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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33294— 2015

ДОБАВКИ ПИЩЕВЫЕ

Методы определения массовой доли основного вещества в пищевой добавке нитрит калия Е249

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

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 (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 мая 2015 г. № 77-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
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 15 июня 2015 г. № 720-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33294—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартинформ, 2015

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 Отбор проб 2
4 Требования безопасности 3
5 Определение массовой доли основного вещества в пищевом нитрите калия титриметрическим методом 1 (арбитражный метод) 3
6 Определение массовой доли основного вещества в пищевом нитрите калия титриметрическим методом 2 6

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

Методы определения массовой доли основного вещества в пищевой добавке нитрит калия Е249

Food additives. Methods for determination of the main substance in the food additive potassium nitrite E249

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку нитрит калия Е249 (далее — пищевой нитрит калия) и устанавливает титриметрические методы определения массовой доли основного вещества.

Диапазон измеряемой массовой доли основного вещества титриметрическими методами составляет от 90 % до 100 % сухого вещества.

2 Нормативные ссылки

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

ГОСТ 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 3956—76 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 4144—79 Реактивы. Калий азотистокислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

Издание официальное

ГОСТ 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 22180—76 Реактивы. Кислота щавелевая. Технические условия

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

ГОСТ 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрированных растворов для окислительно-восстановительного титрования

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Отбор проб

3.1 Пробы для анализа пищевого нитрита калия отбирают из каждой упаковочной единицы партии пищевой добавки, попавшей в выборку по 3.2.

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

3.2 Выборку упаковочных единиц из партии осуществляют методом случайного отбора в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

Количество упаковочных единиц в партии, шт.	Объем выборки, шт.
От 2 до 15 включ.	2
» 16 » 25 »	3
» 26 » 90 »	5
» 91 » 150 »	8
» 151 » 500 »	13
» 501 » 1200	20

3.3 Из разных мест каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку в соответствии с таблицей 1, отбирают мгновенные пробы с помощью пробоотборника (щупа), погружая его не менее, чем на $^3/_4$ глубины.

Масса мгновенной пробы должна быть не более 10 г.

Количество и масса мгновенных проб от каждой упаковочной единицы должны быть одинаковыми.

3.4 Составляют суммарную пробу, для этого мгновенные пробы, отобранные по 3.2 помещают в сухую чистую емкость из стекла или полимерных материалов и тщательно перемешивают.

Рекомендуемая масса суммарной пробы должна быть не менее 50 г.

3.5 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. Деление повторяют необходимое число раз. Продолжительность процедуры квартования должна быть минимальной.

3.6 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 нитрита калия. Срок хранения пробы при температуре (20 + 5) °С и относительной влажности не более 60 % — до окончания срока годности пищевого нитрита калия.

3.7 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;
- количество упаковочных единиц в партии;
- дата изготовления;
- дата отбора проб;
- срок хранения пробы;
- фамилии лиц, проводивших отбор данной пробы.

4 Требования безопасности

4.1 Нитрит калия ядовит. При попадании в организм человека в значительном количестве вызывает изменения со стороны крови, центральной нервной системы.

4.2 Предельно допустимая концентрация (ПДК) нитрита калия в воздухе рабочей зоны — 0,1 мг/м^3. В соответствии с ГОСТ 12.1.007 нитрит калия относится к первому классу опасности (вещество чрезвычайно опасное).

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

4.4 Нитрит калия является окислителем, способствует самовозгоранию горючих материалов. Не допускается хранение нитрита калия с легковоспламеняющимися веществами и горючими материалами.

4.5 Все работы с пищевым нитритом 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.

4.6 Работающие с пищевым нитритом 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. Не допускается попадание нитрита калия внутрь организма и на кожу.

4.7 Организация обучения работающих безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

4.8 Производственные и лабораторные помещения, в которых проводятся работы с пищевым нитритом калия и реактивами, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией и местной вытяжкой в местах выделения пыли в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.021.

4.9 Производственные и лабораторные помещения, в которых проводятся работы с пищевым нитритом калия, должны соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

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 Определение массовой доли основного вещества в пищевом нитрите калия титриметрическим методом 1 (арбитражный метод)

5.1 Сущность метода

Метод основан на окислении пищевого нитрита калия избытком марганцовокислого калия в кислой среде до нитрата, последующим восстановлением оставшегося марганцовокислого калия избытком щавелевой кислоты и титрованием этого избытка марганцовокислым калием.

5.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

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

Термометр жидкостной стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °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 150 °С с погрешностью ±2 °С.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Рукавицы тканевые или держатели стаканчика.

Стаканчики для взвешивания СВ-14/8(19/9) по ГОСТ 25336.

Колба мерная 2–100–2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн–1–250–34 ТХС по ГОСТ 25336.

Воронка В–36–80 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)–100–1 по ГОСТ 1770.

Бюретки 1–1–2–25(50)–0,1 по ГОСТ 29251.

Пипетки 1–2–2–5(10) по ГОСТ 29227.

Эксикаторы 2-250 по ГОСТ 25336.

Силикагель обезвоженный по ГОСТ 3956.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, ч. д. а. или стандарт-титр для приготовления раствора калия марганцовокислого молярной концентрацией c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3.

Щавелевая кислота по ГОСТ 22180, ч. д. а. или стандарт-титр для приготовления раствора щавелевой кислоты молярной концентрацией c (1/2 $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$) = 0,1 моль/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

5.3 Условия проведения анализа

5.3.1 При подготовке и проведении анализа должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . от 15 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . от 40 % до 75 %.

5.3.2 Помещение, где проводят работу с реактивами, должно быть обеспечено приточно-вытяжной вентиляцией.

Все операции с реактивами следует проводить в вытяжном шкафу.

