МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33765— 2016

Добавки пищевые

КАЛИЯ НИТРАТ Е252

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

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

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 марта 2016 г. № 86)

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 11 мая 2016 г. № 294-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33765—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2017 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартинформ, 2016

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Технические требования 3
3.1 Характеристики 3
3.2 Требования к сырью 4
3.3 Упаковка 4
3.4 Маркировка 4
4 Требования безопасности 4
5 Правила приемки 5
6 Методы контроля 7
6.1 Отбор и подготовка проб 7
6.2 Определение органолептических показателей 7
6.3 Тест на калий-ионы 8
6.4 Тест на нитрат-ионы 8
6.5 Определение массовой доли основного вещества 9
6.6 Определение массовой доли потерь при высушивании 13
6.7 Определение массовой доли нитритов 14
6.8 Определение pH водного раствора нитрата калия массовой долей 5 % 16
6.9 Определение содержания токсичных элементов 17
7 Транспортирование и хранение 17
Библиография 18

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

Добавки пищевые

КАЛИЯ НИТРАТ Е252

Технические условия

Food additives. Potassium nitrate E252. Specifications

Дата введения — 2017—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку нитрат калия Е252 (далее — пищевой нитрат калия), 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—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 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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

Издание официальное

ГОСТ 450—77 Реактивы. Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 828—77 Натрий азотнокислый технический. 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. Соляная кислота. Технические условия

ГОСТ 3770—75 Реактивы. Аммоний углекислый. Технические условия

ГОСТ 3956—76 Силикатель технический. Технические условия

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

ГОСТ 4168—79 Реактивы. Натрий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4197—74 Реактивы. Натрий азотистокислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4221—76 Реактивы. Калий углекислый. Технические условия

ГОСТ 4234—77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методики приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

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

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 12871—2013 Асбест хризолитовый-хризотил. Общие технические условия.

ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электро-шкафы 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 18300—87 Спирт 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 21205—83 Кислота винная пищевая. Технические условия

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

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

ГОСТ 26319—84 Грузы опасные. Упаковка

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

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

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

ГОСТ 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

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 нитрат калия Е252 представляет собой калиевую соль азотной кислоты.

Химическая формула — KNO_3.

Химическое название — калий азотнокислый.

Молекулярная масса — 101,11 а. е. м.

3.1.2 Пищевой нитрат калия изготавливают в соответствии с требованиями [1], [2] и настоящего стандарта, и применяют в пищевых продуктах в соответствии с требованиями [1] или нормативными правовыми актов, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.1.3 Пищевой нитрат калия хорошо растворим в воде (для растворения 1 г вещества при температуре (20 ± 2) °С необходимо от 1 до 10 г растворителя), не растворим в этаноле (для растворения 1 г вещества при температуре (20 ± 2) °С необходимо более 10 000 г растворителя), гигроскопичен.

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

Таблица 1

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

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

Таблица 2

Наименование показателя	Характеристика (значение) показателя
Тест на калий-ионы	Выдерживает испытание
Тест на нитрат-ионы	Выдерживает испытание
Массовая доля потерь при высушивании, %, не более:	1,0
Массовая доля нитритов, млн$^{-1}$ (мг/кг), не более	20
pH водного раствора нитрата калия массовой долей 5 %, ед. pH	4,5—8,5

* На территории 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 калия должна соответствовать требованиям [1] или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

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

3.2 Требования к сырью

3.2.1 Для производства пищевого нитрата калия используют следующее сырье:

- натрий азотнокислый по ГОСТ 4168 или натрий азотнокислый технический по ГОСТ 828;
- калий хлористый по ГОСТ 4234;
- кислота азотная по ГОСТ 4461;
- газы нитрозные (в основном NO_2);
- калий углекислый по ГОСТ 4221.

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

3.3 Упаковка

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

3.3.2 Пищевой нитрат калия упаковывают в открытые многослойные ламинированные бумажные мешки марки ПМ или в открытые многослойные непропитанные бумажные мешки марки НМ по нормативному документу, действующими 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 и толщиной не менее 0,08 мм по ГОСТ 10354.

