ХС по ГОСТ 25336.

Колба Кн-2–500–29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Капельница 2–50 ХС или 3-7/11 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1–50–1, 1 (3–100–1) по ГОСТ 1770.

Бюретка 1–1–2–50–0,1 по ГОСТ 29251.

Хризотил (асбест хризотиловый) по ГОСТ 12871.

Средства против бурного кипения – кусочки пористого материала, устойчивые в данной среде (пемза, неглазурованный фарфор).

Сплав Деварда в виде порошка.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а.

Стандарт-титр (фиксанал) раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0.1 моль/дм^3 (0,1 н.).

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а.

Метиловый красный (индикатор).

Метиленовый голубой (индикатор).

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений и вспомогательных 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.

6.6.2.3 Отбор проб — по 6.1.

6.6.2.4 Условия проведения анализа — по 6.2.4.

6.6.2.5 Требования к квалификации оператора — по 6.2.5.

6.6.2.6 Подготовка к анализу

а) Раствор гидроокиси натрия массовой долей 30 % готовят по ГОСТ 4517 (пункт 2.104).

Срок хранения раствора в условиях по 6.2.4 — 1 мес.

б) Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) готовят по ГОСТ 25794.1.

Срок хранения раствора в условиях по 6.2.4 — 1 мес.

в) Раствор серной кислоты молярной концентрации c (1/2H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) готовят по ГОСТ 25794.1.

Срок хранения раствора в условиях 6.2.4 — один год.

г) Спиртовой раствор смешенных индикатора метилового красного и метиленового голубого готовят по ГОСТ 4919.1 (таблица 3, пункт 4).

Срок хранения раствора в условиях по 6.2.4 — 3 мес.

д) Установка для отгонки аммиака комплектуется: круглодонной двугорлой реакционной колбой, капельной воронкой, каплеуловителем, шариковым или спиральным холодильником, колбой-приемником, электроплиткой, хризотилом и средством против бурного кипения.

6.6.2.7 Проведение анализа

Высушенную по 6.5 анализируемую пробу пищевого нитрата натрия массой 0,4 г, с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака, помещают в круглодонную двугорлую реакционную колбу вместимостью 500 $см^3$, растворяют в 300 $см^3$ дистиллированной воды, добавляют 3 г сплава Деварда и средство против бурного кипения. Колбу соединяют с каплеуловителем, вертикально расположенным холодильником и капельной воронкой установки для отгонки аммиака. В приемник дистиллята вместимостью 500 $см^3$ вносят из бюретки 50 $см^3$ раствора серной кислоты по 6.6.2.6, перечисление в). Сливной конец холодильника помещают под слой раствора серной кислоты. Затем в реакционную колбу из капельной воронки осторожно приливают 15 $см^3$ раствора гидроокиси натрия по 6.6.2.6, перечисление а), закрывают кран капельной воронки и выдерживают реакционную массу 2 ч для завершения реакции. По окончании бурной реакции, (через 2 ч) реакционную колбу нагревают, доводят содержимое колбы до интенсивного кипения и отгоняют примерно 250 $см^3$ дистиллята.

После окончания отгонки удаляют источник тепла, приемник с холодильником отсоединяют, промывают холодильник дистиллированной водой, сливая промывные воды в приемник дистиллята.

Избыток серной кислоты в приемнике титруют раствором гидроокиси натрия по 6.6.2.6, перечисление б), в присутствии трех капель смешанного индикатора по 6.6.2.6, перечисление г), до изменения окраски от фиолетовой до зеленой.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с тем же количеством реактивов, но без анализируемой пробы.

