МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31686— 2012

Добавки пищевые

НАТРИЯ ПОЛИФОСФАТ Е452(i)

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

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 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом пищевых ароматизаторов, кислот и красителей Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИПАКК Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 15 ноября 2012 г. № 42)

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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1683-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31686—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2013 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 53083—2008

6 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, 2014

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 проб 6
6.2 Определение органолептических показателей 7
6.3 Тест на натрий-ион 7
6.4 Тесты на фосфат-ион 8
6.5 Определение массовой доли общей пятиокиси фосфора 9
6.6 Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ 12
6.7 Определение pH водного раствора 13
6.8 Определение массовой доли потерь при прокаливании 14
6.9 Определение массовой доли фторидов 15
6.10 Определение массовой доли мышьяка 15
6.11 Определение массовой доли свинца 15
7 Транспортирование и хранение 15
8 Рекомендации по применению 15

Поправка к ГОСТ 31686—2012 Добавки пищевые. Натрия полифосфат Е452(i). Технические условия

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Пункт 3. Таблица согласования	—	Узбекистан | UZ | Узстандарт
Библиографические данные	67.220.200	67.220.20

(ИУС № 7 2015 г.)

Поправка к ГОСТ 31686—2012 Добавки пищевые. Натрия полифосфат Е452(i). Технические условия

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Армения	AM	Минэкономразвития Республики Армения

(ИУС № 6 2019 г.)

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

Добавки пищевые

НАТРИЯ ПОЛИФОСФАТ Е452(i)

Технические условия

Food additives. Sodium polyphosphate E452(i). General specifications

Дата введения — 2013—07—01

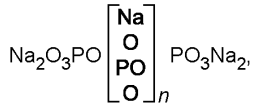
1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку полифосфат натрия Е452(i), представляющую собой конденсированные фосфаты натрия (далее — пищевые полифосфаты натрия), предназначенную для использования в пищевой промышленности.

Конденсированные фосфаты натрия подразделяют на полифосфаты, имеющие линейное строение фосфат-анионов, метафосфаты с кольцеобразным (циклическим) фосфат-анионом и ультрафосфаты с сетчатой, разветвленной структурой фосфат-аниона.

Химические названия: тетраполифосфат натрия, гексаметафосфат натрия, полифосфат натрия.

Структурная формула:



где n = 4 для тетраполифосфата натрия, $\frac{Na_2O}{P_2O_5} \le 1{,}3$;

n = 13 – 18 для гексаметафосфата натрия, $\frac{Na_2O}{P_2O_5} \le 1{,}1$;

n = 20 – 100 и более для ультрафосфатов натрия, $\frac{Na_2O}{P_2O_5} \le 1{,}0$.

Требования, обеспечивающие безопасность пищевых полифосфатов натрия, изложены в 3.1.5, требования к качеству — в 3.1.3 и 3.1.4, требования к маркировке — в 3.4.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ ISO 2859-1—2009 Статистические методы. Процедуры выборочного контроля по альтернативному признаку. Часть 1. Планы выборочного контроля последовательных партий на основе приемлемого уровня качества

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

Издание официальное

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

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 908—2004 Кислота лимонная моногидрат пищевая. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

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

ГОСТ 2226—88 (ИСО 6590-1—83, ИСО 7023—83) Мешки бумажные. Технические условия

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3765—78 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 3956—76 Силикагель технический. Технические условия

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

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 8515—75 Диаммонийфосфат. Технические условия

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

ГОСТ 9336—75 Реактивы. Аммоний ванадиевокислый мета. Технические условия

ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 10485—75 Реактивы. Методы определения содержания примеси мышьяка

ГОСТ 10931—74 Реактивы. Натрий молибденовокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 11078—78 Натр едкий очищенный. 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 17308—88 Шпагаты. Технические условия

ГОСТ 18389—73 Проволока из платины и ее сплавов. Технические условия

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

ГОСТ 24104—2001* Весы лабораторные. Общие технические требования

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

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 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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

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

ГОСТ 30090—93 Мешки и мешочные ткани. Общие технические условия

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

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

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

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

3 Технические требования

3.1 Характеристики

3.1.1 Пищевые полифосфаты натрия вырабатывают в соответствии с требованиями настоящего стандарта, по технологическим регламентам или инструкциям, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

3.1.2 Пищевые полифосфаты натрия слабо гигроскопичны и гигроскопичны, хорошо растворимы в воде.

3.1.3 По органолептическим показателям пищевые полифосфаты натрия должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Органолептические показатели

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

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

Таблица 2 — Физико-химические показатели

Наименование показателя	Характеристика показателя
Тест на натрий-ион	Выдерживает испытание
Тест на фосфат-ион	Выдерживает испытание
Массовая доля общей пятиокиси фосфора (P_2O_5), %	От 60,0 до 71,0 включ.
Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,1
Кислотность водного раствора массовой долей пищевого полифосфата натрия 1 %, ед. pH	От 3,0 до 9,0 включ.
Массовая доля потерь при прокаливании, %, не более	1,0

3.1.5 По показателям безопасности пищевые полифосфаты натрия должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 3.

Таблица 3 — Показатели безопасности

Наименование показателя	Характеристика показателя
Массовая доля (содержание) фторидов, млн$^{-1}$ (мг/кг), не более	10,0
Массовая доля (содержание) мышьяка, млн$^{-1}$ (мг/кг), не более	3,0
Массовая доля (содержание) свинца, млн$^{-1}$ (мг/кг), не более	4,0

3.2 Требования к сырью

3.2.1 Для производства пищевых полифосфатов натрия используют следующее сырье:
- ортофосфаты натрия одно- и двузамещенные по ГОСТ 31725;
- едкий натр марки А по ГОСТ 11078;
- фосфорный ангидрид по документу, в соответствии с которым он изготовлен и может быть идентифицирован.

3.2.2 Сырье должно обеспечивать качество и безопасность пищевых полифосфатов натрия.