Тип и размеры мешков, предельную массу упаковываемого пищевого нитрата калия 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 калия при хранении и транспортировании, и изготовленных из материалов, соответствующих требованиям, установленным [3] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.3.6 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 калия, 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 [1] и [4] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.4.2 Маркировка транспортной упаковки должна соответствовать требованиям, установленным [4] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт, с нанесением манипуляционных знаков, указывающих на способ обращения с грузами — по ГОСТ 14192.

4 Требования безопасности

4.1 Нитрат калия токсичен, по степени воздействия на организм человека относится к умеренно опасным веществам (третий класс опасности по ГОСТ 12.1.007). Предельно допустимая концентрация

(ПДК) аэрозоля в воздухе рабочей зоны в соответствии с гигиеническими нормами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

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

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

Разведение огня на расстоянии менее 50 м от мест погрузки, разгрузки и хранения нитрата калия, 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 калия 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 калия должна производить производственная лаборатория предприятия в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

4.5 Во всех производственных помещениях должна быть аптечка доврачебной помощи.

Пищевой нитрат калия вызывает изъязвление слизистой оболочки носа, при длительном контакте — утолщение кожи на ладонях рук и подошвах ног.

При попадании пищевого нитрата калия в глаза и на кожу их следует промыть большим количеством воды. При отравлении ингаляционным путем необходимы свежий воздух, покой, тепло, чистая одежда, 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 калия 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 калия, должны проходить предварительные и периодические медицинские осмотры в соответствии с установленным порядком.

4.7 Работающие с пищевым нитратом калия 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 калия, 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 калия принимают партиями.

Партией считают количество пищевого нитрата калия 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 калия требованиям настоящего стандарта проводят приемо-сдаточные испытания по качеству упаковки, правильности нанесенной маркировки, массе нетто, органолептическим и физико-химическим показателям и периодические испытания по показателям, обеспечивающим безопасность.

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

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

Таблица 3

Количество упаковочных единиц в партии, шт.	Объем выборки, шт.	Приемочное число	Браковочное число
От 2 до 15 включ.	2	0	1
» 16 » 25 »	3	0	1
» 26 » 90 »	5	1	2
» 91 » 150 »	8	1	2
» 151 » 500 »	13	2	3
» 501 » 1200	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 калия в каждой упаковочной единице, попавшей в выборку, проводят по разности массы брутто и массы упаковочной единицы, освобожденной от содержимого. Предел допускаемых отрицательных отклонений от номинальной массы нетто пищевого нитрата калия в каждой упаковочной единице — по 3.3.7.

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

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

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

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

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

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

5.7.2 При получении неудовлетворительных результатов 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 калия в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты испытаний распространяют только на пищевой нитрат калия 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 калия из разных мест каждой упаковочной единицы, отобранной по 5.3, отбирают мгновенные пробы с помощью пробоотборника (щупа), погружая его не менее, чем на 3/4 глубины.

Масса мгновенной пробы должна быть не более 100 г.

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

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

Рекомендуемая масса суммарной пробы должна быть не менее 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 ее деревянными планками со скошенными ребрами ссыпают с двух противоположных сторон на середину так, чтобы образовался валик. Суммарную пробу с концов валика также ссыпают на середину, снова разравнивают в виде квадрата толщиной слоя от 1 до 1,5 см и планкой делят по диагонали на четыре треугольника. Две противоположные части пробы отбрасывают, а две оставшиеся соединяют, перемешивают и вновь делят на четыре треугольника. Операцию повторяют необходимое число раз, при этом продолжительность процедуры квартования должна быть минимальной.

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

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

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

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

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;
- масса нетто партии;
- число упаковочных единиц в партии;
- дата изготовления;
- дата отбора проб;
- срок хранения пробы;
- фамилии лиц, проводивших отбор данной пробы;
- обозначение настоящего стандарта.

6.2 Определение органолептических показателей

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

6.2.1 Средства измерений, вспомогательные устройства и материалы

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

Лампы люминесцентные типа ЛД по ГОСТ 6825.

