ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55054— 2012

Добавки пищевые

ПИРОФОСФАТЫ Е450

Общие технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт пищевых ароматизаторов, кислот и красителей» Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ «ВНИИПАКК» Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 154 «Пищевые добавки и ароматизаторы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 ноября 2012 г. № 711-ст

4 В настоящем стандарте учтены требования Единого стандарта на пищевые добавки Комиссии Кодекса Алиментариус CODEX STAN 192-1995 «General Standard for Food Additives» (пункт 3.4) в части Спецификаций на пищевую добавку Е450 Единого свода спецификаций пищевых добавок Объединенного экспертного комитета по пищевым добавкам ФАО/ВОЗ «Combined compendium of food additive specification JECFA. Volume 4»

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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, 2013

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Добавки пищевые

ПИРОФОСФАТЫ Е450

Общие технические условия

Food additives. Pyrophosphates E450. General specifications

Дата введения — 2014—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку пирофосфаты Е450, представляющую собой натриевые, калиевые и кальциевые соли пирофосфорной кислоты (далее — пищевые пирофосфаты) и предназначенную для использования в пищевой промышленности.

Требования, обеспечивающие безопасность пищевых пирофосфатов, изложены в 4.1.5, требования к качеству — в 4.1.3 и 4.1.4, требования к маркировке — в 4.4.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 12.1.019—2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р ИСО 2859-1—2007 Статистические методы. Процедуры выборочного контроля по альтернативному признаку. Часть 1. Планы выборочного контроля последовательных партий на основе приемлемого уровня качества

ГОСТ Р 51301—99 Продукты пищевые и продовольственное сырье. Инверсионно-вольтамперометрические методы определения содержания токсичных элементов (кадмия, свинца, меди и цинка)

ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ Р 51766—2001 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка

ГОСТ Р 51962—2002 Продукты пищевые и продовольственное сырье. Инверсионно-вольтамперометрический метод определения массовой концентрации мышьяка

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 53361—2009 Мешки из бумаги и комбинированных материалов. Общие технические условия

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

Издание официальное

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 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 334—73 Бумага масштабно-координатная. 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 2080—76 Натрий уксуснокислый технический. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3956—76 Силикагель технический. Технические условия

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

ГОСТ 4174—77 Реактивы. Цинк сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4217—77 Реактивы. Калий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4463—76 Реактивы. Натрий фтористый. Технические условия

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

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 7983—99 Пасты зубные. Общие технические условия

ГОСТ 8515—75 Диаммонийфосфат. Технические условия

ГОСТ 8677—76 Реактивы. Кальций оксид. Технические условия

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

ГОСТ 9262—77 Реактивы. Кальция гидроокись. Технические условия

ГОСТ 9285—78 Калия гидрат окиси технический. Технические условия

ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 10398—76 Реактивы и особо чистые вещества. Комплексонометрический метод определения содержания основного вещества

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

ГОСТ 10678—76 Кислота ортофосфорная термическая. Технические условия

ГОСТ 11078—78 Натр едкий очищенный. Технические условия

ГОСТ 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 21205—83 Кислота винная пищевая. Технические условия
ГОСТ 22280—76 Реактивы. Натрий лимоннокислый 5,5-водный. Технические условия
ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 24596.7—81 Фосфаты кормовые. Методы определения фтора
ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования
ГОСТ 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

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 ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. 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 Классификация

Пищевые пирофосфаты (Е450) подразделяют:
- на пирофосфаты натрия 2-замещенные (i), 3-замещенные (ii) и 4-замещенные (iii);
- пирофосфаты калия 4-замещенные (v);
- пирофосфаты кальция 4-замещенные (vi) и 2-замещенные (vii).

Наименования пирофосфатов, их химические названия, формулы и молекулярные массы приведены в таблице 1.

Таблица 1

Обозначение и наименование пищевой добавки	Химическое наименование	Формула	Молекулярная масса, а. е. м
Е450(i) Дигидропирофосфат натрия (Disodium diphosphate)	Натрий пирофосфорнокислый 2-замещенный	$Na_2H_2P_2O_7$	221,94
Е450(ii) Моногидропирофосфат натрия (Trisodium diphosphate)	Натрий пирофосфорнокислый 3-замещенный	$Na_3HP_2O_7$ (безводный)	243,93
	Натрий пирофосфорнокислый 3-замещенный 1-водный	$Na_3HP_2O_7 \cdot H_2O$ (моногидрат)	261,95

Окончание таблицы 1

Обозначение и наименование пищевой добавки	Химическое наименование	Формула	Молекулярная масса, а. е. м
E450(iii) Пирофосфат натрия (Tetrasodium diphosphate)	Натрий пирофосфорнокислый 4-замещенный	$Na_4P_2O_7$ (безводный)	265,94
	Натрий пирофосфорнокислый 4-замещенный 10-водный	$Na_4P_2O_7 \cdot 10H_2O$ (декагидрат)	446,09
E450(v) Пирофосфат калия (Tetrapotassium diphosphate)	Калий пирофосфорнокислый 4-замещенный	$K_4P_2O_7$	330,34
E450(vi) Пирофосфат кальция (Dicalcium diphosphate)	Кальций пирофосфорнокислый 4-замещенный	$Ca_2P_2O_7$	254,12
E450(vii) Дигидропирофосфат кальция (Calcium dihydrogen diphosphate)	Кальций пирофосфорнокислый 2-замещенный	$CaH_2P_2O_7$	215,97

4 Общие технические требования

4.1 Характеристики

4.1.1 Пищевые пирофосфаты вырабатывают в соответствии с требованиями настоящего стандарта и применяют в пищевых продуктах в соответствии с нормативными правовыми актами Российской Федерации*.

4.1.2 Пищевые пирофосфаты натрия и калия легко растворимы в воде и нерастворимы в этаноле; пирофосфаты кальция практически нерастворимы в воде; пирофосфат кальция E450(vi) растворим в разбавленных соляной и азотной кислотах.

4.1.3 По органолептическим показателям пищевые пирофосфаты должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

Таблица 2 — Органолептические показатели

E-номер пищевой добавки	Характеристика		
	внешнего вида	цвета	запаха
E450(i)	Кристаллический порошок или гранулы	Белый	Без запаха
E450(ii)	Порошок или гранулы	Белый	Без запаха
E450(iii)	Кристаллы, кристаллический или гранулированный порошок; кристаллы декагидрата выветриваются на воздухе	Белый	Без запаха
E450(v)	Кристаллы, кристаллический или гранулированный порошок	Белый	Без запаха
E450(vi)	Мелкий порошок	Белый	Без запаха
E450 (vii)	Кристаллы или мелкий порошок	Белый	Без запаха

4.1.4 По физико-химическим показателям пищевые пирофосфаты должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 3.

* До введения соответствующих нормативных правовых актов Российской Федерации — нормативными документами федеральных органов исполнительной власти [1], [2].