3.3 Упаковка

3.3.1 Пищевые полифосфаты натрия упаковывают в бумажные трехслойные мешки марки ПМ по ГОСТ 2226 или в мешки-вкладыши по ГОСТ 19360 из пищевой полиэтиленовой нестабилизированной пленки марки Н, толщиной не менее 0,08 мм по ГОСТ 10354, помещенные в продуктовые мешки по ГОСТ 30090 или в бумажные открытые трехслойные мешки марки НМ по ГОСТ 2226.

3.3.2 Полиэтиленовые мешки-вкладыши после их заполнения заваривают или завязывают шпагатом из лубяных волокон по ГОСТ 17308 или двуниточным полированным шпагатом.

3.3.3 Верхние швы тканевых и бумажных мешков должны быть зашиты машинным способом льняными нитками по ГОСТ 14961.

3.3.4 Допускается применение других видов транспортной тары и упаковочных материалов, изготовленных из материалов, использование которых в контакте с пищевыми полифосфатами натрия обеспечивает их качество и безопасность.

3.3.5 Масса нетто упаковочной единицы должна быть не более 25 кг.

3.3.6 Отрицательное отклонение массы нетто от номинальной массы каждой упаковочной единицы должно соответствовать требованиям ГОСТ 8.579 (таблица А.2).

3.3.7 Пищевые полифосфаты натрия, отправляемые в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, упаковывают по ГОСТ 15846.

3.4 Маркировка

3.4.1 На каждую упаковочную единицу с пищевыми полифосфатами натрия наносят маркировку любым способом, обеспечивающим ее четкое обозначение, с указанием:
- наименования пищевой добавки и ее индекса*;
- наименования и местонахождения (юридический адрес) изготовителя;
- товарного знака изготовителя (при наличии);
- массы нетто;
- массы брутто;
- номера партии;
- даты изготовления;
- срока и условий хранения по 7.3 и 7.2;
- обозначения настоящего стандарта.

3.4.2 Транспортная маркировка должна соответствовать требованиям ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционных знаков «Беречь от влаги» и «Крюками не брать».

4 Требования безопасности

4.1 Пищевые полифосфаты натрия нетоксичны, пожаро- и взрывобезопасны.

4.2 По степени воздействия на организм человека пищевые полифосфаты натрия в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относятся к третьему классу опасности.

4.3 Работу с пищевыми полифосфатами натрия необходимо проводить с использованием средств индивидуальной защиты при соблюдении правил личной гигиены, установленных инструкциями.

4.4 Производственные помещения, в которых проводят работы с пищевыми полифосфатами натрия, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.

4.5 Контроль воздуха рабочей зоны осуществляет производитель в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

---

* Индекс в соответствии с Европейской системой кодификации пищевых добавок.

5 Правила приемки

5.1 Пищевые полифосфаты натрия принимают партиями.

Партией считают количество пищевого полифосфата натрия, полученное за один технологический цикл, одной даты изготовления, в одинаковой упаковке, одновременно предъявленное на испытание и приемку, оформленное одним документом, удостоверяющим его качество и безопасность.

5.2 Документ, удостоверяющий качество и безопасность пищевого полифосфата натрия, должен содержать следующую информацию:

- наименование пищевой добавки и ее индекс;
- наименование и местонахождение (юридический адрес) изготовителя;
- номер партии;
- дату изготовления;
- массу нетто;
- срок хранения;
- органолептические и физико-химические показатели качества по настоящему стандарту и фактические;
- показатели безопасности по настоящему стандарту и фактические, определенные в соответствии с 5.9;
- обозначение настоящего стандарта.

5.3 Для проверки соответствия пищевых полифосфатов 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 безопасности.

5.4 При проведении приемо-сдаточных испытаний применяют одноступенчатый выборочный план при нормальном контроле и специальном уровне контроля S-4 при приемлемом уровне качества AQL, равном 6,5 по ГОСТ ISO 2859-1.

Выборку упаковочных единиц осуществляют методом случайного отбора в соответствии с таблицей 4.

Таблица 4

Число упаковочных единиц в партии, шт.	Объем выборки, шт.	Приемочное число	Браковочное число
От 2 до 15 включ.	2	0	1
» 16 » 25 »	3	0	1
» 26 » 90 »	5	1	2
» 91 » 150 »	8	1	2
» 151 » 500 »	13	2	3
» 501 » 1200 »	20	3	4
» 1201 » 10000 »	32	5	6
» 10001 » 35000	50	7	8

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

5.6 Контроль массы нетто пищевых полифосфатов 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 полифосфата натрия в каждой упаковочной единице — по 3.3.3.

5.7 Приемка партии пищевых полифосфатов натрия по массе нетто, качеству упаковки и правильности маркировки упаковочных единиц

5.7.1 Партию принимают, если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто пищевых полифосфатов натрия, меньше или равно приемочному числу (см. таблицу 4).

5.7.2 Если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто пищевых полифосфатов натрия, больше или равно браковочному числу (см. таблицу 4), контроль проводят на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Партию принимают, если выполняются условия по 5.7.1.

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

5.8 Приемка партии пищевых полифосфатов натрия по органолептическим и физико-химическим показателям

5.8.1 Для контроля органолептических и физико-химических показателей пищевых полифосфатов натрия от каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку в соответствии с требованиями таблицы 4, проводят отбор мгновенных проб и составляют суммарную пробу по 6.1.

5.8.2 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.

5.8.3 Органолептические и физико-химические показатели пищевых полифосфатов натрия в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты испытания распространяют только на продукцию в этой упаковке.

5.9 Порядок и периодичность контроля показателей безопасности (содержание фторидов, мышьяка и свинца) устанавливает изготовитель в программе производственного контроля.

6 Методы контроля

6.1 Отбор проб

6.1.1 Для составления суммарной пробы пищевых полифосфатов натрия из разных мест каждой упаковочной единицы, отобранной по 5.4, отбирают мгновенные пробы. 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.

Мгновенные пробы отбирают с помощью пробоотборников или металлических трубок, изготовленных из материала, не реагирующего с пищевыми полифосфатами натрия, погружая пробоотборник в продукт не менее чем на $^3/_4$ глубины.