Бумага белая.

Пластинка стеклянная.

6.2.2 Отбор проб — по 6.1

6.2.3 Проведение анализа

6.2.3.1 Внешний вид и цвет пищевого нитрата калия определяют просмотром 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 калий-ионы

Метод основан на качественном определении калий-ионов в пищевом нитрате калия по реакции с винной кислотой или окрашиванию пламени в фиолетовый цвет.

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

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

Горелка газовая.

Проволока платиновая по ГОСТ 18389.

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

Пипетки 2–2–1–5 (10) по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1 (3) –100 по ГОСТ 1770.

Пробирки П2-21–70 по ГОСТ 25336.

Фильтр обеззоленный «синяя лента».

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота винная пищевая по ГОСТ 21205.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3178, х. ч.

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

6.3.2 Отбор проб по 6.1.

6.3.3 Условия проведения анализа

При проведении испытаний должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающего воздуха ..... от 18 °С до 25 °С;

относительная влажность воздуха ..... от 40 % до 75 %.

Все испытания следует проводить в вытяжном шкафу.

6.3.4 Требования к квалификации оператора

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

6.3.5 Подготовка к анализу

6.3.5.1 Раствор винной кислоты массовой долей 10 % готовят в стакане вместимостью 250 $см^3$ растворением 10,0 г винной кислоты в 90 $см^3$ дистиллированной воды.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.3.5.2 Раствор уксуснокислого натрия массовой долей 5 % готовят в стакане вместимостью 250 $см^3$ растворением 5,0 г уксуснокислого натрия в 95 $см^3$ дистиллированной воды.

Раствор хранят в условиях 6.3.3 — один год.

6.3.6 Проведение анализа

Способ 1. Анализируемую пробу пищевого нитрата калия массой от 1,0 до 1,5 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды. Затем 2 $см^3$ приготовленного раствора, помещают в пробирку и добавляют пипеткой 1 $см^3$ раствора винной кислоты по 6.3.5.1, 1 $см^3$ раствора уксуснокислого натрия по 6.3.5.2, 0,5 $см^3$ 96 %-ного этилового спирта и встряхивают. Постепенное образование белого кристаллического осадка, растворимого в растворах минеральных кислот и щелочей, подтверждает присутствие в растворе ионов калия.

Способ 2. Платиновую проволоку нагревают в пламени горелки и быстро вносят в анализируемую пробу пищевого нитрата калия. 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 фиолетовый цвет подтверждает присутствие ионов калия.

6.4 Тест на нитрат-ионы

Метод основан на качественном определении нитрат-ионов по образованию бурого окрашивания раствора при реакции восстановления солями железа (II) нитратов до окиси азота, которая образует с избытком солей железа (II) 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).

6.4.1 Средства измерений, посуда, материалы и реактивы

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

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

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

Цилиндр 1 (3) –100–1 по ГОСТ 1770.

Палочка стеклянная.

Горелка газовая.

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

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

Рукавицы тканевые или держатель для пробирок.

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.

Стружки металлические медные (должны быть обезжирены).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.4.2 Отбор проб — по 6.1

6.4.3 Условия проведения анализа — по 6.3.3.

6.4.4 Требования к квалификации оператора — по 6.3.4.

6.4.5 Подготовка к анализу

6.4.5.1 Раствор анализируемой пробы готовят в стакане вместимостью 250 $см^3$ растворением 1,5 г пищевого нитрата калия в 100 $см^3$ дистиллированной воды.

Раствор используют свежеприготовленный.

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

Раствор используют свежеприготовленный.

6.4.5.3 Раствор марганцовокислого калия массовой долей 1 % готовят в стакане вместимостью 25 $см^3$ растворением 1,0 г марганцовокислого калия в 99 $см^3$ дистиллированной воды.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.4.6 Проведение анализа

Способ 1. К 2 $см^3$ полученного по 6.4.5.1 раствора анализируемой пробы пищевого нитрата калия, помещенного в пробирку, осторожно приливают 2 $см^3$ серной кислоты по 6.4.1. Полученный раствор охлаждают до температуры (20 ± 2) °С и приливают к нему из пипетки 0,5 $см^3$ раствора сернокислого железа (II) по п.6.4.5.2. Образование бурого кольца в месте соприкосновения двух жидкостей указывает на присутствие в растворе нитрат-ионов.