Таблица 3 — Физико-химические показатели

Наименование показателя	Значение показателя
Тест на натрий-ион (для Е450(i), Е450(ii) и Е450(iii))	Выдерживает испытание
Тест на калий-ион (для Е450(v))	Выдерживает испытание
Тест на кальций-ион (для Е450(vi) и Е450(vii))	Выдерживает испытание
Тест на фосфат-ионы ($H_2P_2O_7^{2-}$, $HP_2O_7^{3-}$, $P_2O_7^{4-}$)	Выдерживает испытание
Массовая доля основного вещества, %, не менее: Е450(i) после высушивания Е450(iii) после прокаливания Е450(v) после прокаливания Е450(vi)	 95,0 95,0 95,0 96,0
Массовая доля общей пятиокиси фосфора (P_2O_5), % Е450(ii) после высушивания Е450(vii) после высушивания, не более	 От 57,0 до 59,0 включ. 64,0
Массовая доля потерь при высушивании, %, не более: Е450(i) Е450(ii): безводный моногидрат Е450(vii)	 0,5 0,5 1,0 1,0
Массовая доля потерь при прокаливании, %, не более: Е450(ii): безводный моногидрат Е450(iii): безводный декагидрат Е450(v) Е450(vi)	 4,5 11,5 0,5 От 38,0 до 42,0 включ. 2,0 1,0
Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более: Е450(i) Е450(ii) Е 450(iii) Е450(v)	 1,0 0,2 0,2 0,2
Массовая доля нерастворимых в кислоте веществ, %, не более: Е450(vii)	 0,4
pH водного раствора массовой долей пирофосфата натрия или калия 1 %, ед. pH Е450(i) Е450(ii) Е450(iii) Е450(v)	 От 3,7 до 5,0 включ. » 6,7 » 7,5 » » 9,9 » 10,8 » » 10,0 » 10,7 »
pH водной суспензии массовой долей пирофосфата кальция 10 %, ед. pH Е450(vi)	 От 5,5 до 7,0 включ.
Массовая доля (содержание) фторидов, млн$^{-1}$ (мг/кг), не более: Е450(i, ii, iii, v) Е450(vi) Е450(vii)	 10,0 50,0 30,0

4.1.5 Содержание токсичных элементов (свинца, мышьяка) в пищевых пирофосфатах не должно превышать норм, установленных нормативными правовыми актами Российской Федерации*.

* До введения соответствующих нормативных правовых актов Российской Федерации — нормативными документами федеральных органов исполнительной власти [1].

4.2 Требования к сырью

4.2.1 Для производства пищевых пирофосфатов используют следующее сырье:

- ортофосфорную кислоту марки А по ГОСТ 10678;
- гидроокись натрия по ГОСТ 4328, марки А по ГОСТ 11078;
- гидроокись калия по ГОСТ 24363, ГОСТ 9285;
- оксид кальция по ГОСТ 8677;
- гидроокись кальция по ГОСТ 9262.

4.2.2 Допускается применение аналогичного сырья, обеспечивающего получение пищевых пирофосфатов в соответствии с требованиями настоящего стандарта, и разрешенного к применению в пищевой промышленности.

4.3 Упаковка

4.3.1 Пищевые пирофосфаты упаковывают в бумажные трехслойные мешки марки ПМ по ГОСТ Р 53361 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 Р 53361.

Тип и размеры мешков, предельную массу упаковываемого пищевого пирофосфата устанавливает изготовитель.

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

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

4.3.4 Допускается применение других видов транспортной тары и упаковки, изготовленных из материалов, использование которых в контакте с пищевыми пирофосфатами обеспечивает сохранение их качества и безопасности.

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

4.3.6 Пищевые пирофосфаты, отправляемые в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, упаковывают по ГОСТ 15846.

4.4 Маркировка

4.4.1 На каждую упаковочную единицу с пищевыми пирофосфатами наносят маркировку любым способом, обеспечивающим ее четкое обозначение, с указанием:

- наименования пищевой добавки и ее Е-номера*;
- наименования и местонахождения (юридический адрес) изготовителя;
- товарного знака изготовителя (при наличии);
- массы нетто;
- массы брутто;
- номера партии;
- даты изготовления;
- срока годности;
- условий хранения;
- обозначения настоящего стандарта.

4.4.2 Маркировка упаковочной единицы должна соответствовать требованиям ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционных знаков: «Беречь от влаги» и «Крюками не брать».

5 Требования безопасности

5.1 Пищевые пирофосфаты не токсичны, пожаро- и взрывобезопасны.

5.2 По степени воздействия на организм человека пищевые пирофосфаты в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относятся к четвертому классу опасности.

5.3 Работу с пищевыми пирофосфатами необходимо проводить с использованием средств индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.011 при соблюдении правил личной гигиены.

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

---

* Номер пищевой добавки — в соответствии с Европейской системой кодификации.

5.5 Организация обучения работающих безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

5.6 Производственные помещения, в которых проводят работы с пищевыми пирофосфатами, и помещения, где проводят работы с реактивами, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

5.7 Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.2.007.0 и ГОСТ Р 12.1.019.

5.8 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

5.9 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

6 Правила приемки

6.1 Пищевые пирофосфаты принимают партиями.

Партией считают определенное количество пищевых пирофосфатов одного наименования, полученное за один технологический цикл, в одинаковой упаковке, произведенное одним изготовителем по одному нормативному документу, сопровождаемое товаросопроводительной документацией, обеспечивающей прослеживаемость продукции.

6.2 Для проверки соответствия пищевых пирофосфатов 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.

6.3 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 ГОСТ Р ИСО 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

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

6.5 Контроль массы нетто пищевых пирофосфатов 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 пищевых пирофосфатов в каждой упаковочной единице — по 4.3.5.

6.6 Приемка партии пищевых пирофосфатов по массе нетто, качеству упаковки и правильности маркировки упаковочных единиц

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

6.6.2 Если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки и правильности маркировки, массе нетто пищевых пирофосфатов, больше или равно браковочно-

му числу (см. таблицу 4), контроль проводят на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Партию принимают, если выполняются условия 6.6.1.

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

6.7 Приемка партии пищевых пирофосфатов по органолептическим и физико-химическим показателям

6.7.1 Для контроля органолептических и физико-химических показателей от каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку в соответствии с требованиями таблицы 4, проводят отбор мгновенных проб и составляют суммарную пробу по 7.1.

6.7.2 При получении неудовлетворительных результатов по органолептическим и физико-химическим показателям, хотя бы по одному из показателей, проводят повторный контроль по этому показателю на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Результаты повторного контроля являются окончательными и распространяются на всю партию.

При получении неудовлетворительных результатов при повторном контроле партию бракуют.

6.7.3 Органолептические и физико-химические показатели пищевых пирофосфатов в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты контроля распространяют только на продукцию в этой упаковке.

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

7 Методы контроля

7.1 Отбор проб

7.1.1 Для составления суммарной пробы пищевых пирофосфатов из разных мест каждой упаковочной единицы, отобранной по 6.3, 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 пирофосфатами, погружая пробоотборник в продукт не менее чем на 3/4 глубины.