6.6.2.8 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества пищевого нитрата натрия X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V_1 - V_2)K0{,}0085 \cdot 100}{mV_3}, \qquad (3)$$

где V_1 — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование избытка раствора серной кислоты при проведении контрольного опыта, $см^3$;

V_2 — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование избытка раствора серной кислоты при анализе пробы, $см^3$;

K — коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия; определяют по ГОСТ 25794.1, используя установочный раствор стандарт-титра (фиксанала) соляной кислоты молярной концентрации c(HCl) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.);

0,0085 — масса нитрата натрия, соответствующая 1 $см^3$ раствора серной кислоты молярной концентрации c ($1/2H_2SO_4$) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.), г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m — масса анализируемой пробы по 6.6.2.7, перечисление г);

V_3 — 1 $см^3$ объема раствора серной кислоты молярной концентрации c ($1/2H_2SO_4$) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.), соответствующий 0,0085 г нитрата натрия.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X}_3$ (%), округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по 6.6.2.9, перечисление а).

6.6.2.9 Метрологические характеристики метода

а) Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,30 %.

б) Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,40 %.

г) Границы абсолютной погрешности определений массовой доли основного вещества пищевого нитрата натрия при P = 95 %, составляют $\Delta_3 = \pm 0{,}3$ %.

6.6.2.10 Оформление результатов

Результат определений массовой доли основного вещества пищевого нитрата натрия представляют в виде $(\overline{X}_3 \pm \Delta_3)$ % при P = 95 %.

6.7 Определение массовой доли нитритов

6.7.1 Сущность метода

Метод основан на определении массовой доли нитритов по интенсивности розовой окраски комплексного азосоединения, образующегося при взаимодействии нитритов, присутствующих в пищевом нитрате натрия, с сульфаниламидом и N-(1-нафтил)-этилендиамина дигидрохлоридом в водной среде, фотометрическим методом при длине волны 540 нм.

Массовую долю нитритов определяют на высушенной основе анализируемой пробы.

Диапазон измерений массовой доли нитритов в пищевом нитрате натрия фотометрическим методом составляет от 15 до 55 млн$^{-1}$ (мг/кг).

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

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 высокого (II) класса точности (e = 0,01 г) и 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.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр диапазоном измерения в интервале длин волн от 210 до 700 нм, с допускаемой абсолютной погрешностью коэффициента пропускания не более ±1 %.

Кюветы кварцевые с толщиной поглощающего слоя 1 см.

Стакан В (Н)-1 (2)–250 ТС (ТХС) по ГОСТ 25336.

Колбы 2–100–1, 2–1000–1 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1 (3)–100–1 по ГОСТ 1770.

Палочка стеклянная оплавленная.

Пипетки 1–2–1–1 (10, 20) по ГОСТ 29227.

Эксикатор 2–250 по ГОСТ 25336.

Силикагель технический по ГОСТ 3956.

Сульфаниламид массовой долей основного вещества не менее 99 %, ч. д. а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч. д. а.

N-(1-нафтил)-этилендиамин дигидрохлорид массовой долей основного вещества не менее 98 %, ч. д. а.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, ч. д. а.

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.

6.7.3 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 Приготовление раствора сульфаниламида

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

В стакане вместимостью 250 см^3 растворяют при перемешивании 2,0 г сульфаниламида в 200 см^3 раствора соляной кислоты массовой долей 10 %, переносят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят объем раствором соляной кислоты до метки.

Срок хранения раствора в условиях по 6.2.4 — 3 мес.

6.7.6.2 Приготовление раствора N-(1-нафтил)-этилендиамина дигидрохлорида

0,2 г N-(1-нафтил)-этилендиамина дигидрохлорида растворяют количественно в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 см^3 с доведением общего объема раствора до метки.

Срок хранения раствора в склянке из темного стекла в холодильнике — 3 мес.

6.7.6.3 Приготовление растворов нитрита натрия

Раствор 1. Растворяют в дистиллированной воде 0,750 г азотистокислого натрия (нитрита натрия), предварительно высушенного в течение 4 ч в эксикаторе над силикагелем, и доводят объем раствора дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 до метки. Получают раствор с содержанием нитритов 500 мкг в 1 см^3.

Раствор 2. Пипеткой отбирают 10 см^3 раствора 1, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и разбавляют дистиллированной водой до метки. Получают раствор с содержанием нитритов 50 мкг в 1 см^3.