Способ 2. К 2 $см^3$ полученного по 6.4.5.1 раствора анализируемой пробы пищевого нитрата калия, помещенного в пробирку, осторожно приливают 2 $см^3$ серной кислоты по 6.4.1 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 6.4.5.1 раствора анализируемой пробы пищевого нитрата калия, помещенного в пробирку, приливают 2 $см^3$ раствора марганцовокислого калия по 6.4.5.3 и 4—5 капель серной кислоты по 6.4.1. Необесцвечивание полученного раствора указывает на присутствие нитрат-ионов.

6.5 Определение массовой доли основного вещества

6.5.1 Метод 1

Метод основан на гравиметрическом определении сернокислого калия, образующегося при обработке пищевого нитрата калия 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 калия.

6.5.1.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

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

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 по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Печь муфельная диапазоном нагрева температуры 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.

Рукавицы тканевые.

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.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.

Аммоний углекислый по ГОСТ 3770.

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

6.5.1.2 Отбор проб — по 6.1.

6.5.1.3 Условия проведения анализа — по 6.3.3.

6.5.1.4 Требования к квалификации оператора — по 6.3.4.

6.5.1.5 Подготовка к анализу

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

Раствор хранят в условиях по 6.3.3 — два года.

6.5.1.6 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 на 1/3 заполненный обезвоженным хлористым кальцием, охлаждают до температуры, не превышающей более чем на 3 °С температуру окружающего воздуха по 6.3.3 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 калия, предварительно высушенную по 6.6 и растертую в порошок, массой примерно 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 6.5.1.1 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 к охлажденному остатку прибавляют от 0,1 г до 0,2 г углекислого аммония по 6.5.1.1 (для разрушения образовавшегося персульфата), тигель накрывают часовым стеклом и нагревают при температуре (61 ± 1) °С до исчезновения со стекла соли, после чего стекло снимают и затем осадок прокаливают в муфельной печи при температуре от 600 °С до 700 °С в течение 30 мин. После этого тигель с прокаленной пробой охлаждают в эксикаторе над обезвоженным хлористым кальцием до температуры не превышающей более чем на 3 °С температуру окружающего воздуха 6.3.3 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.

Операцию прибавления углекислого аммония и прокаливания проводят дважды.

6.5.1.7 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества пищевого нитрата калия X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2)\ 1{,}1604 \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где m_1 — масса тигля с прокаленным остатком, г;

m_2 — масса тигля, г;

1,1604 — коэффициент пересчета массы сернокислого калия на массу нитрата калия (2·101,11 / 174,27 = 1,1604);

m — масса анализируемой пробы по 6.5.1.6, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X}_1$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по 6.5.1.8.а.

6.5.1.8 Метрологические характеристики метода

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

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

6.5.1.8.в Границы абсолютной погрешности определения массовой доли основного вещества пищевого нитрата калия при P = 95 % составляют Δ_1 = ± 0,2 %.

6.5.1.9 Оформление результатов анализа

Результат определений массовой доли основного вещества пищевого нитрата калия представляют в виде ($\overline{X}_1 \pm \Delta_1$) %.

6.5.2 Метод 2

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 калия.

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

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

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 ГОСТ25336.

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.

Асбест 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 вспомогательного оборудования, посуды и материалов, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивы, по качеству не ниже вышеуказанных.

6.5.2.2 Отбор проб — по 6.1.

6.5.2.3 Условия проведения анализа — по 6.3.3.

6.5.2.4 Требования к квалификации оператора — по 6.3.4.

6.5.2.5 Подготовка к анализу

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

Раствор хранят в условиях 6.3.3 — 1 мес.

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

Раствор хранят в условиях 6.3.3 — 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.

Раствор хранят в условиях 6.3.3 — один год.