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

Рекомендуемая масса суммарной пробы должна быть не менее 500 г.

7.1.2 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 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 суммарную пробу снова разравнивают слоем от 1,0 до 1,5 см в виде квадрата и планкой делят по диагонали на четыре треугольника. Две противоположные части суммарной пробы отбрасывают, а две оставшиеся соединяют, перемешивают и вновь делят на четыре треугольника. Деление повторяют необходимое число раз, при этом продолжительность процедуры квартования должна быть минимальной.

7.1.3 Суммарную пробу делят на две части и каждую часть помещают в сухую чистую, плотно закрывающуюся стеклянную или полимерную емкость.

Первую часть 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 пищевых пирофосфатов.

Рекомендуемый срок хранения суммарной пробы пищевых пирофосфатов при температуре не более 18 °С и относительной влажности не более 40 % — 2 года.

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

- наименование пищевой добавки и ее Е-номер;
- наименование и местонахождение изготовителя;
- номер партии;
- масса нетто партии;

- дата изготовления;
- дата отбора проб;
- срок годности и условия хранения;
- фамилии лиц, проводивших отбор данной пробы;
- обозначение настоящего стандарта.

7.2 Определение органолептических показателей

Метод основан на органолептическом определении внешнего вида, цвета и запаха пирофосфатов натрия, калия и кальция.

7.2.1 Средства измерений, посуда, материалы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом абсолютной допускаемой погрешности ± 0,1 г.

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Стаканчик СВ — 34/12 по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная.

Бумага белая.

7.2.2 Отбор проб — по 7.1.

7.2.3 Проведение анализа

7.2.3.1 Внешний вид и цвет пищевых пирофосфатов определяют просмотром анализируемой пробы массой не более 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.

7.2.3.2 Для определения запаха пирофосфатов наполняют на 3/4 объема чистый, без постороннего запаха 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.

7.3 Тест на натрий-ион

Метод основан на качественном определении натрий-ионов в пищевых пирофосфатах натрия Е450(i), Е450(ii), Е450(iii).

7.3.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом абсолютной допускаемой погрешности ± 0,01 г.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Горелка газовая.

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.

Палочка стеклянная.

Проволока платиновая по ГОСТ 18389.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, ч.

Уранилацетат цинка, ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.3.2 Отбор проб — по 7.1.

7.3.3 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.

7.3.4 Подготовка к анализу

7.3.4.1 Приготовление раствора уксусной кислоты в соотношении (1 : 5)

Раствор уксусной кислоты готовят в стакане вместимостью 250 $см^3$ разбавлением по объему уксусной кислоты массовой долей 99,5 % (одна часть) дистиллированной водой (пять частей).

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 2) °С — не более 6 мес.

7.3.4.2 Приготовление раствора уранилацетата цинка массовой долей 5 %

2,5 г уранилацетата цинка растворяют при температуре не выше 50 °С в 42,5 см^3 дистиллированной воды и 5 см^3 разбавленной уксусной кислоты по 7.3.4.1.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 2) °С — не более 6 мес.

7.3.5 Проведение анализа

Способ 1. От 1,0 до 1,5 г анализируемой пробы помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды. К 5 см^3 раствора, помещенного в пробирку, добавляют пипеткой от 1 до 2 см^3 разбавленной уксусной кислоты по 7.3.4.1, фильтруют, затем добавляют пипеткой 1 см^3 раствора уранилацетата цинка. Образование желтого кристаллического осадка подтверждает присутствие в растворе ионов натрия.

Способ 2. Платиновую проволоку нагревают в пламени горелки и быстро вносят в пробу пищевых пирофосфатов натрия. Далее прилипшие к раскаленной проволоке кристаллы осторожно сплавляют в пламени горелки, опускают в концентрированную соляную кислоту и снова помещают в пламя.

Окрашивание бесцветного пламени в желтый цвет подтверждает присутствие ионов натрия.

7.4 Тест на калий-ион

Метод основан на качественном определении калий-ионов в пищевом пирофосфате калия Е450(v).

7.4.1 Средства измерений, посуда, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом абсолютной допускаемой погрешности ± 0,01 г.

Стакан В(Н)-1—250 ТС(ТСХ) 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.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота винная по ГОСТ 21205, ч.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 2080, ч.

Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ Р 51652.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, ч.

Натрий гексанитрокобальтат, раствор массовой долей 5 %, ч. д. а.

7.4.2 Отбор проб — по 7.1.

7.4.3 Условия проведения анализа — по 7.3.3.

7.4.4 Подготовка к анализу

7.4.4.1 Раствор винной кислоты массовой долей 1 % готовят в стакане вместимостью 250 см^3 растворением 1,0 г винной кислоты в 99,0 см^3 дистиллированной воды. Раствор используют свежеприготовленным.

7.4.4.2 Раствор уксуснокислого натрия массовой долей 5 % готовят по ГОСТ 4517.

7.4.4.3 Раствор уксусной кислоты готовят по 7.3.4.1. Раствор используют свежеприготовленным.

7.4.4.4 Раствор гексанитрокобальтата натрия массовой долей 5 % готовят в стакане вместимостью 250 см^3 растворением гексанитрокобальтата натрия массой 5,0 г в 95,0 см^3 дистиллированной воды и оставляют на 12 ч. Раствор фильтруют через плотный обеззоленный фильтр. Раствор используют свежеприготовленным.

7.4.5 Проведение анализа

Способ 1. От 1,0 до 1,5 г анализируемой пробы помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды. К 2 см^3 раствора, помещенного в пробирку, добавляют пипеткой 1 см^3 раствора винной кислоты массовой долей 1 %, 1 см^3 раствора уксуснокислого натрия по 7.4.4.2, 0,5 см^3 спирта этилового ректификованного (95 %) по ГОСТ Р 51652 и встряхивают. Постепенное образование белого кристаллического осадка подтверждает присутствие в растворе ионов калия.

Способ 2. От 1,0 до 1,5 г анализируемой пробы помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды. К 2 см^3 раствора, помещенного в пробирку, добавляют пипеткой 0,5 см^3 уксусной кислоты по 7.4.4.3, 0,5 см^3 раствора гексанитрокобальтата натрия по 7.4.4.4. Образование желтого кристаллического осадка двойной соли гексанитрокобальтата калия — натрия подтверждает присутствие в растворе ионов калия.

7.5 Тест на кальций-ион

Метод основан на качественном определении кальций-ионов в пищевых пирофосфатах кальция Е450(vi) и Е450(vii).

7.5.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом абсолютной допускаемой погрешности ± 0,01 г.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Горелка газовая.

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

Пипетки 2—2—1—5(10) по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1—100—1 по ГОСТ 1770.

Пробирки П2-21—70 по ГОСТ 25336.

Фильтр обеззоленный.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Метиловый красный (индикатор).

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.

Аммоний щавелевокислый 1-водный по ГОСТ 5712, ч.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, ч.

7.5.2 Отбор проб — по 7.1.

7.5.3 Условия проведения анализа — по 7.3.3.

7.5.4 Подготовка к анализу

7.5.4.1 Раствор соляной кислоты массовой долей 10 %, плотностью 1,05 г/см^3 готовят по ГОСТ 4517.

7.5.4.2 Водный раствор аммиака массовой долей 10 % готовят по ГОСТ 4517.

7.5.4.3 Раствор щавелевокислого аммония массовой долей 3 % готовят в стакане вместимостью 250 см^3 растворением 3,0 г щавелевокислого аммония в 97,0 см^3 дистиллированной воды. Раствор используют свежеприготовленным.

7.5.4.4 Раствор уксусной кислоты в соотношении (1:5) готовят по 7.3.4.1. Раствор используют свежеприготовленным.

7.5.4.5 Раствор соляной кислоты в соотношении (1 : 5) готовят в стакане вместимостью 250 см^3 разбавлением по объему соляной кислоты, плотностью 1,19 г/см^3 (одна часть) дистиллированной водой (пять частей). Раствор используют свежеприготовленным.

7.5.5 Проведение анализа

Способ 1. 0,1 г анализируемой пробы помещают в стакан вместимостью 250 см^3, растворяют при нагревании до температуры кипения в 5 см^3 раствора разбавленной соляной кислоты по 7.5.4.1 и 5 см^3 дистиллированной воды. Добавляют 2 капли метилового красного и 1 см^3 водного раствора аммиака по 7.5.4.2 до изменения окраски индикатора. Затем добавляют 5 см^3 раствора щавелевокислого аммония по 7.5.4.3. Постепенно образуется белый мелкокристаллический осадок. Нерастворимость осадка в уксусной кислоте по 7.5.4.4, но растворимость его в соляной кислоте по 7.5.4.5 подтверждает присутствие ионов кальция в анализируемом растворе.

Способ 2. Платиновую проволоку нагревают в пламени горелки и быстро вносят в пробу пищевых пирофосфатов кальция. Далее прилипшие к раскаленной проволоке кристаллы осторожно сплавляют в пламени горелки, опускают в концентрированную соляную кислоту и снова помещают в пламя.

Окрашивание бесцветного пламени в желтовато-красный цвет подтверждает присутствие ионов кальция.

7.6 Тест на фосфат-ион

Методы основаны на качественном определении фосфат-ионов $H_2P_2O_7^{2-}$, $HP_2O_7^{3-}$, $P_2O_7^{4-}$ в пищевых пирофосфатах.

7.6.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом абсолютной допускаемой погрешности ± 0,01 г.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Баня ледяная.

Колба 1—100—2 по ГОСТ 1770.
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—100—1 по ГОСТ 1770.
Палочка стеклянная.
Стекловата.
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.
Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный по ГОСТ 4172, ч.

7.6.2 Отбор проб — по 7.1.

7.6.3 Условия проведения анализа — по 7.3.3.

7.6.4 Подготовка к анализу

7.6.4.1 Раствор азотной кислоты массовой долей 10 %, плотностью 1,05 г/см^3 готовят по ГОСТ 4517.

7.6.4.2 Водный раствор аммиака массовой долей 10 % готовят по ГОСТ 4517.

7.6.4.3 Приготовление раствора молибденовокислого аммония

6,5 г тонко измельченной в порошок молибденовой кислоты помещают в стакан вместимостью 250 см^3, растворяют в смеси 14 см^3 дистиллированной воды и 14,5 см^3 водного раствора аммиака по 7.6.4.2. Раствор охлаждают до комнатной температуры и медленно добавляют при перемешивании к хорошо охлажденной (0 °С— 5 °С) смеси 40 см^3 дистиллированной воды и 32 см^3 азотной кислоты плотностью 1,4 г/см^3, оставляют на 48 ч и затем фильтруют через стекловату.

Раствор хранят в темном месте при температуре (20 ± 2) °С. Если во время хранения раствора образуется осадок, то используют только раствор над осадком, отделяя раствор декантацией. Данный раствор не пригоден для использования, если при добавлении 2 см^3 двузамещенного фосфорнокислого натрия 12-водного с массовой долей 16 % не образуется сразу или при слабом нагревании желтый осадок.

Раствор для проверки готовят следующим образом: 16 г двузамещенного фосфорнокислого натрия 12-водного помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до метки.

7.6.4.4 Приготовление раствора азотнокислого серебра

Раствор азотнокислого серебра массовой долей 4,2 % готовят в стакане вместимостью 250 см^3 растворением 4,2 г азотнокислого серебра в 95,8 см^3 дистиллированной воды, подкисленной пятью каплями азотной кислоты по 7.6.4.1.

Срок хранения раствора в емкости из темного стекла при температуре (20 ± 2) °С — не более 6 мес.

7.6.5 Проведение анализа

Способ 1. От 1,0 до 1,5 г анализируемой пробы помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды. К 5 см^3 раствора, помещенного в пробирку, добавляют пипеткой от 1 до 2 см^3 концентрированной азотной кислоты, 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония по 7.6.4.3 и нагревают. Образование осадка яркого светло-желтого «канареечного» цвета свидетельствует о наличии фосфат-ионов.

Способ 2. От 1,0 до 1,5 г анализируемой пробы помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды. К 5 см^3 раствора, помещенного в пробирку, добавляют пипеткой 1 см^3 раствора азотнокислого серебра по 7.6.4.4. Образование осадка желтого цвета свидетельствует о наличии фосфат-ионов.

7.7 Определение массовой доли основного вещества

7.7.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

Весы со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,03 мг, и с погрешностью от нелинейности не более ± 0,06 мг.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

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

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

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

Мешалка магнитная.

Бюретка 1—2—50—0,1 по ГОСТ 29251.

Стакан В(Н)-1—400 ТС(ТСХ) по ГОСТ 25336.

Цилиндр мерный 1—100(1000)—1 по ГОСТ 1770.

Колба 1—1000—2 по ГОСТ 1770.

Фильтр бумажный «синяя лента».

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч.

Цинк сернокислый 7-водный по ГОСТ 4174, ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.7.2 Отбор проб — по 7.1.

7.7.3 Условия проведения анализа — по 7.3.3.

7.7.4 Определение массовой доли основного вещества пищевых пирофосфатов Е450(i), Е450(iii), Е450(v)

Метод основан на растворении пищевого пирофосфата в соляной кислоте и последующем его титровании гидроокисью натрия при 3,8 ед. pH.

7.7.4.1 Подготовка к анализу

а) Раствор соляной кислоты массовой долей 10 % готовят в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ разбавлением 266 $см^3$ соляной кислоты (36 %) дистиллированной водой и доведением объема до 1000 $см^3$.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 2) °С — не более 6 мес.

б) Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$ готовят по ГОСТ 25794.1. Коэффициент поправки (K) раствора определяют по ГОСТ 25794.1.

в) Раствор сернокислого цинка 7-водного в соотношении (1 : 8) готовят в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ растворением 125 г сернокислого цинка 7-водного в дистиллированной воде и доведением объема до 1000 $см^3$. Затем полученный раствор фильтруют и доводят соляной кислотой по 7.7.4.1 а) до 3,8 ед. pH. Раствор используют свежеприготовленным.

7.7.4.2 Проведение анализа

Перед проведением анализа пробу пищевого пирофосфата Е450(i) высушивают по 7.8.4, пробы пищевых фосфатов Е450(iii) и Е450(v) прокаливают по 7.9.4.1.

От 0,4 до 0,6 г анализируемой пробы с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака помещают в стакан вместимостью 400 $см^3$ и растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды. Затем в стакан с раствором помещают стержень магнитной мешалки, и при перемешивании доводят раствор до 3,8 ед. pH раствором соляной кислоты по 7.7.4.1 а) или раствором гидроокиси натрия по 7.7.4.1 б) с помощью pH-метра. Измерения проводят в соответствии с инструкцией к прибору. Затем добавляют 50 $см^3$ сернокислого цинка по 7.7.4.1 в), оставляют на 2 мин и титруют раствором гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$ по 7.7.4.1 б) до 3,8 ед. pH.

7.7.4.3 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества пищевых пирофосфатов Е450(i), Е450(iii), Е450(v) X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{VMK100}{m}, \qquad (1)$$

где V — объем c (NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$ раствора, израсходованный на титрование пробы, $см^3$;

M — масса пищевого пирофосфата, соответствующая 1 $см^3$ c (NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$ раствора, г:

$M(Na_2H_2P_2O_7)$ = 0,0111 г;

$M(Na_4P_2O_7)$ = 0,0133 г, $M(Na_4P_2O_7 \cdot 10H_2O)$ = 0,1115 г;

$M(K_4P_2O_7)$ = 0,0165 г;

K — коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = = 0,1 моль/дм^3, определенный по 7.7.4.1;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса анализируемой пробы по 7.7.4.2, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $X_{1ср.}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,40 %.

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

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли основного вещества пищевых пирофосфатов Е450(i), Е450(iii), Е450(v) ± 0,5 % при P = 95 %.

При необходимости пересчета на массовую долю общей пятиокиси фосфора в пищевых пирофосфатах Е450(i), Е450(iii), Е450(v) X_2, %, используют формулу

$$X_2 = X_1 K, \quad (2)$$

где X_1 — массовая доля основного вещества пищевого пирофосфата, вычисленная по формуле (1), %;

K — соотношение молекулярной массы пятиокиси фосфора к молекулярной массе пищевого пирофосфата:

$K(P_2O_5/Na_2H_2P_2O_7) = 0,64$; $K(P_2O_5/Na_4P_2O_7) = 0,53$;

$K(P_2O_5/Na_4P_2O_7 \cdot 10H_2O) = 0,32$; $K(P_2O_5/K_4P_2O_7) = 0,43$.

7.7.5 Определение массовой доли основного вещества пищевого пирофосфата кальция Е450(vi) — по ГОСТ 10398 со следующим дополнением.

7.7.5.1 Проведение анализа — по ГОСТ 10398 (пункт 4.9).

7.7.5.2 Обработка результатов — по ГОСТ 10398 (раздел 5), где A = 0,006352 г — масса пищевого пирофосфата кальция, соответствующая 1 см^3 раствора 2-водной динатриевой соли этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты молярной концентрации точно c ($C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = = 0,05 моль/дм^3.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $X_{3ср.}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,30 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,50 %.

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли пищевого пирофосфата кальция ± 0,4 % при P = 95 %.

При необходимости пересчета на массовую долю общей пятиокиси фосфора в пищевом пирофосфате Е450(v) X_4, %, используют формулу (2), где K ($P_2O_5/Ca_2P_2O_7$) = 0,56.

7.7.6 Определение массовой доли общей пятиокиси фосфора пищевых пирофосфатов Е450(ii) и Е450(vii)

Метод основан на осаждении фосформолибдата аммония, фильтровании осадка, растворении его в избытке титрованного раствора гидроокиси натрия и титровании избытка гидроокиси натрия раствором серной кислоты в присутствии индикатора фенолфталеина.

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

Весы со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,03 мг, и с погрешностью от нелинейности не более ± 0,06 мг.

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

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

Баня водяная лабораторная типа БВ-6.
Электроплитка по ГОСТ 14919.
Колба коническая Кн-2—250—40 ТХС по ГОСТ 25336.
Колба 1—100—2 по ГОСТ 1770.
Цилиндр мерный 1—100—1 по ГОСТ 1770.
Палочка стеклянная.
Фильтр бумажный «синяя лента».
Бумага лакмусовая.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Кислота азотная по ГОСТ 4461, ч.
Кислота молибденовая, ч., массовой долей 85 %.
Калий азотнокислый по ГОСТ 4217, ч.
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч.
Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.
Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.
Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.
Фенолфталеин (индикатор).

7.7.6.2 Отбор проб — по 7.1.

7.7.6.3 Условия проведения анализа — по 7.3.3.

7.7.6.4 Подготовка к анализу

а) Раствор азотной кислоты массовой долей 10 %, плотностью 1,055 г/см^3 готовят по ГОСТ 4517.

Срок хранения при температуре (20 ± 2) °С — не более 1 года.

б) Водный раствор аммиака массовой долей 10 % готовят по ГОСТ 4517.

Срок хранения при температуре (20 ± 2) °С — не более 1 мес.

в) Раствор молибденовокислого аммония готовят по 7.6.4.3.

г) Приготовление раствора азотнокислого калия массовой долей 1 %

Раствор готовят растворением 1 г азотнокислого калия в 99 см^3 дистиллированной воды при соблюдении ГОСТ 4517.

Срок хранения при температуре (20 ± 2) °С — не более 6 мес.

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

Срок хранения при температуре (20 ± 2) °С — не более 3 мес.

е) Приготовление спиртового раствора фенолфталеина массовой долей 0,2 %

0,2 г фенолфталеина помещают в колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в 60 см^3 этилового спирта и доводят до метки дистиллированной водой.

Срок хранения при температуре (20 ± 2) °С — не более 1 мес.

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

Срок хранения при температуре (20 ± 2) °С — не более 1 года.