Раствор 3. Пипеткой отбирают 10 см^3 раствора 2, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и разбавляют дистиллированной водой до метки. Получают раствор с содержанием нитритов 0,5 мкг в 1 см^3.

Растворы нитрита натрия используют свежеприготовленные.

6.7.6.4 Построение градуировочной характеристики

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят: 0; 5; 10; 20 и 50 см^3 раствора 3 нитрита натрия по 6.7.6.3, что соответствует содержанию нитрита: 0; 2,5; 5; 10 и 25 мкг, разбавляют до 80 см^3 дистиллированной водой, добавляют в каждую колбу по 10 см^3 раствора сульфаниламида по 6.7.6.1 и перемешивают. Через 3 мин в колбы добавляют по 1 см^3 раствора N-(1-нафтил)-этилендиамина дигидрохлорида по 6.7.6.2, разбавляют дистиллированной водой до метки и перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность полученных растворов относительно дистиллированной воды на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре при длине волны 540 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 1 см.

По полученным данным строят градуировочную характеристику, откладывая на оси абсцисс массы нитрита натрия в микрограммах (мкг), а на оси ординат — соответствующие значения оптических плотностей. Каждое значение оптической плотности находят как среднее из трех параллельных определений. Градуировочная характеристика должна иметь вид прямой линии.

Стабильность градуировочной характеристики проверяют не реже одного раза в три месяца, а также при замене средств измерений и реактивов. Для этого используют два или три градуировочных раствора, приготовленных по 6.7.6.3.

Проводят измерение контрольных градуировочных растворов по 6.7.6.4.

Градуировочную характеристику считают стабильной, если выполняется условие

$$100\frac{|X_{гр} - C|}{C} \le K_{гр}, \quad (4)$$

где $X_{гр}$ — массовая доля нитрит-ионов в градуировочном растворе, полученная при контрольном измерении, мкг;

C — массовая доля нитрит-ионов в градуировочном растворе, полученная по процедуре приготовления, мкг;

$K_{гр}$ — норматив контроля стабильности градуировочной характеристики;

$K_{гр}$ = 10 %.

Если условие (4) не выполняется, то проводят повторное измерение для этого же свежеприготовленного градуировочного раствора. Если градуировочная характеристика вновь нестабильна, то выявляют и устраняют причины ее нестабильности и повторяют проверку с использованием не менее двух других свежеприготовленных градуировочных растворов. При повторном невыполнении условия стабильности строят новую градуировочную характеристику.

6.7.7 Проведение анализа

1,0 г анализируемой пробы пищевого нитрата натрия, высушенного по 6.5, с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака, растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объем раствора до метки. Отбирают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 пипеткой 20 см^3 полученного раствора, разбавляют дистиллированной водой до 80 см^3, добавляют 10 см^3 раствора сульфаниламида по 6.7.6.1 и перемешивают. Через 3 мин добавляют 1 см^3 раствора N-(1-нафтил)-этилендиамина дигидрохлорида по 6.7.6.2, разбавляют до метки дистиллированной водой, перемешивают и через 15 мин измеряют оптическую плотность относительно дистиллированной воды при длине волны 540 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см.

По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочной характеристикой, находят массу нитритов (мкг).

6.7.8 Обработка результатов

Массовую долю нитритов X_4, млн$^{-1}$ (мг/кг), вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m_1 100}{m_2 20}, \quad (5)$$

где m_1 — масса нитритов, определенная по градуировочной характеристике, мкг;

100 — объем раствора анализируемой пробы пищевого нитрата натрия, приготовленный для анализа, $см^3$;

m_2 — масса анализируемой пробы пищевого нитрата натрия по 6.7.7, г;

20 — объем раствора анализированной пробы пищевого нитрата натрия, взятый для анализа, $см^3$.

Вычисления проводят с записью результата до первого десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X}_4$ [$млн^{-1}$ (мг/кг)], округленное до целого числа, если выполняется условие приемлемости по 6.7.9.1.

6.7.9 Метрологические характеристики метода

6.7.9.1 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 2,0 $млн^{-1}$ (мг/кг).

6.7.9.2 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 3,0 $млн^{-1}$ (мг/кг).