г) Спиртовой раствор смешенного индикатора: метиловый красный/ метиленовый голубой готовят по ГОСТ 4919.1 (таблица 3 пункт 4).

Раствор хранят в условиях 6.3.3 — 3 мес.

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

6.5.2.6 Проведение анализа

Высушенную по 6.6 анализируемую пробу пищевого нитрата калия массой 0,4 г (результат взвешивания записывают 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 6.5.2.5.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 6.5.2.5.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 около 250 см^3 дистиллята.

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

Избыток серной кислоты в приемнике титруют раствором гидроокиси натрия по 6.5.2.5.б в присутствии 3-х капель смешанного индикатора по 6.5.2.5.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.

6.5.2.7 Обработка результатов

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

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot K \cdot 0{,}01011 \cdot 100}{m}, \qquad (2)$$

где V — 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_1 — 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-титр (фиксанал) соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 (0,1н);

0,01011 — масса нитрата калия, 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 6.5.2.6, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X}_2$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: по 6.5.2.8.а.

6.5.2.8 Метрологические характеристики метода

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

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

6.5.2.8.в Границы абсолютной погрешности определений массовой доли основного вещества пищевого нитрата калия при P = 95% составляют Δ_2 = ± 0,3%.

6.5.2.9 Оформление результатов

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

6.6 Определение массовой доли потерь при высушивании

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

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

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

Термометры жидкостные стеклянные диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С и от 0 °С до 200 °С с ценой деления 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.

6.6.2 Отбор проб — по 6.1.

6.6.3 Условия проведения анализа — по 6.3.3.

6.6.4 Требования к квалификации оператора — по 6.3.4.

6.6.5 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 6.3.3 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.

6.6.6 Проведение анализа

В подготовленный по 6.6.5 стаканчик вносят от 1 до 2 г анализируемой пробы пищевого нитрата калия, стаканчик закрывают крышкой и взвешивают с записью результата до третьего десятично-

го 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.

6.6.7 Обработка результатов

Массовую долю потерь при высушивании пищевого нитрата калия X_3, %, вычисляют по формуле

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

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 $\overline{X}_3$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по 6.6.8.1.

6.6.8 Метрологические характеристики метода

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

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

6.6.8.3 Границы абсолютной погрешности метода определения потерь при высушивании составляют Δ_3 = ± 0,1 %.

6.6.9 Оформление результатов

Результаты определения массовой доли потерь при высушивании пищевого нитрата калия представляют в виде ($\overline{X}_3 \pm \Delta_3$) %.

6.7 Определение массовой доли нитритов

Метод основан на определении массовой доли нитритов по интенсивности розовой окраски комплексного азосоединения, образующегося при взаимодействии нитритов, присутствующих в пищевом нитрате калия, 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.

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

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

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

Кюветы кварцевые 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.

Эксикатор 2–250 по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная оплавленная.

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

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

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

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

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

Силикагель технический по ГОСТ 3956.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.7.2 Отбор проб — по 6.1.

6.7.3 Условия проведения анализа — по 6.3.3.

6.7.4 Требования к квалификации оператора — по 6.3.4.

6.7.5 Подготовка к анализу

6.7.5.1 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.

Раствор хранят в условиях по 6.3.3 — 3 мес.

6.7.5.2 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.

Раствор хранят в склянке из темного стекла в холодильнике — 3 мес.

6.7.5.3 Приготовление растворов нитрита натрия

Раствор 1. Растворяют в дистиллированной воде 0,750 г нитрита натрия (предварительно высушенного в течение 4 ч 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. Разбавляют 10 $см^3$ раствора 1 дистиллированной водой в мерной колбе, вместимостью 100 $см^3$ до метки. Получают раствор с содержанием нитритов 50 мкг в 1 $см^3$.

Раствор 3. Разбавляют 10 $см^3$ раствора 2 дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ до метки. Получают раствор с содержанием нитритов 0,5 мкг в 1 $см^3$.

Растворы нитрита натрия используют свежеприготовленными.