Для получения суммарной пробы мгновенные пробы помещают в сухую чистую стеклянную или полиэтиленовую емкость и тщательно перемешивают.

Масса суммарной пробы должна быть не менее 500 г.

6.1.2 Для уменьшения суммарной пробы до 500 г может быть использован метод квартования. Для этого суммарную пробу высыпают на чистый стол и разравнивают тонким слоем в виде квадрата. Затем продукт деревянными планками со скошенными ребрами ссыпают с двух противоположных сторон на середину так, чтобы образовался валик. Продукт с концов валика также ссыпают на середину стола, и образец снова разравнивают слоем от 1,0 до 1,5 см в виде квадрата и планкой делят по диагонали на четыре треугольника. Две противоположные части пробы отбрасывают, а две оставшиеся соединяют, перемешивают и вновь делят на четыре треугольника. Операцию повторяют до тех пор, пока масса суммарной пробы не достигнет 500 г.

6.1.3 Подготовленную суммарную пробу делят на две части и каждую часть помещают в чистую сухую, плотно закрывающуюся стеклянную или полиэтиленовую емкость.

Емкость с первой частью пробы используют для испытаний.

Емкость со второй частью пробы опечатывают, пломбируют и оставляют для повторных испытаний в случае возникновения разногласий в оценке качества и безопасности пищевого полифосфата натрия. Эту часть суммарной пробы сохраняют до окончания срока хранения.

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

- наименование пищевой добавки и ее индекс;
- наименование и местонахождение изготовителя;

- номер партии;
- масса нетто партии;
- количество мест в партии;
- дата изготовления;
- дата отбора проб;
- фамилии лиц, проводивших отбор данной пробы;
- обозначение настоящего стандарта.

6.2 Определение органолептических показателей

Метод основан на органолептической оценке внешнего вида, цвета и запаха полифосфатов натрия.

6.2.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,1 г.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения от 0 °С до 50 °С, с ценой деления 0,5 °С по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники по ГОСТ 27752.

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

Стаканчик СВ–34/12 по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная.

Бумага белая.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.2.2 Отбор проб — по 6.1.

6.2.3 Условия проведения испытаний

Помещение для проведения испытаний должно быть обеспечено приточно-вытяжной вентиляцией. Все испытания следует проводить в вытяжном шкафу.

6.2.4 Проведение испытаний

6.2.4.1 Внешний вид и цвет пищевых полифосфатов натрия определяют просмотром навески пробы массой 50 г, помещенной на лист белой бумаги или на стеклянную пластинку, при рассеянном дневном свете или освещении люминесцентными лампами типа ЛД по ГОСТ 6825. Освещенность поверхности рабочего стола должна быть не менее 500 лк.

6.2.4.2 Для определения запаха готовят раствор массовой долей 2 % растворением навески пробы массой 2 г в 98 $см^3$ воды в стакане вместимостью 250 $см^3$. Чистый, без постороннего запаха стаканчик заполняют на 1/2 объема приготовленным раствором. Стаканчик закрывают крышкой и выдерживают в течение 1 ч при температуре воздуха (20 ± 5) °С.

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

6.3 Тест на натрий-ион

Метод основан на качественном определении натрий-ионов.

6.3.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,01 г.

Пипетки 2-2-1-5(10) по ГОСТ 29227.

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

Пробирки П 2-21-70 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)-100 по ГОСТ 1770.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Палочка стеклянная.

Проволока платиновая по ГОСТ 18389.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, ч.

Уранилацетат цинка массовой долей основного вещества 5 %, ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, ч.

6.3.2 Отбор проб — по 6.1.

6.3.3 Условия проведения испытаний — по 6.2.3.

6.3.4 Подготовка к испытанию

6.3.4.1 Приготовление раствора уксусной кислоты в соотношении (1:5).

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

6.3.4.2 Приготовление раствора уранилацетата цинка массовой долей 5 %

Навеску уранилацетата цинка массой 2,5 г растворяют при нагревании в 45 $см^3$ дистиллированной воды и 5 $см^3$ раствора уксусной кислоты по 6.3.4.1.

6.3.4.3 Приготовление раствора соляной кислоты в соотношении (1:5)

Раствор соляной кислоты в соотношении (1:5) готовят разбавлением по объему соляной кислоты массовой долей не менее 35 % (одна часть) дистиллированной водой (пять частей).

6.3.5 Проведение испытания

Способ 1. Навеску пробы массой от 1,0 до 1,5 г растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды. К 5 $см^3$ раствора добавляют пипеткой 1—2 $см^3$ раствора уксусной кислоты по 6.3.4.1, если необходимо, фильтруют, затем добавляют пипеткой 1 $см^3$ раствора уранилацетата цинка. Образование желтого кристаллического осадка подтверждает присутствие в растворе ионов натрия.

Способ 2. Кристаллы пищевых полифосфатов натрия, смоченные раствором соляной кислоты по 6.3.4.3, при внесении на платиновой проволоке в бесцветное пламя должны окрашивать пламя в желтый цвет. Окрашивание бесцветного пламени в желтый цвет подтверждает присутствие ионов натрия.

6.4 Тесты на фосфат-ион

Методы основаны на качественном определении фосфат-ионов.

6.4.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,01 г.

Пипетки 2-2-1-5(10) по ГОСТ 29227.

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

Пробирки П2-21-70 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)-100 по ГОСТ 1770.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Палочка стеклянная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ч.

Кислота молибденовая массовой долей основного вещества 85 %, ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, ч.

6.4.2 Отбор проб — по 6.1.

6.4.3 Условия проведения испытаний — по 6.2.3.

6.4.4 Подготовка к испытанию

6.4.4.1 Раствор азотной кислоты массовой долей 10 % готовят по ГОСТ 4517.