6.7.9.3 Границы абсолютной погрешности определения массовой доли нитритов в пищевом нитрате натрия составляют $\Delta_4 = \pm 2$ $млн^{-1}$ (мг/кг) при P = 95 %.

6.7.10 Оформление результатов

Результаты определения массовой доли нитритов в пищевом нитрате натрия представляют в виде $(\overline{X}_4 \pm \Delta_4)$ $млн^{-1}$ (мг/кг) при P = 95 %.

6.8 Определение pH водного раствора пищевого нитрата натрия массовой долей 5 %

6.8.1 Сущность метода

Метод основан на определении показателей активности ионов водорода (pH) раствора пищевого нитрата натрия массовой долей 5 % при помощи pH-метра со стеклянным электродом.

6.8.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

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

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

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

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

Цилиндр 1–100–1 по ГОСТ 1770.

Палочка стеклянная оплавленная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.8.3 Отбор проб — по 6.1.

6.8.4 Условия проведения анализа — по 6.2.4.

6.8.5 Требования к квалификации оператора — по 6.2.5.

6.8.6 Подготовка к анализу

Водный раствор анализируемой пробы пищевого нитрата натрия массовой долей 5 % готовят в стакане вместимостью 250 $см^3$ растворением 5,0 г пищевого нитрата натрия в 95 $см^3$ дистиллированной воды, не содержащей углекислоты, приготовленной по ГОСТ 4517 (пункт 2.38).

Раствор используют свежеприготовленный.

6.8.7 Проведение анализа

В приготовленный по 6.8.6 раствор анализируемой пробы пищевого нитрата натрия погружают электроды pH-метра и измеряют pH раствора при температуре (20 ± 2) °С.

Показания pH-метра определяют в соответствии с инструкцией к прибору.

6.8.8 Обработка результатов

Результаты измерений записывают до второго десятичного знака.

За окончательный результат определения pH принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X}_5$ (ед.pH), округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по 6.8.9.1.

6.8.9 Метрологические характеристики метода

6.8.9.1 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при $P = 95$ %, не превышает предела повторяемости $r = 0{,}10$ ед. pH.

6.8.9.2 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 95$ %, не превышает предела воспроизводимости $R = 0{,}20$ ед. pH.

6.8.9.3 Границы абсолютной погрешности метода определения pH водного раствора пищевого нитрата натрия массовой долей 5 % при $P = 95$ % составляет $\Delta_5 = \pm 0{,}1$ ед. pH.

6.8.10 Оформление результатов

Результаты определения pH водного раствора пищевого нитрата натрия массовой долей 5 % представляют в виде $(\overline{X}_5 \pm \Delta_5)$ ед. pH при $P = 95$ %.

6.9 Определение содержания токсичных элементов

6.9.1 Отбор проб — по 6.1.

6.9.2 Условия проведения анализа — по 6.2.4.

6.9.3 Требования к квалификации оператора — по 6.2.5.

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

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

6.9.6 Массовую долю ртути определяют по ГОСТ 26927.

7 Транспортирование и хранение

7.1 Пищевой нитрат натрия транспортируют в упакованном виде всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

7.2 Пищевой нитрат натрия хранят в упаковке изготовителя в сухих крытых вентилируемых складских помещениях.

7.3 Не допускается погрузка, разгрузка, перевозка и хранение пищевого нитрата натрия совместно с горючими веществами и минеральными кислотами.

7.4 При погрузке, разгрузке и хранении пищевого нитрата натрия не допускается засорение или смешение пищевого нитрата натрия с древесными опилками, соломой, углем, торфом и другими органическими веществами во избежание самовозгорания, пожара и взрыва.

7.5 Срок годности пищевого нитрата натрия устанавливается изготовителем или нормативными документами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

Библиография

[1]	Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 029/2012	Требования 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: добавка пищевая, нитрат натрия, Е251, технические условия

БЗ 7—2017/69

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 10.07.2017. Подписано в печать 18.07.2017. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,52. Тираж 27 экз. Зак. 1185.
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