6.7.5.4 Построение градуировочной характеристики

В мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ вносят 0; 5; 10; 20 и 50 $см^3$ раствора 3 нитрита натрия по 6.7.5.3, 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 6.7.5.1 и перемешивают. Через 3 мин в колбы добавляют по 1 $см^3$ раствора N-(1-нафтил)-этилендиамина дигидрохлорида по 6.7.5.2, 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.

6.7.6 Проведение анализа

1,0 г анализируемой пробы пищевого нитрата калия, высушенного по 6.6, 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 сульфанилмида по 6.7.5.1 и перемешивают. Через 3 мин добавляют 1 $см^3$ N-(1-нафтил)-этилендиамина дигидрохлорида по 6.7.5.2, разбавляют до метки дистиллированной водой, перемешивают и через 15 мин измеряют оптическую плотность относительно дистиллированной воды при длине волны 540 нм с использованием в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см.

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

6.7.7 Обработка результатов

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

$$X_4 = \frac{m_1 V_1}{m_2 V_2}, \quad (4)$$

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

V_1 — объем раствора анализируемой пробы пищевого нитрата калия, приготовленный для анализа; V_1 = 100 см^3;

m_2 — масса анализируемой пробы пищевого нитрата калия по 6.7.6, г;

V_2 — объем раствора анализированной пробы пищевого нитрата калия, взятый для анализа; V_1 = 20 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 6.7.8.1.

6.7.8 Метрологические характеристики метода

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

6.7.8.2 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).

6.7.8.3 Границы абсолютной погрешности определения массовой доли нитритов в пищевом нитрате калия составляют Δ_4 = ± 2 млн$^{-1}$ (мг/кг) при P = 95 %.

6.7.9 Оформление результатов

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

6.8 Определение pH водного раствора нитрата калия массовой долей 5%

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

6.8.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда, реактивы

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

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

pH-метр со стеклянным электродом с 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.

6.8.2 Отбор проб — по 6.1.

6.8.3 Условия проведения анализа — по 6.3.3.

6.8.4 Требования к квалификации оператора — по 6.3.4.

6.8.5 Подготовка к анализу

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

Раствор используют свежеприготовленный.

6.8.6 Проведение анализа

В приготовленный по 6.8.5 раствор пищевого нитрата калия погружают электроды pH-метра и измеряют pH раствора при температуре (20 ± 2) °С.

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

6.8.7 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 6.8.8.1.

6.8.8 Метрологические характеристики метода

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

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

6.8.8.3 Границы абсолютной погрешности метода определения pH водного раствора пищевого нитрата калия массовой долей 5 % при P = 95 % составляет Δ_5 = ± 0,1 ед. pH.

6.8.9 Оформление результатов

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

6.9 Определение содержания токсичных элементов

6.9.1. Отбор проб — по 6.1.

6.9.2 Условия проведения анализа — по 6.3.3.

6.9.3 Требования к квалификации оператора по 6.3.4.

6.9.4 Массовую долю свинца определяют по ГОСТ 26932, ГОСТ 30538, 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 калия перевозят в упакованном виде всеми видами транспорта, обеспечивающими сохранение качества и безопасности продукции, в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

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

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

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

7.5 Срок годности пищевого нитрата калия устанавливает изготовитель согласно нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

---

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

Библиография

[1] ТР ТС 029/2012 Технический регламент Таможенного союза «Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов и технологических вспомогательных средств»

[2] ТР ТС 021/2011 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности пищевой продукции»

[3] ТР ТС 005/2011 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности упаковки»

[4] ТР ТС 022/2011 Технический регламент Таможенного союза «Пищевая продукция в части ее маркировки»

[5] ИСО 2859-1:1999 Процедуры выборочного контроля по качественным признакам. Часть 1. Планы выборочного контроля с указанием приемлемого уровня качества (AQL) для последовательного контроля партий.

УДК 663.05:006.354 МКС 67.220.20

Ключевые слова: пищевая добавка, нитрат калия, Е252

Редактор *Т.С. Ложникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 16.05.2016. Подписано в печать 01.06.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,52. Тираж 37. Зак. 1362.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru