ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54979— 2012

Добавки пищевые

МЕТОДЫ ИДЕНТИФИКАЦИИ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ЙОДСОДЕРЖАЩЕГО ИНГРЕДИЕНТА В ЛАКТАТСОДЕРЖАЩИХ ПИЩЕВЫХ ДОБАВКАХ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

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 Всероссийским научно-исследовательским институтом 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 10 сентября 2012 г. № 284-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «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, 2012

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Отбор проб 2
4 Требования безопасности 2
5 Условия проведения анализа 3
6 Идентификация йодид-ионов 3
7 Определение массовой доли йодистого калия 4

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Добавки пищевые

МЕТОДЫ ИДЕНТИФИКАЦИИ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ЙОДСОДЕРЖАЩЕГО ИНГРЕДИЕНТА В ЛАКТАТСОДЕРЖАЩИХ ПИЩЕВЫХ ДОБАВКАХ

Food additives. Methods for identification and determination of mass fraction of iodine-containing ingredient in the lactate-containing food additives

Дата введения — 2013—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на комплексные лактатсодержащие пищевые добавки на основе пищевой молочной кислоты (Е270), ее производных (лактатов) и йодистого калия в виде водных растворов (далее — пищевые добавки) и устанавливает качественный метод идентификации присутствия йодид-иона и метод определения массовой доли йодистого калия, основанный на прямом титровании азотнокислым серебром в присутствии адсорбционного индикатора.

Диапазон определяемых массовых долей йодистого калия в пищевых добавках в интервале от 0,0045 % до 0,0450 %.

Требования к показателю массовой доли йодистого калия, определяемому по настоящему стандарту, устанавливаются в нормативных документах на конкретные пищевые добавки.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

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

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

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

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

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

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 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 4197—74 Реактивы. Натрий азотистокислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

Издание официальное

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 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

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

ГОСТ 25794.3—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по 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 Отбор проб

3.1 Пробы пищевых добавок отбирают в защищенном от пыли и влаги месте и предохраняют от случайного загрязнения.

3.2 Для проведения анализа от каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку, проводят отбор мгновенных проб равными порциями из верхнего, нижнего и среднего слоев и составляют суммарную пробу.

3.3 Для отбора мгновенных проб используют пробоотборники, изготовленные из материалов, инертных по отношению к пищевой добавке. Мгновенные пробы помещают в чистую сухую стеклянную или полимерную емкость и тщательно перемешивают.

3.4 Объем полученной суммарной пробы должен быть не менее 1,0 $дм^3$.

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

3.6 Пробу в одной емкости опечатывают, пломбируют и оставляют для повторного анализа в случае возникновения разногласий в оценке величины массовой доли йодистого калия в пищевой добавке.

Пробу во второй емкости используют для анализа.

3.7 Емкости с пробами снабжают этикетками, на которых должно быть указано:

- наименование пищевой добавки;
- наименование и место нахождения изготовителя;
- номер партии;
- масса нетто партии;
- число упаковочных единиц в партии;
- дата изготовления;
- дата отбора проб;
- срок годности;
- условия хранения;
- фамилии лиц, проводивших отбор пробы;
- обозначение нормативного документа на пищевую добавку.

4 Требования безопасности

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

4.2 Помещение, где проводят работы с реактивами, должно быть оснащено приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

4.3 Организация обучения работающих требованиям безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

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

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

5 Условия проведения анализа

При подготовке и проведении идентификации и определения массовой доли йодистого калия должны быть соблюдены следующие условия:

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

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

Все операции с реактивами проводят в вытяжном шкафу.

6 Идентификация йодид-ионов

6.1 Сущность метода

Метод основан на качественном определении присутствия йодид-ионов в пищевой добавке по реакции с азотнокислым серебром с образованием желтого осадка иодида серебра (способ 1) или по реакции окисления йодид-ионов азотнокислым натрием до свободного йода (способ 2).

6.2 Средства измерений, посуда, реактивы

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

Стаканы В(Н)-1—25 ТХС, В(Н)-1—250 ТХС по ГОСТ 25336.

Пробирки П1(2)-14—150 ХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 1—2—2—1, 1—2—2—5 по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1—100—1 по ГОСТ 1770.

Палочка стеклянная.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х. ч.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, х. ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, ч.

Хлороформ, массовой долей основного вещества не менее 99,5 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.3 Подготовка к анализу

6.3.1 Раствор азотнокислого серебра массовой долей 2 % готовят растворением 2,0 г азотнокислого серебра в 98 $см^3$ дистиллированной воды в стакане вместимостью 250 $см^3$.

Раствор хранят в стеклянной посуде из темного стекла, срок хранения при температуре (20 ± 2) °С — не более одного года.

6.3.2 Раствор азотной кислоты плотностью от 1,193 $г/см^3$ до 1,200 $г/см^3$ готовят разбавлением концентрированной азотной кислоты дистиллированной водой по ГОСТ 4517 (пункт 2.89).

6.3.3 Раствор крахмала растворимого массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4517 (пункт 2.90).

6.3.4 Раствор азотистокислого натрия массовой долей 10 % готовят растворением 10,0 г азотистокислого натрия в 90 $см^3$ дистиллированной воды в стакане вместимостью 250 $см^3$.

Раствор хранят в стеклянной посуде с притертой пробкой, срок хранения при температуре (20 ± 2) °С — не более 3 мес.

6.3.5 Приготовление раствора серной кислоты

В стакан вместимостью 250 $см^3$ вносят цилиндром 100 $см^3$ дистиллированной воды и осторожно при перемешивании вливают 20,0 г концентрированной серной кислоты плотностью 1,84 $г/см^3$.

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

6.4 Проведение анализа

6.4.1 Способ 1. В пробирку пипеткой вносят 5 $см^3$ пробы пищевой добавки, добавляют 1 $см^3$ раствора азотной кислоты по 6.3.2 и 1 $см^3$ раствора азотнокислого серебра по 6.4.1 и встряхивают. Обра-

зование желтого осадка йодистого серебра подтверждает присутствие йодид-ионов в пищевой добавке.

6.4.2 Способ 2. В пробирку пипеткой вносят 5 $см^3$ пробы пищевой добавки, добавляют 0,4 $см^3$ раствора серной кислоты по 6.4.5, 0,4 $см^3$ раствора азотистокислого натрия по 6.4.4, 2 $см^3$ хлороформа или 0,5 $см^3$ раствора крахмала растворимого по 6.3.3 и встряхивают. Выделившийся йод окрашивает слой хлороформа в красно-фиолетовый цвет, при использовании крахмала наблюдается синее окрашивание раствора, что подтверждает присутствие йодид-ионов в пищевой добавке.

7 Определение массовой доли йодистого калия

7.1 Метод основан на взаимодействии йодистого калия, содержащегося в пищевой добавке, с азотнокислым серебром с образованием нерастворимого осадка йодистого серебра и заключается в титровании пробы раствором азотнокислого серебра в присутствии индикатора эозина Н, который адсорбируется на поверхности коллоидных частиц осадка. Процесс адсорбции сопровождается характерным изменением цвета поверхности осадка от желтого к розовому вблизи точки эквивалентности.

7.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда, реактивы

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

Стаканчик СВ-34/12 ТХС по ГОСТ 25336.

Колба $К_н$-1—250 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр —100—1 по ГОСТ 1770.

Колба 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Бюретки I—1—1—1—0,01, I—1—1—2—0,01, I—1—1—5—0,01, I—1—1—10—0,02 по ГОСТ 29251.

Пипетка 1—2—2—1 по ГОСТ 29227.

Стаканы В(Н)-1—50 ТХС, В(Н)-1—250 ТХС по ГОСТ 25336.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х. ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

Эозин Н (индикатор).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.3 Подготовка к анализу

7.3.1 Раствор гидроокиси натрия массовой долей 1 % готовят растворением 1 г гидроокиси натрия в 99 $см^3$ дистиллированной воды, не содержащей углекислоты, по ГОСТ 4517 (пункт 2.38), в стакане вместимостью 250 $см^3$ или из раствора гидроокиси натрия массовой долей 50 % по ГОСТ 4517 (пункт 2.102).

7.3.2 Раствор эозина Н массовой долей 0,5 % готовят растворением 0,5 г эозина Н в 100 $см^3$ раствора гидроокиси натрия массовой долей 1 % по 7.3.1.

Раствор используют свежеприготовленным.

7.3.3 Раствор азотной кислоты массовой долей 25 % готовят по ГОСТ 4517 (пункт 2.89).

7.3.4 Приготовление раствора азотнокислого серебра молярной концентрации $c(AgNO_3) = 0,02$ моль/$дм^3$

3,4 г азотнокислого серебра помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют дистиллированную воду до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора в посуде из темного стекла при температуре (20 ± 2) °С — не более одного года.

Коэффициент поправки раствора азотнокислого серебра молярной концентрации $c(AgNO_3) = 0,02$ моль/$дм^3$ определяют по ГОСТ 25794.3 (2.2.3).

7.4 Проведение анализа

50,000 г анализируемой пробы помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, добавляют 30 $см^3$ дистиллированной воды, 0,3 $см^3$ раствора эозина Н по 7.3.2, две-три капли раствора азотной кислоты по 7.3.3 и титруют раствором азотнокислого серебра по 7.3.4 до перехода окраски от желтой к розовой и помутнения раствора.

7.5 Обработка результатов

7.5.1 Массовую долю йодистого калия в пищевой добавке X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{VK0{,}00332}{m} 100, \quad (1)$$

где V — объем раствора азотнокислого серебра молярной концентрации $c(AgNO_3) = 0{,}02$ моль/дм^3, израсходованный на титрование пробы, см^3;

K — коэффициент поправки раствора азотнокислого серебра молярной концентрации $c(AgNO_3) = 0{,}02$ моль/дм^3, определенной по 7.3.4;

0,00332 — масса йодистого калия, соответствующая 1 см^3 раствора азотнокислого серебра молярной концентрации $c(AgNO_3) = 0{,}02$ моль/дм^3, г;

m — масса анализируемой пробы по 7.4, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты.

Вычисления проводят с записью результата до пятого десятичного знака.

7.5.2 За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений массовой доли йодистого калия в пищевой добавке $X_{ср}$, %, округленное до четвертого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: относительное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при $P = 95$ %, не превышает предела повторяемости r, приведенного в таблице 1.

$$\frac{|X_1 - X_2|}{X_{ср}} 100 \le r, \quad (2)$$

где X_1, X_2 — значения массовой доли йодистого калия в пищевой добавке, полученное в результате двух параллельных определений, %;

$X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений массовой доли йодистого калия в пищевой добавке, %;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

r — значение повторяемости (сходимости), % (см. таблицу 1).

7.5.3 Относительное значение разности между результатами двух параллельных определений массовой доли йодистого калия в пищевой добавке, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 95$ %, не должно превышать предела воспроизводимости R, приведенного в таблице 1.

$$\frac{|X_1 - X_2|}{X_{ср}} 100 \le R, \quad (3)$$

где X_1, X_2 — массовые доли йодистого калия в пищевой добавке, полученные в результате двух определений, выполненных в условиях воспроизводимости (в двух разных лабораториях), %;

$X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений массовой доли йодистого калия в пищевой добавке, выполненных в условиях воспроизводимости (в двух разных лабораториях), %;

R — значение предела воспроизводимости, % отн. (см. таблицу 1).

Числовые значения результата измерений и границ, в которых находится абсолютная погрешность измерений, должны оканчиваться цифрой одного и того же разряда.

7.5.4 Результат анализа представляют в виде

$$X_{ср} \pm 0{,}01\delta X_{ср} \text{ при } P = 95\ \%, \quad (4)$$

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений массовой доли йодистого калия в пищевой добавке, признанных приемлемыми по 7.5.2, %;

δ — границы относительной погрешности метода определения массовой доли йодистого калия в пищевой добавке, % отн. (см. таблицу 1).

7.5.5 Диапазон измерений и значения пределов повторяемости r, воспроизводимости R и точности δ определения массовой доли йодистого калия в пищевой добавке приведены в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерения массовой доли йодистого калия, %	Предел повторяемости (сходимости) r, % отн. при P = 95 %	Предел воспроизводимости R, % отн. при P = 95 %	Границы относительной погрешности $\pm \delta$, % при P = 95 %
От 0,0045 до 0,0450	10,0	12,0	10,0

УДК 663.05:006.354 ОКС 67.220.20 Н09

Ключевые слова: комплексные лактатсодержащие пищевые добавки, метод идентификации йодид-ионов, метод определения массовой доли йодсодержащего ингредиента

Редактор *М.Е. Никулина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 20.11.2012. Подписано в печать 22.11.2012. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,80. Тираж 170 экз. Зак. 1047.

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