7.7.6.5 Проведение анализа

Взвешивают предварительно высушенную по 7.8.4 пробу массой 0,2 г с записью результата до четвертого десятичного знака и помещают в колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в 10 см^3 разбавленной азотной кислоты по 7.7.6.4 а) и 25 см^3 дистиллированной воды. Добавляют водный раствор аммиака по 7.7.6.4 б) до полного образования осадка. Затем осадок растворяют в 1 см^3 разбавленной азотной кислоты по 7.7.6.4 а), добавляют 75 см^3 раствора молибденовокислого аммония по 7.7.6.4 в) и нагревают на водяной бане в течение 30 мин при температуре от 45 °С до 50 °С, периодически встряхивая. Раствор с осадком фильтруют. Затем осадок промывают с применением декантации один-два раза, поочередно, порциями дистиллированной воды объемом от 30 до 40 см^3. Далее осадок количественно переносят дистиллированной водой на фильтр и промывают раствором азотнокислого калия по 7.7.6.4 г) до тех пор, пока промывные воды не перестанут давать кислую реакцию по лакмусу. Фильтр с осадком переносят в колбу вместимостью 250 см^3. Затем добавляют 50 см^3 раствора гидроокиси натрия по 7.7.6.4 д), встряхивают до растворения осадка, добавляют три капли фенолфталеина по 7.7.6.4 е) и титруют избыток щелочи раствором серной кислоты по 7.7.6.4 ж).

7.7.6.6 Обработка результатов

Массовую долю общей пятиокиси фосфора в пищевых пирофосфатах Е450(ii) и Е450(vii) X_5, %, вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{(50 - V)0{,}003088 \cdot 100}{m}, \quad (3)$$

где 50 — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3, см^3;

V — объем серной кислоты молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 1 моль/дм^3 раствора, израсходованный на титрование избытка гидроокиси натрия, см^3;

0,003088 — масса пятиокиси фосфора, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно c (NaOH) = 1 моль/дм^3, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса анализируемой пробы по 7.7.6.5, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $X_{5_{ср.}}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,40 %.

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

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли общей пятиокиси фосфора в пищевых пирофосфатах Е450(ii) и Е450(vii) ± 0,5 % при P = 95 %.

7.8 Определение массовой доли потерь при высушивании

Метод основан на способности пищевых пирофосфатов Е450(i), Е450(ii), Е450(vii) освобождаться от летучих веществ при температуре 105 °С.

7.8.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда

Весы со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,03 мг, и с погрешностью от нелинейности не более ± 0,06 мг.

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

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

Эксикатор 2—250 по ГОСТ 25336.

Стаканчик СН 45/13 по ГОСТ 25336.

7.8.2 Отбор проб — по 7.1.

7.8.3 Условия проведения анализа — по 7.3.3.

7.8.4 Проведение анализа

Чистый пустой стаканчик для взвешивания сушат вместе с крышкой в открытом виде при температуре от 100 °С до 105 °С в сушильном шкафу до постоянной массы. Массу считают постоянной, если разница между двумя последовательными взвешиваниями не превышает 0,0002 г. В случае увеличения массы берут данные предыдущих взвешиваний.

Взвешивают стаканчик с анализируемой пробой массой от 1 до 2 г с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака, помещают в открытом виде вместе с крышкой в сушильный шкаф и сушат при температуре 105 °С в течение 4 ч. После этого стаканчик с пробой быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

7.8.5 Обработка результатов

Массовую долю потерь при высушивании X_6, %, вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{(m - m_1)100}{m - m_2}, \quad (4)$$

где m — масса сухого стаканчика с анализируемой пробой до высушивания, г;

m_1 — масса стаканчика с анализируемой пробой после высушивания, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m_2 — масса сухого стаканчика, г.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $X_{6_{ср.}}$, %, округленное до второго десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,050 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,080 %.

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли потерь при высушивании ± 0,06 % при P = 95 %.

7.9 Определение массовой доли потерь при прокаливании

Метод основан на способности пищевых пирофосфатов Е450(ii), Е450(iii), Е450(v) освобождаться от летучих веществ при температуре 550 °С и Е450(vi) — при температуре 825 °С.

7.9.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда

Весы со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,03 мг, и с погрешностью от нелинейности не более ± 0,06 мг.

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

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

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

Эксикатор 2—250 по ГОСТ 25336.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.

7.9.2 Отбор проб — по 7.1.

7.9.3 Условия проведения анализа — по 7.3.3.

7.9.4 Определение массовой доли потерь при прокаливании пищевых пирофосфатов Е450(ii), Е450(iii), Е450(v)

7.9.4.1 Проведение анализа

Чистый пустой тигель для взвешивания высушивают вместе с крышкой в открытом виде при температуре 105 °С в сушильном шкафу до постоянной массы. Массу считают постоянной, если разница между двумя последовательными взвешиваниями не превышает 0,0002 г. В случае увеличения массы берут данные предыдущих взвешиваний.

Взвешивают тигель с анализируемой пробой массой от 1 до 2 г с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака, помещают в открытом виде вместе с крышкой в сушильный шкаф, высушивают при температуре 105 °С в течение 4 ч, затем прокаливают в муфельной печи при температуре 550 °С в течение 30 мин. После этого тигель с анализируемой пробой быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

7.9.4.2 Обработка результатов

Массовую долю потерь при прокаливании пищевых пирофосфатов Е450(ii), Е450(iii), Е450(v) X_7, %, вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{(m - m_1)100}{m - m_2}, \quad (5)$$

где m — масса сухого тигля с анализируемой пробой до прокаливания, г;

m_1 — масса тигля с анализируемой пробой после прокаливания, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m_2 — масса сухого тигля, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $X_{7_{ср.}}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух

параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при $P = 95$ %, не превышает предела повторяемости $r = 5$ % отн.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 95$ %, не превышает предела воспроизводимости $R = 7$ % отн.

Границы относительной погрешности определений массовой доли потерь при прокаливании пищевых пирофосфатов Е450(ii), Е450(iii), Е450(v) ± 5 % отн. при $P = 95$ %.

7.9.5 Определение массовой доли потерь при прокаливании пищевого пирофосфата Е450(vi)

7.9.5.1 Проведение анализа

Чистый пустой тигель для взвешивания прокаливают вместе с крышкой в открытом виде при температуре от 825 °С в муфельной печи в течение 15 мин, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

Взвешивают тигель с анализируемой пробой массой от 1 до 2 г с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака, помещают в открытом виде вместе с крышкой в муфельную печь и прокаливают при температуре 825 °С в течение 30 мин. После этого тигель с анализируемой пробой быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

7.9.5.2 Обработка результатов

Массовую долю потерь при прокаливании пищевого пирофосфата Е450(vi) X_8, %, вычисляют по формуле

$$X_8 = \frac{(m - m_1)100}{m - m_2}, \qquad (6)$$

где m — масса сухого тигля с анализируемой пробой до прокаливания, г;

m_1 — масса тигля с анализируемой пробой после прокаливания, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m_2 — масса сухого тигля, г.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $X_{8_{ср.}}$, %, округленное до второго десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при $P = 95$ %, не превышает предела повторяемости $r = 0{,}050$ %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 95$ %, не превышает предела воспроизводимости $R = 0{,}080$ %.

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли потерь при прокаливании пищевого пирофосфата Е450(vi) ± 0,06 % при $P = 95$ %.

7.10 Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

Метод основан на растворении пищевых пирофосфатов Е450(i), Е450(ii), Е 450(iii), Е450(v) в дистиллированной воде при определенных условиях и определении массовой доли нерастворимых в воде веществ.

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

Весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом абсолютной допускаемой погрешности ± 0,01 мг.

Весы со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,03 мг, и с погрешностью от нелинейности не более ± 0,06 мг.

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

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

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

Цилиндр мерный 1—100—1 по ГОСТ 1770.

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.

7.10.2 Отбор проб — по 7.1.

7.10.3 Условия проведения анализа — по 7.3.3.

7.10.4 Проведение анализа

10 г анализируемой пробы с записью результата взвешивания до второго 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 двумя последними взвешиваниями не должна превышать 0,0002 г). Нерастворимый остаток на фильтре промывают горячей (60 ± 5) °С дистиллированной водой, высушивают в сушильном шкафу при температуре от 100 °С до 110 °С в течение 2 ч, охлаждают и взвешивают с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака.

7.10.5 Обработка результатов

Массовую долю нерастворимых в воде веществ пищевых пирофосфатов Е450(i), Е450(ii), Е 450(iii), Е450(v) X_9, %, вычисляют по формуле

$$X_9 = \frac{(m_1 - m_2)100}{m}, \qquad (7)$$

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

m_2 — масса фильтрующего тигля, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса анализируемой пробы по 7.10.4, г.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $X_{9_{ср.}}$, %, округленное до второго десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,010 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,020 %.

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли нерастворимых в воде веществ пищевых пирофосфатов Е450(i), Е450(ii), Е 450(iii), Е450(v) ± 0,01 % при P = 95 %.

7.11 Определение массовой доли нерастворимых в кислоте веществ

Метод основан на растворении пищевого пирофосфата Е450(vii) в серной кислоте при определенных условиях и определении массовой доли нерастворимых в кислоте веществ.

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

Весы со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,03 мг, и с погрешностью от нелинейности не более ± 0,06 мг.

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Эксикатор 2—250 по ГОСТ 25336.

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

Цилиндр мерный 1—5—1, 1—250—1 по ГОСТ 1770.

Стекло часовое.

Палочка стеклянная с резиновым наконечником.

Тигель Гуча по ГОСТ 9147.

Диатомит или другой устойчивый к кислотам фильтрующий материал (порошок).

Асбест (устойчивый к кислотам).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

7.11.2 Отбор проб — по 7.1.

7.11.3 Условия проведения анализа — по 7.3.3.

7.11.4 Проведение анализа

2 г анализируемой пробы с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака помещают в стакан вместимостью 250 см^3, добавляют 150 см^3 дистиллированной воды, 1,5 см^3 серной кислоты, накрывают стакан часовым стеклом и нагревают на водяной бане в течение 6 ч, очищая стенки стакана стеклянной палочкой с резиновым наконечником и периодически пополняя объем дистиллированной воды в стакане. Взвешивают 0,5 г фильтрующего порошка, предварительно промытого серной кислотой и высушенного в сушильном шкафу при 105 °С в течение 1 ч, с точностью до 0,0001 г, добавляют его к анализируемому раствору и фильтруют через тигель Гуча с асбестовой набивкой, предварительно высушенный до постоянной массы (масса между последними двумя взвешиваниями не должна превышать 0,0002 г). Промывают осадок несколько раз горячей дистиллированной водой (60 ± 5) °С, высушивают тигель с осадком в сушильном шкафу при температуре 105 °С в течение 3 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

7.11.5 Обработка результатов

Массовую долю нерастворимых в кислоте веществ пищевого пирофосфата Е450(vii) X_{10}, %, вычисляют по формуле

$$X_{10} = \frac{m_1 - (m_2 + m_3)}{m} 100, \quad (8)$$

где m_1 — масса тигля Гуча с высушенным нерастворимым осадком, г;

m_2 — масса тигля Гуча с асбестовой набивкой, г;

m_3 — масса фильтрующего порошка;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса анализируемой пробы по 7.11.2, г.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $X_{10_{ср.}}$, %, округленное до второго десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,010 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,020 %.

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли нерастворимых в кислоте веществ пищевого пирофосфата Е450(vii) ± 0,01 % при P = 95 %.

7.12 Определение pH водного раствора

Метод основан на потенциометрическом определении показателя активности ионов водорода водного раствора пищевых пирофосфатов натрия Е450(i,ii,iii) и калия Е450(v) массовой долей 1 % и водной суспензии пищевого пирофосфата кальция Е450(vi) массовой долей 10 % путем измерения pH при помощи pH-метра со стеклянным электродом.

7.12.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,01 г.

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

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

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

Цилиндр 1—100—1 по ГОСТ 1770.

Палочка стеклянная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.12.2 Отбор проб — по 7.1.

7.12.3 Условия проведения анализа — по 7.3.3.

7.12.4 Определение pH водных растворов E450(i,ii,iii) и E450(v) массовой долей 1 %

10,0 г анализируемой пробы с записью результата взвешивания до первого десятичного знака помещают в стакан вместимостью 250 см^3, растворяют в 99 см^3 дистиллированной воды, не содержащей углекислого газа, приготовленной по ГОСТ 4517 (пункт 2.38), тщательно перемешивают. Электроды pH-метра погружают в приготовленный раствор и измеряют pH раствора при температуре (20 ± 2) °С.

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

7.12.5 Определение pH водной суспензии массовой долей 10 % E450(vi)

10,0 г анализируемой пробы с записью результата взвешивания до первого десятичного знака помещают в стакан вместимостью 250 см^3, растворяют в 90 см^3 дистиллированной воды, не содержащей углекислого газа, приготовленной по ГОСТ 4517 (пункт 2.38), тщательно перемешивают. Электроды pH-метра погружают в приготовленный раствор и измеряют pH раствора при температуре (20 ± 2) °С.

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

7.12.6 Обработка результатов

Результаты измерений записывают до второго десятичного знака.

За окончательный результат определения pH водной суспензии принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $X_{11_{ср}}$, ед. pH, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,10 ед. pH.

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

Границы абсолютной погрешности метода определения pH растворов пищевых пирофосфатов ± 0,1 ед. pH при P = 95 %.

7.13 Определение массовой доли фторидов

Ион-селективный электродный метод основан на прямом потенциометрическом измерении содержания фторид-иона с использованием фторидного электрода.

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

Весы со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,3 мг, и с погрешностью от нелинейности не более ± 0,6 мг.

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

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

pH-метр-милливольтметр-иономер с погрешностью измерения не более 0,05 ед. pH/0,25 мВ.

Электрод фторидселективный с нижним пределом обнаружения иона-фтора не менее 0,02 мг/дм^3.

Электрод стеклянный лабораторный.

Электрод вспомогательный лабораторный хлорсеребряный.

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

Мешалка магнитная.

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

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

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

Емкость полиэтиленовая вместимостью 1000 см^3.