5.4 Требования к квалификации оператора

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

5.5 Подготовка к анализу

5.5.1 Раствор марганцовокислого калия молярной концентрацией c (1/5 $KMnO_4$) = = 0,1 моль/дм^3 (0,1н) готовят из стандарт-титра или по ГОСТ 25794.2 (пункт 2.8). Коэффициент поправки определяют по ГОСТ 25794.2 (пункт 2.8.3) один раз в месяц.

Раствор хранят в условиях по 5.3.1 — не более 3 мес.

5.5.2 Раствор щавелевой кислоты молярной концентрацией c (1/2 $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$) = = 0,1 моль/дм^3 (0,1н) готовят из стандарт-титра или по ГОСТ 25794.2 (пункт 2.9). Коэффициент поправки определяют по ГОСТ 25794.2 (пункт 2.9.3) один раз в месяц.

Раствор хранят в условиях по 5.3.1 — не более 3 мес.

5.6 Проведение анализа

5.6.1 Открытый стаканчик для взвешивания 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 5.3.1, и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака.

Высушивание стаканчика с крышкой повторяют при тех же условиях, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний составит не более 0,001 г.

5.6.2 1 г анализируемой пробы пищевого нитрита калия вносят в подготовленный по 5.6.1 стаканчик 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 течение 4 ч в эксикаторе, заполненном на 1/3 обезвоженным силикагелем. После этого стаканчик с высушенной анализируемой пробой быстро закрывают крышкой и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака.

5.6.3 Высушенную анализируемую пробу пищевого нитрита калия из стаканчика количественно растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора до метки и перемешивают. В коническую колбу вместимостью 250 см^3 прибавляют пипеткой 10 см^3 полученного раствора анализируемой пробы, добавляют при перемешивании 50 см^3 раствора марганцовокислого калия по 5.5.1, 100 см^3 дистиллированной воды и 5 см^3 серной кислоты по 5.2, удерживая наконечник пипетки с кислотой значительно ниже уровня жидкости. Содержимое колбы нагревают до температуры (40 ± 1) °С и через 5 мин к раствору добавляют 30,0 см^3 раствора щавелевой кислоты по 5.5.2. Смесь нагревают до температуры (80 ± 1) °С и титруют раствором марганцовокислого калия по 5.5.1 до появления слабо-фиолетовой окраски, не исчезающей в течение 1 мин.

5.7 Обработка результатов анализа

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

$$X_1 = \frac{(50K_2 - 30K_1 + VK_2)0{,}004255 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 10}, \quad (1)$$

где 50 — объем раствора марганцовокислого калия, вносимый для окисления анализируемой пробы, см^3;

K_2 — коэффициент поправки раствора марганцовокислого калия молярной концентрацией c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1н), определенный по 5.5.1;

30 — объем раствора щавелевой кислоты молярной концентрацией c (1/2 $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1н) по 5.5.2, см^3;

K_1 — коэффициент поправки раствора щавелевой кислоты молярной концентрацией c (1/2 $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1н) по 5.5.2;

V — объем раствора марганцовокислого калия молярной концентрацией c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1н) по 5.5.1, израсходованный на титрование избытка щавелевой кислоты, см^3;

0,004255 — масса нитрита калия, соответствующая 1 см^3 раствора марганцовокислого калия молярной концентрацией c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3, г;

100 — объем раствора пробы нитрита калия, приготовленный для анализа, см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса высушенной анализируемой пробы по 5.6.2, г;

10 — объем раствора пробы, взятого для анализа, см^3.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных анализов $\overline{X}_1$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по 5.8.1.

5.8 Метрологические характеристики метода

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

5.8.2 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных анализов, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,45 %.

5.8.3 Границы абсолютной погрешности анализа массовой доли основного вещества пищевого нитрита калия Δ_1 = ±0,3 % при P = 95 %.

5.9 Оформление результатов анализа

Результат анализа массовой доли основного вещества пищевого нитрита калия представляют в виде ($X_1 \pm \Delta_1$) %.

6 Определение массовой доли основного вещества в пищевом нитрите калия титриметрическим методом 2

6.1 Сущность метода

Метод основан на окислении нитрита калия избытком марганцовокислого калия в кислой среде с последующим восстановлением марганцовокислого калия избытком йодистого калия и восстановлением образовавшегося йода серноватистокислым натрием.

6.2 Средства измерений, посуда и 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.

Посуда и реактивы по ГОСТ 4144 (пункт 4.3.1).

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

6.3 Условия проведения анализа — по 5.3.

6.4 Требования к квалификации оператора — по 5.4.

6.5 Подготовка к анализу

Анализируемую пробу пищевого нитрита калия перед проведением анализа высушивают по 5.6.2.

6.6 Проведение анализа — по ГОСТ 4144 (пункт 4.3.2).

6.7 Обработка результатов анализа

Массовую долю основного вещества пищевого нитрита калия X_2, %, рассчитывают по ГОСТ 4144 (пункт 4.3.3).

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных анализов X_2, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по 6.8.1.

6.8 Метрологические характеристики метода

6.8.1 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных анализов, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,60 %.

6.8.2 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных анализов, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,90 %.

6.8.3 Границы абсолютной погрешности анализа массовой доли основного вещества пищевого нитрита калия $\Delta_2 = \pm$ 0,6 % при P = 95 %.

6.9 Оформление результатов

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

УДК 663.05:006.354 МКС 67.220.20 Н91

Ключевые слова: пищевая добавка, нитрит калия, Е249, массовая доля основного вещества, титриметрические методы

Редактор *А.Э. Попова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 11.08.2015. Подписано в печать 28.08.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 48 экз. Зак. 2884.

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

gost.e-ecolog.ru