6.4.4.2 Приготовление раствора молибденовокислого аммония

Навеску тонко измельченной в порошок молибденовой кислоты (85 %) массой 6,5 г растворяют в смеси 14 $см^3$ дистиллированной воды и 14,5 $см^3$ раствора аммиака массовой долей 10 %, приготовленного по ГОСТ 4517. Раствор охлаждают до комнатной температуры и медленно добавляют при перемешивании к смеси 32 $см^3$ азотной кислоты и 40 $см^3$ дистиллированной воды.

Раствор хранят в темном месте. Если во время хранения образуется осадок, то для анализа используют только раствор над осадком.

6.4.4.3 Приготовление раствора азотнокислого серебра

Раствор азотнокислого серебра массовой долей 4,2 % готовят растворением 4,2 г азотнокислого серебра в 95,8 $см^3$ дистиллированной воды, подкисленной пятью каплями азотной кислоты; хранят в емкости из темного стекла.

6.4.5 Проведение испытания

Способ 1. Навеску пробы массой от 1,0 до 1,5 г растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды. К 5 см^3 раствора добавляют пипеткой 1—2 см^3 концентрированной азотной кислоты, 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония и нагревают. Образование осадка яркого светло-желтого «канареечного» цвета свидетельствует о наличии фосфат-ионов.

Способ 2. Навеску пробы массой от 1,0 до 1,5 г растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды. К 5 см^3 раствора добавляют пипеткой 1 см^3 раствора азотнокислого серебра. Образование осадка желтого цвета свидетельствует о наличии фосфат-ионов.

6.5 Определение массовой доли общей пятиокиси фосфора

6.5.1 Гравиметрический хинолинфосформолибденовый метод

Метод основан на осаждении фосфатов в виде фосформолибдата хинолина в водно-ацетоновом растворе после гидролиза пищевых полифосфатов натрия в среде азотной кислоты и применяется в качестве арбитражного метода.

6.5.1.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0001 г.

Стакан В(Н)-1-400(1000) ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Колба Кн-2–500–40(50) ТХС по ГОСТ 25336.

Колба 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндр мерный 1-500-1 по ГОСТ 1770.

Пипетка 1-2-20 по ГОСТ 29169.

Тигель фильтрующий ТФ-10(16)–ПОР 10(16) по ГОСТ 25336.

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336.

Силикагель марки КСМГ высшего или 1-го сорта по ГОСТ 3956.

Ацетон по ГОСТ 2603, ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,36 г/см^3 .

Хинолин плотностью 1,0929 г/см^3 при 20 °С, ч.

Кислота лимонная моногидрат по ГОСТ 908.

Натрий молибденовокислый по ГОСТ 10931, ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Фильтр бумажный «синяя лента».

Воронки для фильтрования ВФ-3-100 ХС, класс фильтра ПОР 100 по ГОСТ 25336.

Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильник по ГОСТ 27752.

Часовое стекло.

6.5.1.2 Отбор проб — по 6.1.

6.5.1.3 Условия проведения испытаний — по 6.2.3

6.5.1.4 Подготовка к испытанию

а) Приготовление раствора азотной кислоты

Раствор азотной кислоты массовой долей 63 % готовят по ГОСТ 4517.

б) Приготовление молибденового реактива

Навеску молибденовокислого натрия массой 70,0 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака растворяют в 150 см^3 дистиллированной воды в стакане вместимостью 400 см^3 (раствор А).

Навеску моногидрата лимонной кислоты массой 60,0 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака растворяют в 150 см^3 дистиллированной воды в стакане вместимостью 1 дм^3, добавляют осторожно 85 см^3 раствора азотной кислоты массовой долей 63 % (раствор Б).

Раствор А постепенно прибавляют к раствору Б при перемешивании (раствор В).

В стакан вместимостью 400 см^3 наливают 100 см^3 дистиллированной воды, добавляют 35 см^3 раствора азотной кислоты, приготовленного по 6.5.1.4а), 5 см^3 хинолина и перемешивают (раствор Г).

Раствор Г постепенно прибавляют к раствору В, перемешивают и оставляют на 24 ч. Затем раствор фильтруют в колбу вместимостью 1 $дм^3$ (без промывания водой), добавляют 280 $см^3$ ацетона, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

При помутнении фильтрата необходимо профильтровать раствор вторично через ту же воронку. Раствор хранят в холодном месте в течение 1 мес.

6.5.1.5 Проведение испытания

Навеску пробы массой 0,8 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в стакан вместимостью 400 $см^3$, прибавляют 100 $см^3$ дистиллированной воды и 25 $см^3$ раствора азотной кислоты, приготовленного по 6.5.1.4а), накрывают часовым стеклом и кипятят в течение 10 мин. Смывают конденсат с часового стекла в стакан, охлаждают раствор до комнатной температуры, количественно переносят его в колбу вместимостью 500 $см^3$, доводят дистиллированной водой до метки и хорошо перемешивают. Затем отбирают пипеткой 20 $см^3$ раствора, помещают в колбу вместимостью 500 $см^3$, прибавляют 100 $см^3$ дистиллированной воды и нагревают до кипения. Добавляют при помешивании 50 $см^3$ молибденового реактива, приготовленного по 6.5.1.4б), накрывают часовым стеклом и кипятят в течение 1 мин. Затем раствор быстро охлаждают в течение 10 мин при осторожном перемешивании круговыми движениями три-четыре раза. Раствор над осадком сливают при помощи вакуума через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы при температуре 250 °С (масса между последними двумя взвешиваниями не должна превышать 0,002 г). Осадок промывают путем декантации шестью порциями дистиллированной воды по 30 $см^3$ каждая. Оставшийся осадок количественно переносят в фильтрующий тигель и промывают 4 раза дистиллированной водой, обращая внимание на то, чтобы вода каждый раз была полностью удалена. Фильтрующий тигель с осадком высушивают при температуре 250 °С до постоянной массы в течение 30 мин, затем охлаждают в эксикаторе и сразу же взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака.

6.5.1.6 Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{V_1 m_1 \cdot 0{,}032074 \cdot 100}{Vm}, \qquad (1)$$

где V_1 — общий объем раствора, $см^3$;

m_1 — масса высушенного осадка, г;

0,032074 — коэффициент пересчета фосформолибдата хинолина на пятиокись фосфора;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

V — объем растворенного пищевого полифосфата натрия, взятый на испытание, $см^3$;

m — масса навески пробы, г.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не должен превышать 0,3 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не должен превышать 0,5 %.

Границы абсолютной погрешности измерений общей пятиокиси фосфора ± 0,4 % при P = 95 %.

6.5.2 Фотоколориметрический метод

Метод основан на гидролизе пробы пищевых полифосфатов натрия и фотометрическом определении общего содержания пищевых фосфатов натрия в виде фосфорнованадиевомолибденового комплексного соединения. Оптическую плотность измеряют относительно раствора сравнения, содержащего известное количество пятиокиси фосфора.

6.5.2.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,01 мг.

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

Колбы 2-100-2, 2-250-2, 2-500-2, 2-1000-2, 2-2000-2 по ГОСТ 1770.

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

Бюретка 1-1(3)-2-25(50)-0,1 по ГОСТ 29251.

Фотоэлектроколориметр типа КФК-2 или спектрофотометр типа СФ-4А со светофильтрами с максимумом пропускания при длине волны соответственно (440 ± 10) нм или (450 ± 10) нм с погрешностью ± 1,0 % и кюветами с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,36 г/см^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч., плотностью 1,19 г/см^3.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, ч.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336, ч.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, ч., высушенный при температуре (100 ± 5) °С.

6.5.2.2 Отбор проб — по 6.1.

6.5.2.3 Условия проведения испытаний — по 6.2.3.

6.5.2.4 Подготовка к испытанию

а) Приготовление раствора аммиака в соотношении (1 : 1)

Раствор аммиака в соотношении (1 : 1) готовят разбавлением по объему аммиака водного массовой долей не менее 25 % (одна часть) дистиллированной водой (одна часть).

б) Приготовление раствора азотной кислоты в соотношении (1 : 3)

Раствор азотной кислоты в соотношении (1 : 3) готовят разбавлением по объему азотной кислоты массовой долей не менее 56 % (одна часть) дистиллированной водой (три части).

в) Приготовление молибденованадиевого реактива

Навеску молибденовокислого аммония массой 50,0 г с записью результата взвешивания до первого десятичного знака растворяют в 500 см^3 дистиллированной воды, нагретой до температуры 50 °С — 60 °С, охлаждают до комнатной температуры и фильтруют (раствор А).

Навеску ванадиевокислого аммония массой 1,50 г с записью результата взвешивания до второго десятичного знака растворяют в 250 см^3 дистиллированной воды, нагретой до температуры 50 °С — 60 °С (если раствор желтеет, добавляют несколько капель аммиака, приготовленного по 6.5.2.4а), раствор фильтруют, охлаждают до комнатной температуры и прибавляют 250 см^3 раствора азотной кислоты по 6.5.2.4б) (раствор Б).

Раствор А вливают, перемешивая, в раствор Б, после чего добавляют в раствор 350 см^3 азотной кислоты плотностью 1,36 г/см^3 и перемешивают. Реактив устойчив в течение длительного времени.

6.5.2.5 Приготовление стандартного раствора

Навеску фосфорнокислого однозамещенного калия массой 0,4790 г помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в дистиллированной воде, объем раствора доводят до метки и перемешивают.

В пересчете на пятиокись фосфора 1 см^3 полученного стандартного раствора фосфорнокислого однозамещенного калия соответствует 0,25 мг пятиокиси фосфора.

6.5.2.6 Приготовление раствора сравнения

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 20 см^3 стандартного раствора, доводят объем дистиллированной водой примерно до 70 см^3, вносят 25 см^3 молибденованадиевого реактива и около 5 см^3 дистиллированной воды до метки.

6.5.2.7 Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 с помощью бюретки вносят 20, 24, 28, 32, 36, 40 см^3 стандартного раствора, приготовленного по 6.5.2.5, что соответствует 5, 6, 7, 8, 9, 10 мг пятиокиси фосфора. Объем каждой колбы доводят дистиллированной водой приблизительно до 70 см^3, прибавляют 25 см^3 молибденованадиевого реактива и доводят дистиллированной водой до метки.

Измерение оптической плотности приготовленных растворов проводят относительно раствора сравнения, приготовленного по 6.5.2.6, в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм при длине волны 440 нм при работе на фотоэлектроколориметре типа КФК-2 и 450 нм при работе на спектрофотометре.

По средним результатам двух параллельных определений строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массы пятиокиси фосфора в миллиграммах, по оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

Градуировочный график периодически (один раз в 10 дней) уточняют по трем основным точкам.

6.5.2.8 Проведение испытания

Навеску пробы массой от 0,3 до 0,4 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в стакан вместимостью 250 см^3, прибавляют 100 см^3 дистиллированной воды и 5 см^3 соляной кислоты. Раствор кипятят в течение 30 мин, охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают. Если раствор мутный, его фильтруют.

10 см^3 полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, прибавляют примерно до 70 см^3 дистиллированной воды и 25 см^3 молибденованадиевого реактива, приготовленного по 6.5.2.4в). Затем доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают. Через 20—30 мин измеряют оптическую плотность аликвотной части раствора относительно раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым раствором, в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм при длине волны 440 нм при работе на фотоэлектроколориметре типа КФК-2 или 450 нм при работе на спектрофотометре.

Массу пятиокиси фосфора в миллиграммах в аликвотной части раствора находят по градуировочному графику.

6.5.2.9 Обработка результатов

Массовую долю общей пятиокиси фосфора полифосфата натрия X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 250 \cdot 100}{1000 \cdot 10m}, \qquad (2)$$

где m_1 — масса пятиокиси фосфора в аликвотной части раствора, найденная по градуировочному графику, мг;

250 — общий объем испытуемого раствора, см^3;

1000 — коэффициент пересчета содержания пятиокиси фосфора из миллиграммов в граммы;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

10 — объем раствора пищевого полифосфата натрия, взятый на испытание, см^3;

m — масса навески пробы, г.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не должен превышать 0,5 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не должен превышать 0,7 %.

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли общей пятиокиси фосфора ± 0,5 % при P = 95 %.

6.6 Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

Метод основан на растворении пищевого полифосфата натрия в дистиллированной воде при определенных условиях и определении массовой доли нерастворимых в воде веществ.

6.6.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,01 мг.

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

Цилиндр мерный 1-100-1 по ГОСТ 1770.

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

Тигель фильтрующий типа ТФ ПОР 16 по ГОСТ 25336.

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336.

Силикагель марки КСМГ высшего или I сорта по ГОСТ 3956.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.6.2 Отбор проб — по 6.1.

6.6.3 Условия проведения испытаний — по 6.2.3.

6.6.4 Проведение испытания

Навеску пробы массой 10 г с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы (масса между последними двумя взвешиваниями не должна превышать 0,0002 г). Нерастворимый остаток на фильтре промывают горячей дистиллированной водой, высушивают в сушильном шкафу при температуре от 100 °С до 110 °С в течение 2 ч, охлаждают и взвешивают (разница между результатами двух последних взвешиваний не должна превышать 0,0002 г).

6.6.5 Обработка результатов

Массовую долю нерастворимых в воде веществ пищевого полифосфата натрия X_3, %, вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса фильтрующего тигля с осадком нерастворимых веществ после высушивания, г;

m_2 — масса фильтрующего тигля, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m — масса навески, г.

Вычисления проводят с записью результата до третьего десятичного знака.

Окончательный результат записывают с точностью до второго десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не должен превышать 0,01 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не должен превышать 0,02 %.

Границы абсолютной погрешности измерений массовой доли нерастворимых в воде веществ ± 0,01 % при P = 95 %.

6.7 Определение pH водного раствора

Метод основан на определении показателя активности ионов водорода раствора пищевого полифосфата натрия массовой долей 1 % путем измерения pH на pH-метре со стеклянным электродом.

6.7.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы

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

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,01 г.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения от 0 °С до 50 °С ценой деления 0,5 °С по ГОСТ 28498.

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

Цилиндр мерный 1-100-1 по ГОСТ 1770.

Палочка стеклянная оплавленная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.7.2 Отбор проб — по 6.1.

6.7.3 Условия проведения испытаний — по 6.2.3.

6.7.4 Проведение испытания

Навеску пробы массой 1,0 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и растворяют в 100 $см^3$ горячей дистиллированной воды, не содержащей углекислоты и приготовленной по ГОСТ 4517, тщательно перемешивают, погружают электроды pH-метра в раствор и измеряют pH раствора при (20,0 ± 0,5) °С.

Показания pH определяют в соответствии с инструкцией к прибору.

6.7.5 Обработка результатов измерений

Результаты измерений записывают до второго десятичного знака.

За окончательный результат определения pH принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не должен превышать 0,1 ед. pH.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не должен превышать 0,2 ед. pH.

Границы абсолютной погрешности измерений pH ± 0,1 ед. pH при P = 95 %.

6.8 Определение массовой доли потерь при прокаливании

Метод основан на способности пищевого полифосфата натрия, помещенного в муфельную печь, освобождаться от летучих веществ при температуре от 105 °С до 550 °С. Массовую долю потерь определяют по разности в массе навески пищевого полифосфата натрия до и после прокаливания.

6.8.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения от 0 °С до 200 °С, ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0001 г.

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

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

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336.

Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники по ГОСТ 27752.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.

Силикагель марки КСМГ высшего или I сорта по ГОСТ 3956.

6.8.2 Отбор проб — по 6.1.

6.8.3 Условия проведения испытаний — по 6.2.3.

6.8.4 Проведение испытания

Чистый пустой тигель для взвешивания сушат вместе с крышкой в открытом виде при температуре от 100 °С до 105 °С в сушильном шкафу до постоянной массы.

Навеску пробы массой от 1 до 2 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в открытом виде вместе с крышкой в муфельную печь и высушивают при температуре 105 °С в течение 4 ч, затем прокаливают при температуре 550 °С в течение 30 мин. После этого тигель быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

6.8.5 Обработка результатов

Массовую долю потерь при прокаливании полифосфата натрия X_4, %, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(m - m_1)\,100}{m - m_2}, \qquad (4)$$

где m — масса сухого тигля с навеской пробы до прокаливания, г;

m_1 — масса тигля с пробой после прокаливания, г;

m_2 — масса сухого тигля, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

Окончательный результат записывают с точностью до первого десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не должен превышать 0,1 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не должен превышать 0,2 %.

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

6.9 Определение массовой доли фторидов

6.9.1 Отбор проб — по 6.1.

6.9.2 Условия проведения испытаний — по 6.2.3.

6.9.3 Содержание фторидов определяют по ГОСТ 8515.

6.10 Определение массовой доли мышьяка

6.10.1 Отбор проб — по 6.1.

6.10.2 Условия проведения испытаний — по 6.2.3.

6.10.3 Содержание мышьяка определяют по ГОСТ 26930, ГОСТ 10485.

6.11 Определение массовой доли свинца

6.11.1 Отбор проб — по 6.1.

6.11.2 Условия проведения испытаний — по 6.2.3.

6.11.3 Содержание свинца определяют по ГОСТ 26932 и ГОСТ 30178.

7 Транспортирование и хранение

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

7.2 Пищевые полифосфаты натрия хранят в упаковке изготовителя при температуре не более 18 °С и влажности не более 40 % в крытых складских помещениях.

7.3 Срок хранения пищевых полифосфатов натрия — не более двух лет со дня изготовления.

8 Рекомендации по применению

8.1 Пищевые полифосфаты натрия используют в качестве эмульгатора, стабилизатора, комплексообразователя, текстуратора и влагоудерживающего агента при производстве хлебобулочных и мучных кондитерских изделий, ликероводочных изделий, продукции мясной, рыбной, масложировой, консервной и молочной промышленности.

8.2 Пищевые полифосфаты натрия применяют в соответствии с нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

УДК:663.05:661.635.68:661.833:006.354 МКС 67.220.200 Л14

Ключевые слова: пищевая добавка, пищевые полифосфаты натрия, показатели качества и безопасности, упаковка, маркировка, правила приемки, методы испытаний, рекомендации по применению

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 11.09.2014. Подписано в печать 21.10.2014. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,72. Тираж 56 экз. Зак. 4400.

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

Изменение № 1 ГОСТ 31686—2012 Добавки пищевые. Натрия полифосфат Е452(i). Технические условия

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 87-П от 20.04.2016)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 12150

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AM, KG [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Содержание. Заголовок подраздела 6.10 изложить в новой редакции:

«6.10 Определение токсичных элементов»;

пункт 6.11 и раздел 8 исключить; дополнить элементом «Библиография».

Раздел 1 изложить в новой редакции (кроме наименования):

«Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку полифосфат натрия Е452(i), представляющую собой конденсированные фосфаты натрия (далее — пищевые полифосфаты натрия), предназначенную для использования в пищевой промышленности как влагоудерживающий агент, эмульгатор и стабилизатор пищевых продуктов».

Раздел 2. Ссылку на ГОСТ ISO 2859-1—2009 дополнить знаком сноски—*;

дополнить сноской *:

«* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 2859-1—2007»;

исключить ссылки:

«ГОСТ 24104—2001* Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 10485—75 Реактивы. Методы определения содержания примеси мышьяка»;

исключить сноску к ГОСТ 24104—2001:

«* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания»;

ссылки на ГОСТ 2226—88 (ИСО 6590-1—83, ИСО 7023—83), ГОСТ 18389—73 и их наименования заменить на:

«ГОСТ 2226—2013 Мешки из бумаги и комбинированных материалов. Общие технические условия

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

дополнить ссылками:

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

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

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

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

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»;

дополнить сноской**:

«** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51766—2001».

---

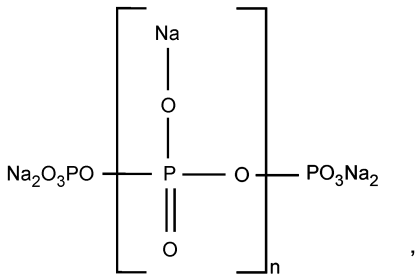
* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2017—01—01.

Пункты 3.1.1 и 3.1.2 изложить в новой редакции:

«3.1.1 Пищевая добавка Е452(i) представляет собой конденсированные фосфаты натрия, которые подразделяют на полифосфаты, имеющие линейное строение фосфат-анионов, метафосфаты с кольцеобразным (циклическим) фосфат-анионом и ультрафосфаты с сетчатой, разветвленной структурой фосфат-аниона.

Химические наименования: тетраполифосфат натрия, гексаметафосфат натрия, полифосфат натрия.

Структурная формула:



,

где $n = 4$ для тетраполифосфата натрия, $\frac{Na_2O}{P_2O_5} \leq 1{,}3$;

$n = 13$—18 для гексаметафосфата натрия, $\frac{Na_2O}{P_2O_5} \leq 1{,}1$;

$n = 20$—100 и более для ультрафосфатов натрия, $\frac{Na_2O}{P_2O_5} \leq 1{,}0$.

3.1.2 Пищевые полифосфаты натрия вырабатывают в соответствии с требованиями [1], [2] и настоящего стандарта, применяют в пищевых продуктах в соответствии с требованиями [1] или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего стандарт».

Пункт 3.1.4. Таблица 2. Исключить третью строку; графа «Наименование показателя». Заменить слово: «Кислотность» на «pH».

Пункт 3.1.5. Таблица 3. Исключить вторую и третью строки.

Подраздел 3.1 дополнить пунктами 3.1.6 и 3.1.7:

«3.1.6 «Содержание токсичных элементов (мышьяк, свинец, ртуть, кадмий) в пищевых полифосфатах натрия не должно превышать норм, установленных [1] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.1.7 Массовая доля общей пятиокиси фосфора (P_2O_5) в пищевых полифосфатах натрия должна соответствовать требованиям [1] или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего стандарт».

Пункты 3.2.2, 3.3.4, 3.4.1, 3.4.2 изложить в новой редакции:

«3.2.2 Допускается применение аналогичного сырья, по показателям безопасности соответствующего требованиям [1] или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего стандарт, обеспечивающего получение пищевых полифосфатов натрия в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

3.3.4 Допускается применение других видов тары и упаковочных средств, обеспечивающих сохранность пищевых полифосфатов натрия при хранении и транспортировании и изготовленных из материалов, соответствующих требованиям, установленным [3] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

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».

Пункт 3.4. Исключить сноску:

«* Индекс в соответствии с Европейской системой кодификации пищевых добавок».

Пункт 4.3 изложить в новой редакции:

«4.3 При работе с пищевыми полифосфатами натрия необходимо использовать спецодежду и средства индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.011 и соблюдать правила личной гигиены».

Раздел 4 дополнить пунктом 4.6:

«4.6 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007».

Пункт 5.1. Второй абзац изложить в новой редакции:

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

Пункт 5.2 исключить.

Пункт 5.4. Таблица 4. Графа «Число упаковочных единиц в партии, шт.». Заменить слово: «Число» на «Количество».

Пункт 5.9. Заменить слова: «и свинца)» на «, свинца, ртути и кадмия)».

Пункт 6.1.3. Третий абзац. Заменить слова: «срока хранения» на «срока годности продукта».

Пункт 6.1.4. Второй абзац изложить в новой редакции:

«- полное наименование пищевой добавки и ее Е-номер».

Пункт 6.2.1. Заголовок изложить в новой редакции:

«**6.2.1 Средства измерений, посуда, реактивы, материалы**»;

первый абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,1 г»;

дополнить абзацем:

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

Подпункт 6.3.1. Заголовок изложить в новой редакции:

«**6.3.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда, реактивы, материалы**»;

первый абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,01 г»;

шестой и тринадцатый абзацы исключить;

дополнить абзацами (после первого):

«Горелка газовая.

Стаканчик для взвешивания СН-34/12(45/13) по ГОСТ 25336»;

одиннадцатый абзац. Исключить слова: «массовой долей основного вещества 5 %»;

дополнить абзацем:

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

Подпункт 6.3.4.2. Заменить значение: 45 $см^3$ на 42,5 $см^3$.

Пункт 6.4.1.Заголовок дополнить словом: «, **посуда**»; первый абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,01 г»;

дополнить абзацем (после первого):

«Стаканчик для взвешивания СН-34/12(45/13) по ГОСТ 25336»;

дополнить абзацем:

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

Подпункт 6.4.4.1 исключить.

Подпункт 6.4.4.2. Заменить слова: «раствора аммиака массовой долей 10 %, приготовленного по ГОСТ 4517» на «аммиака водного по ГОСТ 3760»; «к смеси» на «к хорошо охлажденной смеси».

Пункт 6.4.5. Способ 1. После слов «молибденовокислого аммония» дополнить ссылкой: «по 6.4.4.2».

Подпункт 6.5.1.1. Заголовок дополнить словами: «, посуда»; первый абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0005 г»;

дополнить абзацами (после первого):

«Стаканчик для взвешивания СН-34/12(45/13) по ГОСТ 25336.

Колба 2—500—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 1—2—5 по ГОСТ 29169.

Цилиндр мерный 1—100—1 по ГОСТ 1770»;

восьмой абзац. Заменить обозначение:«ТФ-10(16) — ПОР 10(16)» на «ТФ-40(50) — ПОР 10(16)»;

дополнить абзацем:

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

Подпункт 6.5.1.4. Второй и третий абзацы исключить; шестой абзац. Заменить слова: «раствора азотной кислоты массовой долей 63 % (раствор Б)» на «азотной кислоты и охлаждают (раствор Б)»; восьмой абзац. Исключить слова: «раствора»; «приготовленного по 6.5.1.4а),».

Подпункт 6.5.1.5 изложить в новой редакции:

«6.5.1.5 Анализируемую пробу массой 0,8 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в стакан вместимостью 400 $см^3$, прибавляют 100 $см^3$ дистиллированной воды и 25 $см^3$ азотной кислоты, накрывают часовым стеклом и кипятят в течение 10 мин. Смывают конденсат с часового стекла в стакан, охлаждают раствор до комнатной температуры, количественно переносят его в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доводят дистиллированной водой до метки и хорошо перемешивают. Затем отбирают пипеткой 20 $см^3$ раствора, помещают в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$, прибавляют 100 $см^3$ дистиллированной воды и нагревают до кипения. Добавляют при помешивании 50 $см^3$ молибденового реактива, приготовленного по 6.5.1.4.б), накрывают часовым стеклом и кипятят под тягой в течение 1 мин. Затем, периодически перемешивая круговыми движениями, содержимое колбы охлаждают до температуры (20 ± 5) °С. Осадок количественно переносят в фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы при температуре 225 °С (разность масс между последними двумя взвешиваниями не должна превышать 0,002 г), и при помощи вакуума промывают дистиллированной водой (пять раз по 25 $см^3$), обращая внимание на то, чтобы вода каждый раз была полностью удалена. Фильтрующий тигель с осадком высушивают при температуре 225 °С до постоянной массы в течение 30 мин, затем охлаждают в эксикаторе и сразу же взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака».

Подпункт 6.5.2.1. Заголовок дополнить словом: «, посуда»; второй абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г»;

дополнить абзацами (после третьего):

«Цилиндр 1—25(100, 500) — 1 по ГОСТ 1770.

Стаканчик для взвешивания СН-34/12(45/13) по ГОСТ 25336.

Стакан В(Н) — 1—1000 ТС (ТСХ) по ГОСТ 25336»;

дополнить абзацем:

«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 ниже вышеуказанных».

Пункт 6.6.1. Заголовок дополнить словом: «**, посуда**», первый абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0005 г»;

дополнить абзацем (после первого):

«Стаканчик для взвешивания СН-34/12(45/13) по ГОСТ 25336»;

пятый абзац. Заменить слова: «типа ТФ ПОР 16» на «ТФ-40(70) — ПОР 10(16) ХС»;

дополнить абзацем:

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

Пункт 6.6.4. Заменить слова: «(масса между последними двумя взвешиваниями» на «(разница между результатами двух последних взвешиваний».

Пункт 6.7.1. Заголовок изложить в новой редакции:

«**6.7.1 Средства измерений, вспомогательные оборудование и устройства, посуда, реактивы, материалы**»;

второй абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,01 г»;

дополнить абзацами (после третьего):

«Стаканчик для взвешивания СН-34/12(45/13) по ГОСТ 25336.

Электроплитка по ГОСТ 14919»;

дополнить абзацем:

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

Пункт 6.8.1. Заголовок дополнить словами: «**, материалы, посуда**»; второй абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0005 г»;

дополнить абзацем (после шестого):

«Стаканчик для взвешивания СН-34/12(45/13) по ГОСТ 25336»;

дополнить абзацем:

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

Пункт 6.8.4. Второй абзац. Заменить слова: «в открытом виде вместе с крышкой» на «в открытом тигле с крышкой».

Подраздел 6.10 изложить в новой редакции:

«**6.10 Определение токсичных элементов**

6.10.1 Отбор проб — по 6.1.

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

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

6.10.4 Массовую долю ртути определяют по ГОСТ 26927.

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

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51766—2001».

Подраздел 6.11 исключить.

Пункт 7.3 изложить в новой редакции:

«7.3 Срок годности пищевого полифосфата натрия устанавливает изготовитель согласно нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт».

Раздел 8 исключить.

Стандарт дополнить элементом «Библиография»:

«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».

Библиографические данные. Ключевые слова. Исключить слова: «рекомендации по применению».

(ИУС № 9 2016 г.)

gost.e-ecolog.ru