Колбы 2—100(1000)—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 2—2—5(20) по ГОСТ 29169.

Пипетки 1—2—2—1(5, 10) по ГОСТ 29227.

Бумага полулогарифмическая по ГОСТ 334.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463, х. ч.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Натрий лимоннокислый по ГОСТ 22280, х. ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.13.2 Отбор проб — по 7.1.

7.13.3 Условия проведения анализа — по 7.3.3.

7.13.4 Подготовка к анализу

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

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

2,21 г фтористого натрия помещают в пластмассовый химический стакан вместимостью 500 $см^3$, добавляют 200 $см^3$ дистиллированной воды и перемешивают до растворения. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Раствор хранят в полимерной емкости с плотно закрытой пробкой при температуре (20 ± 2) °С — не более 6 мес.

7.13.4.3 Приготовление стандартного раствора фтористого натрия, содержащего $5 \cdot 10^{-3}$ мг фторида (F^-) в 1 $см^3$

Стандартный раствор фтористого натрия по 7.13.4.2 в объеме 5 $см^3$, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, разбавляют дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа.

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

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

7.13.4.6 Приготовление раствора трилона Б

74,4 г трилона Б растворяют в 400 $см^3$ — 500 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, объем доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Срок хранения при температуре (20 ± 2) °С — не более 6 мес.

7.13.4.7 Приготовление раствора лимоннокислого натрия

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

Срок хранения при температуре (20 ± 2) °С — не более 6 мес.

7.13.5 Построение градуировочного графика

Электроды и pH-метр-милливольтметр-иономер подготавливают в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

Для построения градуировочного графика в шесть пластмассовых химических стаканов вместимостью 150 $см^3$ вносят соответственно по 1; 2; 3; 5; 10; 15 $см^3$ свежеприготовленного стандартного раствора фтористого натрия по 7.13.4.3, добавляют по 50 $см^3$ дистиллированной воды, 5 $см^3$ раствора соляной кислоты по 7.13.4.4, 10 $см^3$ раствора лимоннокислого натрия по 7.13.4.7, 10 $см^3$ раствора трилона Б по 7.13.4.6 и перемешивают. Каждый раствор количественно переносят в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$, разбавляют дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученные растворы содержат $5{,}0 \cdot 10^{-5}$; $1{,}0 \cdot 10^{-4}$; $1{,}5 \cdot 10^{-4}$; $2{,}5 \cdot 10^{-4}$; $5{,}0 \cdot 10^{-4}$; $7{,}5 \cdot 10^{-4}$ мг фторида в 1 $см^3$ соответственно.

В пластмассовые стаканы вместимостью 100 $см^3$ вносят по 50 $см^3$ каждого приготовленного раствора и замеряют потенциал растворов с использованием рекомендованного ион-селективного электрода.

В ходе измерений растворы постоянно перемешивают, используя магнитную мешалку. Показания милливольтметра регистрируют через 3 мин после погружения электродов. Перед каждым измерением электроды тщательно промывают дистиллированной водой и осторожно высушивают впитывающей бумагой. Все измерения проводят при температуре растворов (25 ± 1) °С. Измерение электродного потенциала каждого раствора выполняют не менее трех раз. За результат принимают среднее значение электродного потенциала.

На основании полученных результатов строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс с логарифмическими делениями массовые концентрации фторид-иона (мг/$см^3$), а на оси ординат значения потенциала в милливольтах.

Градуировочный график необходимо проверять каждый раз перед работой по двум-трем градуировочным растворам.

7.13.6 Проведение анализа

Взвешивают 1,5 г пробы пищевого пирофосфата с записью результата до третьего десятичного знака, помещают в стеклянный химический стакан вместимостью 150 см^3, добавляют 10 см^3 дистиллированной воды, 20 см^3 раствора соляной кислоты по 7.13.4.4. Смесь постоянно перемешивают, затем быстро кипятят в течение 1 мин.

Полученный раствор сразу же количественно переносят в пластмассовый химический стакан вместимостью 100 см^3 и охлаждают в ледяной воде. К охлажденному раствору добавляют 15 см^3 раствора лимоннокислого натрия по 7.13.4.7, 10 см^3 раствора трилона Б по 7.13.4.6 и перемешивают.

Определяют значение pH полученного раствора. При отклонении от требуемого значения (5,5 ± 0,1) ед. pH проводят корректировку добавлением раствора соляной кислоты по 7.13.4.4 или раствора гидроокиси натрия по 7.13.4.5.

Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают. В пластмассовый химический стакан помещают 50 см^3 данного раствора и замеряют электродный потенциал, как описано в 7.13.5. По градуировочному графику находят массовую долю фторид-иона в растворе.

7.13.7 Обработка результатов

Массовую долю (содержание) фторида (F^-) X_{12}, млн$^{-1}$ (мг/кг), вычисляют по формуле

$$X_{12} = \frac{CV1000}{m}, \qquad (9)$$

где C — массовая доля фторида в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мг/см^3;

V — вместимость мерной колбы, см^3; (100 см^3);

1000 — коэффициент пересчета граммов в килограммы;

m — масса анализируемой пробы по 7.13.6, г.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{12_{ср.}}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 2,00 млн$^{-1}$ (мг/кг).

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 4,00 млн$^{-1}$ (мг/кг).

Границы абсолютной погрешности метода определения массовой доли фторида ± 3,0 млн$^{-1}$ (мг/кг) при P = 95 %.

7.14 Определение токсичных элементов:

- свинца — по ГОСТ Р 51301, ГОСТ 26932, ГОСТ 30178;
- мышьяка — по ГОСТ Р 51766, ГОСТ Р 51962, ГОСТ 26930.

8 Транспортирование и хранение

8.1 Пищевые пирофосфаты перевозят в крытых транспортных средствах всеми видами транспорта в соответствии с правилами транспортирования грузов, действующими на соответствующих видах транспорта.

8.2 Пищевые пирофосфаты хранят в упаковке изготовителя при температуре не более 18 °С и относительной влажности не более 40 % в крытых складских помещениях.

8.3 Срок годности пищевых пирофосфатов не ограничен при условии проверки пригодности пищевых пирофосфатов для использования при хранении по показателям качества и безопасности, предусмотренным настоящим стандартом, не реже одного раза в год.

Библиография

[1] СанПиН 2.3.2.1293—2003 Гигиенические требования по применению пищевых добавок с дополнениями и изменениями

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

* Действует на территории Таможенного союза.

УДК 663.05:006.354 ОКС 67.220.20 Н91 ОКП 91 5423
91 4550

Ключевые слова: пищевая добавка, пищевые полифосфаты, показатели качества и безопасности, упаковка, маркировка, правила приемки, методы контроля, транспортирование, хранение

Редактор *Е.В. Никулина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 11.07.2013. Подписано в печать 25.07.2013. Формат 60x84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 3,26.
Уч.-изд. л. 2,70. Тираж 123 экз. Зак. 806.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru