ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54626— 2011

Добавки пищевые

НАТРИЯ АЦЕТАТЫ Е262

Общие технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации 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 8 декабря 2011 г. № 765-ст

4 В настоящем стандарте учтены требования Кодекса Алиментариус «Пищевые добавки и контаминанты», Директивы 2008/84/ЕС

5 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, 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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Классификация . . . 3
4 Общие технические требования . . . 3
4.1 Характеристики . . . 3
4.2 Требования к сырью . . . 4
4.3 Упаковка . . . 4
4.4 Маркировка . . . 5
5 Требования безопасности . . . 5
6 Правила приемки . . . 5
7 Методы контроля . . . 7
7.1 Отбор проб . . . 7
7.2 Определение органолептических показателей . . . 7
7.3 Тест на натрий-ион . . . 8
7.4 Тест на калий-ион . . . 9
7.5 Тест на ацетат-ион . . . 9
7.6 Тест на нагревание . . . 10
7.7 Тест на щелочную реакцию зольного остатка . . . 10
7.8 Определение массовой доли ацетата натрия . . . 11
7.9 Определение массовой доли уксусной кислоты . . . 12
7.10 Определение массовой доли потерь при высушивании . . . 13
7.11 Определение массовой доли воды . . . 14
7.12 Определение pH водного раствора . . . 14
7.13 Тест на кислотность и щелочность . . . 15
7.14 Тест на муравьиную кислоту и окисляющиеся примеси . . . 16
7.15 Тест на альдегиды . . . 16
7.16 Определение токсичных элементов . . . 17
8 Транспортирование и хранение . . . 18
Библиография . . . 19

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Добавки пищевые

НАТРИЯ АЦЕТАТЫ Е262

Общие технические условия

Food additives. Sodium acetates E262.
General specifications

Дата введения — 2013—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку ацетаты натрия Е262, представляющую собой натриевую соль уксусной кислоты (i) и молекулярное соединение натриевой соли уксусной кислоты и уксусной кислоты (ii) (далее — пищевые ацетаты натрия) и предназначенную для использования в пищевой промышленности.

Требования, обеспечивающие безопасность пищевых ацетатов натрия, 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 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 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

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 12.1.005—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 12.4.011—89 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

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

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

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 4147—74 Реактивы. Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4201—79 Реактивы. Натрий углекислый кислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

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

ГОСТ 5100—85 Сода кальцинированная техническая. Технические условия

ГОСТ 5817—77 Реактивы. Кислота винная. Технические условия

ГОСТ 5823—78 Реактивы. Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 6341—75 Реактивы. Кислота янтарная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 6968—76 Кислота уксусная лесохимическая. Технические условия

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

ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 11078—78 Натр едкий очищенный. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13512—91 Ящики из гофрированного картона для кондитерских изделий. Технические условия

ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов

ГОСТ 14870—77 Продукты химические. Методы определения воды

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 17444—76 Реактивы. Методы определения основного вещества азотсодержащих органических соединений и солей органических кислот

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

ГОСТ 18481—81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия

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

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

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

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 ацетаты натрия (Е262) подразделяют:

- на Е262(i), ацетат натрия;
- на Е262(ii), диацетат натрия.

Обозначения, наименования, химические названия, формулы и молекулярные массы пищевых ацетатов натрия приведены в таблице 1.

Таблица 1

Обозначение и наименование	Химическое название	Формула	Молекулярная масса, а. е. м.
Е262(i) ацетат натрия (Sodium acetate)	Натрий уксуснокислый	$C_2H_3O_2Na$ (безводный)	82,03
	Натрий уксуснокислый 3-водный	$C_2H_3O_2Na \cdot 3H_2O$ (тригидрат)	136,08
Е262(ii) диацетат натрия (Sodium diacetate)	Натрий уксуснокислый, кислый	$C_4H_7O_4Na$ (безводный)	142,09

4 Общие технические требования

4.1 Характеристики

4.1.1 Пищевые ацетаты натрия вырабатывают в соответствии с требованиями настоящего стандарта и применяют в соответствии с нормативными правовыми актами Российской Федерации*.

4.1.2 Пищевые ацетаты натрия гигроскопичны, хорошо растворимы в воде, растворимы в этаноле.

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

Таблица 2 — Органолептические показатели

Наименование показателя	Характеристика показателя	
	Е262(i)	Е262(ii)
Внешний вид и цвет	Безводный: белый порошок или гранулы Тригидрат: бесцветные прозрачные кристаллы, белый порошок или гранулы	Белая кристаллическая твердая масса
Запах	Без запаха или со слабым запахом уксусной кислоты	Запах уксусной кислоты

4.1.4 По физико-химическим показателям пищевой ацетат натрия Е262 (i) должен соответствовать требованиям, указанным в таблице 3, а пищевой диацетат натрия Е262(ii) — указанным в таблице 4.

---

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

Таблица 3 — Физико-химические показатели Е262(i)

Наименование показателя	Норма
Тест на натрий-ион	Выдерживает испытание
Тест на калий-ион	Выдерживает испытание
Тест на ацетат-ион	Выдерживает испытание
Тест на нагревание	Выдерживает испытание
Массовая доля ацетата натрия в высушенном пищевом ацетате натрия, %, не менее	98,5
Массовая доля потерь при высушивании, %, безводный, не более тригидрат	2,0 От 36,0 до 42,0 включ.
pH водного раствора ацетата натрия массовой долей 1 %, ед. pH	От 8,0 до 9,5 включ.
Тест на кислотность и щелочность	Выдерживает испытание

Таблица 4 — Физико-химические показатели Е262(ii)

Наименование показателя	Норма
Тест на натрий-ион	Выдерживает испытание
Тест на ацетат-ион	Выдерживает испытание
Тест на щелочную реакцию зольного остатка	Выдерживает испытание
Массовая доля ацетата натрия, %	От 58,0 до 60,0 включ.
Массовая доля уксусной кислоты, %	От 39,0 до 41,0 включ.
Массовая доля воды, %, не более	2,0
pH водного раствора диацетата натрия массовой долей 10 %, ед. pH	От 4,5 до 5,0 включ.
Тест на муравьиную кислоту и окисляющиеся примеси	Выдерживает испытание
Тест на альдегиды	Выдерживает испытание

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

4.2 Требования к сырью

4.2.1 Для производства пищевых ацетатов натрия используют следующее сырье:
- кислоту уксусную по ГОСТ 6968 или по ГОСТ 61;
- натр едкий очищенный по ГОСТ 11078;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328;
- натрий углекислый по ГОСТ 83;
- соду кальцинированную марки Б по ГОСТ 5100;
- натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201.

4.2.2 Допускается применение аналогичного отечественного и импортного сырья, соответствующего требованиям нормативных документов, обеспечивающих получение пищевых ацетатов натрия в соответствии с требованиями настоящего стандарта и разрешенных к применению в пищевой промышленности.

4.3 Упаковка

4.3.1 Пищевые ацетаты натрия упаковывают в продуктовые мешки из мешочных тканей по ГОСТ 30090, бумажные мешки открытые марок НМ и ПМ по ГОСТ Р 53361, ящики из гофрированного картона по ГОСТ 13512. Внутрь продуктовых мешков из мешочных тканей, бумажных мешков марки НМ, ящиков из гофрированного картона следует вставлять мешки-вкладыши по ГОСТ 19360 из пищевой полиэтиленовой нестабилизированной пленки марки Н толщиной не менее 0,08 мм по ГОСТ 10354.

---

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

Тип и размеры мешков, предельную массу упаковываемых пищевых ацетатов натрия устанавливает изготовитель.

4.3.2 Полиэтиленовые мешки-вкладыши после их заполнения заваривают или завязывают шпагатом из лубяных волокон по ГОСТ 17308 или двуниточным полированным шпагатом по документу, в соответствии с которым он изготовлен, так чтобы была обеспечена герметичность упаковки.

4.3.3 Верхние швы тканевых и бумажных мешков должны быть зашиты машинным способом льняными нитками по ГОСТ 14961 или другими нитками, обеспечивающими механическую прочность шва.

4.3.4 Допускается применение других видов тары и упаковочных средств, изготовленных из материалов, использование которых в контакте с пищевыми ацетатами натрия обеспечивает их качество и безопасность.

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 ацетаты натрия, 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 ацетатами натрия 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 по 8.3;
- условий хранения по 8.2;
- 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 Пищевой ацетат натрия нетоксичен, пожаро- и взрывобезопасен.

5.2 По степени воздействия на организм человека пищевой ацетат натрия в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относится к четвертому классу опасности, а пищевой диацетат натрия — к третьему классу опасности.

5.3 Пищевые ацетаты натрия действуют раздражающе на кожу и слизистые оболочки глаз и дыхательных путей. При работе с пищевыми ацетатами натрия необходимо использовать средства индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.011 и соблюдать правила личной гигиены.

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

5.5 Концентрация ацетата натрия в воздухе рабочей зоны не должны превышать предельно допустимой нормы 10 мг/м^3, диацетата натрия (по уксусной кислоте) — 5 мг/м^3. Контроль воздуха рабочей зоны осуществляет производитель в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

6 Правила приемки

6.1 Пищевые ацетаты натрия принимают партиями.

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

6.2 Документ, удостоверяющий качество и безопасность пищевых ацетатов натрия, должен содержать следующую информацию:

- наименование пищевой добавки и ее Е-номер;
- наименование и местонахождение (юридический адрес) изготовителя;

---

* Номер пищевой добавки в соответствии с Европейской системой кодификации.

- номер партии;
- дату изготовления;
- массу нетто;
- срок хранения;
- органолептические и физико-химические показатели качества фактические и по настоящему стандарту;
- показатели безопасности в соответствии с настоящим стандартом и определенные в 6.9;
- обозначение настоящего стандарта.

6.3 Для проверки соответствия пищевых ацетатов натрия требованиям настоящего стандарта проводят приемо-сдаточные испытания по качеству упаковки, правильности нанесения маркировки, массе нетто, органолептическим и физико-химическим показателям и периодические испытания по показателям безопасности.

6.4 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 5.

Таблица 5

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

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

6.6 Контроль массы нетто пищевых ацетатов натрия в каждой упаковочной единице, попавшей в выборку, проводят по разности массы брутто и массы упаковочной единицы, освобожденной от содержимого. Предел допускаемых отрицательных отклонений от номинальной массы нетто пищевых ацетатов натрия в каждой упаковочной единице — по 4.3.5.

6.7 Приемка партии пищевых ацетатов натрия по массе нетто, качеству упаковки и правильности маркировки упаковочных единиц

6.7.1 Партию принимают, если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто пищевых ацетатов натрия, меньше или равно приемочному числу (см. таблицу 5).

6.7.2 Если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто пищевых ацетатов натрия, больше или равно браковочному числу (см. таблицу 5), контроль проводят на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Партию принимают, если выполняются условия 6.7.1.

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

6.8 Приемка партии пищевых ацетатов натрия по органолептическим и физико-химическим показателям

6.8.1 Для контроля органолептических и физико-химических показателей от каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку в соответствии с требованиями таблицы 5, проводят отбор мгновенных проб и составляют суммарную пробу по 7.1.

6.8.2 При получении неудовлетворительных результатов по органолептическим и физико-химическим показателям хотя бы по одному из показателей проводят повторный контроль по этому показате-

лю 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.

6.8.3 Органолептические и физико-химические показатели пищевых ацетатов натрия в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты контроля распространяют только на пищевые ацетаты натрия в этой упаковке.

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

7 Методы контроля

7.1 Отбор проб

7.1.1 Для составления суммарной пробы пищевых ацетатов натрия из разных мест каждой упаковочной единицы, отобранной по 6.4, отбирают мгновенные пробы. Масса мгновенной пробы должна быть не более 100 г.

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

Мгновенные пробы отбирают с помощью пробоотборников или металлических трубок, изготовленных из материалов, инертных к пищевым ацетатам натрия, погружая пробоотборник в продукт не менее чем на 3/4 глубины.

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

Рекомендуемая масса суммарной пробы — 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 ее деревянными планками со скошенными ребрами ссыпают с двух противоположных сторон на середину так, чтобы образовался валик. Суммарную пробу с концов валика также ссыпают на середину стола, снова ее разравнивают слоем от 1,0 до 1,5 см в виде квадрата и планкой делят по диагонали на четыре треугольника. Две противоположные части пробы отбрасывают, а две оставшиеся соединяют, перемешивают и вновь делят на четыре треугольника. Деление повторяют необходимое число раз.

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

Емкость с первой частью 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 ацетатов натрия.

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

- наименование пищевой добавки и ее Е-номер;
- наименование и местонахождение изготовителя;
- номер партии;
- масса нетто партии;
- число упаковочных единиц в партии;
- дата изготовления;
- дата отбора проб;
- фамилии лиц, проводивших отбор пробы;
- обозначение настоящего стандарта.

7.2 Определение органолептических показателей

Метод основан на органолептическом определении внешнего вида, цвета и запаха пищевых ацетатов натрия.

7.2.1 Средства измерений, посуда, вспомогательное оборудование, материалы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,1 г.

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

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Лампы люминесцентные типа ЛД по ГОСТ 6825.

Стаканчик СВ 34/12 по ГОСТ 25336.

Бумага белая.

Пластинка стеклянная.

7.2.2 Отбор проб — по 7.1.

7.2.3 Условия проведения анализа

Помещение для проведения испытаний должно быть обеспечено приточно-вытяжной вентиляцией.

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.

7.2.4 Проведение анализа

7.2.4.1 Внешний вид и цвет пищевых ацетатов натрия определяют просмотром пробы массой 50 г, помещенной на лист белой бумаги или на стеклянную пластинку при рассеянном дневном свете или освещении люминесцентными лампами. Освещенность поверхности рабочего стола должна быть не менее 500 лк.

7.2.4.2 Для определения запаха пищевых ацетатов натрия чистый, без постороннего запаха стаканчик заполняют пробой на 2/3 объема, закрывают крышкой и выдерживают в течение 1 ч при температуре (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 по реакции с ацетатом цинк-уранила или по окрашиванию пламени в желтый цвет.

7.3.1 Средства измерений, вспомогательные оборудование и устройства, посуда, материалы, реактивы

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

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Горелка газовая.

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

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

Цилиндр 1—100—1 по ГОСТ 1770.

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

Палочка стеклянная.

Проволока из платины по ГОСТ 18389.

Воронка В-150—230 ХС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная марки Ф по ГОСТ 12026.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч. ледяная.

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, ч. д. а.

Уранил уксуснокислый 2-водный, массовой долей основного вещества не менее 99,0 %, ч. д. а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.3.2 Отбор проб — по 7.1.

7.3.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.3.4 Подготовка к анализу

7.3.4.1 Приготовление раствора уксуснокислого цинка

Уксуснокислый цинк массой 30,0 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и растворяют при температуре не выше 50 °С в 52 $см^3$ дистиллированной воды, содержащей 1,0 $см^3$ ледяной уксусной кислоты.

7.3.4.2 Приготовление раствора уксуснокислого уранила

Уксуснокислый уранил массой 10,0 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и растворяют при температуре не выше 50 °С в 54 $см^3$ дистиллированной воды, содержащей 1,7 $см^3$ ледяной уксусной кислоты.

7.3.4.3 Приготовление раствора ацетат цинк-уранила

Приготовленные по 7.3.4.1 и 7.3.4.2 растворы смешивают в стакане вместимостью 250 см^3 и оставляют на 24 ч, затем фильтруют через бумажный фильтр. Срок хранения раствора — 6 мес.

7.3.5 Проведение анализа

Способ 1. Пробу массой от 1,5 до 2,0 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды. К 1 см^3 раствора, помещенного в пробирку, добавляют пипеткой 5 см^3 раствора ацетата цинк-уранила, приготовленного по 7.3.4. Образование желтого кристаллического осадка тройной соли ацетата натрий-цинк-уранила подтверждает присутствие в растворе ионов натрия.

Способ 2. Петлю из платиновой проволоки, впаянную в стеклянную палочку, нагревают в пламени горелки и быстро вносят в пробу пищевого ацетата натрия, растертого в порошок. Анализируемое вещество, прилипшее к раскаленной проволоке, спекают в пламени горелки, затем на мгновение окунают в концентрированную соляную кислоту. Образующиеся при этом летучие хлористые соединения натрия окрашивают бесцветное пламя в характерный желтый цвет.

7.4 Тест на калий-ион

Метод основан на качественном определении отсутствия калий-ионов по реакции с гидротартратом натрия или по окрашиванию пламени.

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

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

Стакан В(Н)-1—250 ТХС по ГОСТ 25336.

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

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

Цилиндр 1—100—1 по ГОСТ 1770.

Проволока платиновая по ГОСТ 18389.

Горелка газовая.

Палочка стеклянная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Кислота винная по ГОСТ 5817, ч.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, ч.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.4.2 Отбор проб — по 7.1.

7.4.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.4.4 Подготовка к анализу

7.4.4.1 Раствор винной кислоты массовой долей 20 % готовят растворением 20,0 г винной кислоты в 80,0 см^3 дистиллированной воды. Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа.

7.4.4.2 Раствор уксуснокислого натрия массовой долей 10 % готовят растворением 10,0 г уксуснокислого натрия в 90,0 см^3 дистиллированной воды. Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа.

7.4.5 Проведение анализа

Способ 1. Анализируемую пробу массой от 1,5 до 2,0 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды. В пробирку пипеткой вносят 2 см^3 приготовленного раствора, добавляют 1 см^3 раствора винной кислоты по 7.4.4.1, 1 см^3 раствора уксуснокислого натрия по 7.4.4.2, 0,5 см^3 этилового ректификованного спирта и встряхивают. Отсутствие образования белого кристаллического осадка подтверждает отсутствие ионов калия.

Способ 2. При проведении испытания по 7.3.5 (способ 2) не должно наблюдаться окрашивания бесцветного пламени в фиолетовый цвет.

7.5 Тест на ацетат-ион

Метод основан на качественном определении ацетат-ионов по реакции образования этилацетата или по реакции с хлоридом железа (III).

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

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

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

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

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

Цилиндр 1—100—1 по ГОСТ 1770.

Палочка стеклянная.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.

Железо (III) хлорид 6-водный по ГОСТ 4147, ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.5.2 Отбор проб — по 7.1.

7.5.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.5.4 Подготовка к анализу

Раствор хлорида железа (III) массовой долей 3 % готовят растворением 3,0 г хлорида железа (III) в 97 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа.

7.5.5 Проведение анализа

Способ 1. Анализируемую пробу массой от 2,0 до 2,5 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды. В пробирку пипеткой вносят 2 $см^3$ приготовленного раствора, 2 $см^3$ концентрированной серной кислоты, 0,5 $см^3$ этилового спирта и осторожно нагревают до кипения. Образование этилацетата, определяемого по характерному запаху, подтверждает присутствие ацетат-ионов в пробе.

Способ 2. Анализируемую пробу массой от 2,0 до 2,5 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды. В пробирку пипеткой вносят 2 $см^3$ приготовленного раствора и 0,5 $см^3$ раствора хлорида железа (III) по 7.5.4.

Окрашивание раствора в красно-коричневый цвет, обусловленное образованием комплексных ионов гексаацетата железа (III), свидетельствует о наличии ацетат-ионов в пробе.

7.6 Тест на нагревание

Метод основан на медленном нагревании пищевого ацетата натрия Е262(i) до разложения и проводится с целью идентификации его гидратной формы.

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

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Щипцы тигельные.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.

Бумага универсальная индикаторная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.6.2 Отбор проб — по 7.1.

7.6.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.6.4 Проведение анализа

Анализируемую пробу пищевого ацетата натрия Е262(i) массой от 1,5 до 2,0 г помещают в фарфоровый тигель и медленно нагревают на электроплитке до разложения пробы.

Безводный пищевой ацетат натрия при нагревании постепенно плавится и затем разлагается, издавая неприятный запах ацетона. Раствор остатка должен давать щелочную реакцию по универсальной индикаторной бумаге.

Пищевой ацетат натрия тригидрат при нагревании быстро расплавляется, затем вода испаряется, и образуется порошок, который при дальнейшем нагревании плавится и разлагается, издавая неприятный запах ацетона. Раствор остатка должен давать щелочную реакцию по универсальной индикаторной бумаге.

7.7 Тест на щелочную реакцию зольного остатка

Метод основан на озолении пищевого диацетата натрия Е262(ii) и обработке полученной золы кислотой, сопровождающейся образованием газообразного соединения.

7.7.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

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

Электропечь камерная с диапазоном автоматического регулирования рабочей температуры от 400 °С до 1100 °С.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.

Пипетка 1—2—1—1 по ГОСТ 29227.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

7.7.2 Отбор проб — по 7.1.

7.7.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.7.4 Проведение анализа

Анализируемую пробу пищевого диацетата натрия Е262(ii) массой от 1,5 до 2,0 г помещают в фарфоровый тигель, предварительно прокаленный при температуре (650 ± 50) °С, осторожно обугливают на электроплитке до прекращения выделения дыма. Тигель с остатком помещают в электропечь при температуре 250 °С и озоляют, постепенно поднимая температуру до 700 °С. Минерализацию считают законченной, когда зола станет белой или слегка окрашенной, без обугленных частиц. После охлаждения золу в тигле обрабатывают 0,5 см^3 соляной кислоты плотностью 1,19 г/см^3.

Вспенивание зольного остатка свидетельствует о присутствии в нем щелочного металла.

7.8 Определение массовой доли ацетата натрия

Метод использует способность ацетата натрия, обладающего слабыми основными свойствами в водной среде, проявлять сильные основные свойства в среде органических растворителей и основан на титровании ацетата натрия хлорной кислотой в среде безводной уксусной кислоты в присутствии индикатора.

7.8.1 Средства измерений, посуда, реактивы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,0001 г.

Колба Кн-1—250—19/26 ТХС по ГОСТ 25336.

Бюретка I—1—2—50—0,1 по ГОСТ 29251.

Пипетки 2—2—20, 2—2—50 по ГОСТ 29169.

Стаканчик СВ 34/12 по ГОСТ 25336.

Капельница 2—50 ХС по ГОСТ 25336.

Трубка ТХ—П—1—13(17) по ГОСТ 25336.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч. ледяная.

Кислота хлорная, массовой долей основного вещества не менее 60,0 %, ч.

Кристаллический фиолетовый (индикатор).

Кальций хлорид обезвоженный, массовой долей основного вещества не менее 97,0 %, ч.

Кальций гидрофталат, массовой долей основного вещества 99,8 %—100,2 %, х. ч.

Натрий углекислый по ГОСТ 83, ч.

7.8.2 Отбор проб — по 7.1.

7.8.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.8.4 Подготовка к анализу

7.8.4.1 Уксуснокислый раствор хлорной кислоты молярной концентрации $c(HClO_4) = 0,1$ моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.3 (пункт 2.3).

Коэффициент поправки (K) уксуснокислого раствора хлорной кислоты молярной концентрации $c(HClO_4) = 0,1$ моль/дм^3 определяют по натрию углекислому или по калию фталевокислому кислому по ГОСТ 25794.3 (пункт 2.3.5).

7.8.4.2 Раствор в уксусной кислоте кристаллического фиолетового готовят по ГОСТ 4919.1.

7.8.5 Проведение анализа для Е262(i)

Анализируемую пробу, предварительно высушенную в соответствии с 7.10, массой 0,2 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в 40 см^3 уксусной кислоты, прибавляют 1—2 капли раствора индикатора по 7.8.4.2 и титруют раствором хлорной кислоты по 7.8.4.1 до перехода окраски раствора в зеленую. Цвет раствора при титровании меняется от фиолетового к синему, от синего к зеленому. Концом титрования считают переход от сине-зеленого к чисто-зеленому. При титровании бюретка, наполненная титрованным раствором хлорной кислоты, должна быть закрыта поглотительной трубкой с хлористым кальцием.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольное определение. Для этого в коническую колбу вместимостью 250 см^3 вносят 40 см^3 уксусной кислоты, 1—2 капли раствора индикатора и титруют раствором хлорной кислоты до перехода окраски раствора в зеленую.

7.8.6 Проведение анализа для Е262(ii)

Анализируемую пробу массой 0,5 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в 50 см^3 уксусной кислоты, прибавляют одну — две капли раствора индикатора по 7.8.4.2 и титруют раствором хлорной кислоты по 7.8.4.1 до перехода окраски раствора в зеленую.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольное определение. Для этого в коническую колбу вместимостью 250 см^3 вносят 50 см^3 уксусной кислоты, 1—2 капли раствора индикатора и титруют раствором хлорной кислоты до перехода окраски раствора в зеленую.

Допускается проводить определение методом потенциометрического титрования по ГОСТ 17444 (пункт 2.3.3).

7.8.7 Обработка результатов

Массовую долю ацетата натрия пищевого ацетата натрия Е262(i) и пищевого диацетата натрия Е262(ii) X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1)\,0{,}008203\,K \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где V — объем уксуснокислого раствора хлорной кислоты молярной концентрации $c(HClO_4)$ = = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование пробы, см^3;

V_1 — объем уксуснокислого раствора хлорной кислоты молярной концентрации $c(HClO_4)$ = = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование в контрольном определении, см^3;

0,008203 — масса ацетата натрия, соответствующая 1 см^3 раствора хлорной кислоты молярной концентрации $c(HClO_4)$ = 0,1 моль/дм^3, г;

K — коэффициент поправки уксуснокислого раствора хлорной кислоты молярной концентрации $c(HClO_4)$ = 0,1 моль/дм^3, определенный по 7.8.4.1;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса пробы по 7.8.5 [(для Е262(i)], 7.8.6 [для Е262(ii)], г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат определений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{1ср}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,3 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,6 %.

Границы абсолютной погрешности метода определения массовой доли ацетата натрия ± 0,4 % при P = 95 %.

7.9 Определение массовой доли уксусной кислоты

Метод основан на нейтрализации уксусной кислоты пищевого диацетата натрия Е262(ii) гидроокисью натрия в присутствии кислотно-основного индикатора.

7.9.1 Средства измерений, посуда, реактивы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,0001 г.

Бюретка I—1—2—50—0,1 по ГОСТ 29251.

Колба Кн-2—250 по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1—50—1, 1—100—1 по ГОСТ 1770.

Капельница 2—50ХС по ГОСТ 25336.

Стаканчик СВ 34/12 по ГОСТ 25336.

Воронка В—36—80 ХС по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Кислота янтарная по ГОСТ 6341, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Фенолфталеин (индикатор).

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.9.2 Отбор проб — по 7.1.

7.9.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.9.4 Подготовка к анализу

7.9.4.1 Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1. Коэффициент поправки водного раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3 определяют по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.2.3) по соляной, серной или янтарной кислоте.

7.9.4.2 Спиртовой раствор фенолфталеина готовят по ГОСТ 4919.1.

7.9.5 Проведение анализа

Анализируемую пробу пищевого диацетата натрия Е262(ii) массой 4 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды, добавляют 2-3 капли раствора фенолфталеина по 7.9.4.2 и титруют раствором гидроокиси натрия по 7.9.4.1 до появления неисчезающей розовой окраски раствора.

7.9.6 Обработка результатов

Массовую долю уксусной кислоты пищевого диацетата натрия Е262(ii) X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{VK \cdot 0{,}06005 \cdot 100}{m}, \quad (2)$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = 1 моль/дм^3, израсходованный на титрование пробы, см^3;

K — коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = = 1 моль/дм^3 по 7.9.4.1;

0,06005 — масса уксусной кислоты, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса пробы по 7.9.5, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат определений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{2ср}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,2 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,4 %.

Границы абсолютной погрешности метода определения массовой доли уксусной кислоты ± 0,3 % при P = 95 %.

7.10 Определение массовой доли потерь при высушивании

Метод основан на способности пищевого ацетата натрия Е262(i) освобождаться от летучих веществ при нагревании до температуры 120 °С.

Массовую долю потерь при высушивании определяют по разности массы пищевого ацетата натрия до и после высушивания.

7.10.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,0001 г.

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

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

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

Стаканчик СН 45/13 по ГОСТ 25336.

Эксикатор 2—250 по ГОСТ 25336.

Кальций хлорид обезвоженный, массовой долей основного вещества не менее 97,0 %, ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

7.10.2 Отбор проб — по 7.1.

7.10.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.10.4 Проведение анализа

Чистый пустой стаканчик для взвешивания сушат вместе с крышкой в открытом виде в сушильном шкафу при температуре (120 ± 2) °С в течение 30—40 мин. Стаканчик закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе с концентрированной серной кислотой или обезвоженным хлористым кальцием 40 мин и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака.

Анализируемую пробу пищевого ацетат натрия Е262(i) массой от 1 до 2 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака распределяют равномерным слоем по дну осторожным постукиванием стаканчика, помещают в открытом виде вместе с крышкой в сушильный шкаф и сушат при температуре (120 ± 2) °С в течение 4 ч. После этого стаканчик быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе 40 мин и взвешивают с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака.

7.10.5 Обработка результатов

Массовую долю потерь при высушивании пищевого ацетата натрия Е262(i) X_3, %, вычисляют по формуле

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

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

m_1 — масса стаканчика с пробой после высушивания, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m_2 — масса сухого стаканчика, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение $X_{3ср}$, %, двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{|X_{31} - X_{32}|}{X_{3ср}} 100 \le r, \quad (4)$$

где X_{31}, X_{32} — результаты двух параллельных определений массовой доли потерь при высушивании, %;

$X_{3ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений массовой доли потерь при высушивании, %;

r — значение предела повторяемости, приведенное в таблице 7.

Результат анализа представляют в виде

$$X_{3ср} \pm 0{,}01\delta X_{3ср}, \text{ при } P = 0{,}95, \quad (5)$$

где $X_{3ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, признанных приемлемыми, %;

δ — границы относительной погрешности измерений, %.

Предел повторяемости r и воспроизводимости R, а также показатель точности δ для диапазона определений массовой доли потерь при высушивании (см. таблицу 3) приведены в таблице 7.

Таблица 7

Предел повторяемости r, % отн., при $P = 0{,}95$, $n = 2$	Предел воспроизводимости R, % отн., при $P = 0{,}95$, $m = 2$	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\ \delta$, %, при $P = 0{,}95$
5,0	7,5	5,0

7.11 Определение массовой доли воды

7.11.1 Отбор проб — по 7.1.

7.11.2 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.11.3 Массовую долю воды пищевого диацетата натрия Е262(ii) определяют методом Фишера по ГОСТ 14870.

7.12 Определение pH водного раствора

Метод основан на потенциометрическом определении показателя активности ионов водорода раствора пищевого ацетата натрия Е262(i) массовой долей 1 % и раствора пищевого диацетата натрия Е262(ii) массовой долей 10 % путем измерения pH при помощи pH-метра со стеклянным электродом.

7.12.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

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

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

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

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 7.2.3.

7.12.4 Проведение анализа для Е262(i)

Анализируемую пробу массой 1,0 г 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 Проведение анализа для Е262(ii)

Анализируемую пробу массой 10,0 г 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 принимают среднеарифметическое значение двух параллельных измерений $X_{4ср}$, ед. pH, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,1 ед. pH.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,2 ед. pH.

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

7.13 Тест на кислотность и щелочность

Метод основан на нейтрализации свободной кислоты или свободной щелочи в пищевом ацетате натрия Е262(i) гидроокисью натрия или соляной кислотой в присутствии кислотно-основного индикатора.

7.13.1 Средства измерения, посуда, реактивы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,001 г.

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

Колба Кн-1—100—19/26 ТХС по ГОСТ 25336.

Бюретка I—1—2—2—0,01 по ГОСТ 29251.

Пипетка 2—2—2 по ГОСТ 29169.

Капельница 2—50 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—25—1 по ГОСТ 1770.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ Р 51652.

Фенолфталеин (индикатор).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.13.2 Отбор проб — по 7.1.

7.13.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.13.4 Подготовка к анализу

7.13.4.1 Дистиллированную воду, не содержащую углекислого газа, готовят по ГОСТ 4517 (пункт 2.38).

7.13.4.2 Спиртовой раствор фенолфталеина готовят по ГОСТ 4919.1.

7.13.4.3 Раствор соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1.

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

7.13.5 Проведение анализа

Анализируемую пробу пищевого ацетата натрия Е262(i) массой 1,20 г (безводная форма) или 2,0 г (тригидрат) помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в 20 см^3 дистиллирован-

ной воды, не содержащей углекислого газа, по 7.13.4.1, охлаждают раствор до температуры (10 ± 1) °С, добавляют две капли раствора фенолфталеина по 7.13.4.2 и перемешивают. Если при этом раствор остается бесцветным, его титруют раствором гидроокиси натрия по 7.13.4.4 до появления розовой окраски. Если же раствор окрашен в розовый цвет, то титруют раствором соляной кислоты по 7.13.4.3 до исчезновения розовой окраски.

Пищевой ацетат натрия Е262(i) выдерживает испытание, если объем раствора гидроокиси натрия или объем раствора соляной кислоты, израсходованные на титрование, не превышают 0,1 см^3.

7.14 Тест на муравьиную кислоту и окисляющиеся примеси

Метод основан на окислении муравьиной кислоты и других окисляющихся примесей пищевого диацетата натрия Е262(ii) бихроматом калия в кислой среде и на окислении не прореагировавшим бихроматом калия йодистого калия с образованием свободного йода, окрашивающего анализируемый раствор в коричневый цвет.

7.14.1 Средства измерений, посуда, реактивы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,001.

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

Часы песочные на 1 мин или секундомер.

Цилиндры 1(3)—10—1, 1(3)—50—1 по ГОСТ 1770.

Стаканы В(Н)-1—100 по ГОСТ 25336.

Пипетки 1—2—1—5, 1—2—1—10 по ГОСТ 29227.

Колба 1(2)—100—2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1—50—14/23 ТХС, Кн-1—50—19/26 ТХС по ГОСТ 25336.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.14.2 Отбор проб — по 7.1.

7.14.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.14.4 Подготовка к анализу

7.14.4.1 Раствор двухромовокислого калия молярной концентрации c ($1/6K_2Cr_2O_7$) = 0,1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.2.

7.14.4.2 Раствор йодистого калия готовят растворением йодистого калия массой 16,5 г, помещенного в стакан вместимостью 100 см^3, в 50 см^3 дистиллированной воды. Затем раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа.

7.14.5 Проведение анализа

Анализируемую пробу пищевого диацетата натрия Е262(ii) массой 2,50 г помещают в коническую колбу с притертой пробкой, вместимостью 50 см^3, растворяют в 5 см^3 дистиллированной воды, добавляют 2,5 см^3 раствора двухромовокислого калия по 7.14.4.1, 6 см^3 серной кислоты, перемешивают и оставляют на 1 мин. Затем вносят 20 см^3 дистиллированной воды, охлажденной до температуры (15 ± 1) °С, и 1 см^3 раствора йодистого калия по 7.14.4.2.

Пищевой диацетат натрия Е262(ii) выдерживает испытание при появлении в тот же момент светло-желтого или коричневого окрашивания раствора, что свидетельствует о присутствии муравьиной кислоты и других окисляющихся примесей не более, чем в следовых количествах.

7.15 Тест на альдегиды

Метод основан на дистилляции раствора пищевого диацетата натрия Е262(ii) и качественном определении альдегидов в дистилляте по реакции восстановления альдегидами хлорной ртути (II) ($HgCl_2$) до труднорастворимой хлористой ртути (I) (Hg_2Cl_2), определяемой визуально по помутнению анализируемого раствора.

7.15.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,001 г.

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

Ареометры общего назначения по ГОСТ 18481.
Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.
Электроплитка по ГОСТ 14919.
Колба К—1—25(50)—14/23 ТС по ГОСТ 25336.
Холодильник ХШ-1—100—14/23 ХС или ХПТ-1—100—14/23 ХС по ГОСТ 25336.
Каплеуловитель с отводной трубкой КО-14/23—60 ХС или прямой КП-14/23 ХС по ГОСТ 25336.
Соединительные элементы по ГОСТ 25336.
Цилиндры 1—10—1, 1—50—1, 1—100—1 по ГОСТ 1770.
Стакан В(Н)-1—100 ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.
Колбы 2—100—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.
Пипетки 1—2—1—5, 1—2—1—10 по ГОСТ 29227.
Универсальная индикаторная бумага.
Ртуть (II) хлорид, ч. д. а.
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.
Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.15.2 Отбор проб — по 7.1.

7.15.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.15.4 Подготовка к анализу

7.15.4.1 Установка для отгонки альдегидов состоит из круглодонной дистилляционной колбы, холодильника с каплеуловителем, приемника дистиллята, градуированного по объему, соединительных элементов для обеспечения герметичного соединения компонентов установки. Отгонку осуществляют при нагревании раствора исследуемой пробы.

7.15.4.2 Приготовление раствора хлорида ртути (II) ($HgCl_2$)

Хлорид ртути (II) массой 6,5 г помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, растворяют в 60 $см^3$ дистиллированной воды температурой (50 ± 5) °С, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора в емкости с притертой пробкой в защищенном от света месте — 1 мес.

7.15.4.3 Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации *с* (NaOH) = 1 моль/$дм^3$ готовят по ГОСТ 25794.1.

7.15.4.4 Раствор серной кислоты молярной концентрации *с* ($1/2H_2SO_4$) = 2 моль/$дм^3$ готовят по ГОСТ 25794.1 в колбе вместимостью 1000 $см^3$ разбавлением 58,0 $см^3$ серной кислоты плотностью 1,830 г/$см^3$ или 57,2 $см^3$ серной кислоты плотностью 1,835 г/$см^3$ дистиллированной водой до объема 1000 $см^3$ или из стандарт-титра молярной концентрации *с* ($1/2H_2SO_4$) = 0,1 моль/$дм^3$, переводя количественно содержимое двух ампул в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и добавляя дистиллированную воду до метки.

7.15.5 Проведение анализа

Анализируемую пробу пищевого диацетата натрия Е262(ii) массой 5,00 г вносят в дистилляционную колбу установки по 7.15.4.1, добавляют 10 $см^3$ дистиллированной воды для растворения пробы и несколько кусочков пористого стекла. Полученный раствор нагревают до кипения и осуществляют отгон альдегидов в приемник дистиллята.

К первым 5 $см^3$ дистиллята добавляют 10 $см^3$ раствора хлорида ртути (II) по 7.15.4.2 и раствор гидроокиси натрия по 7.15.4.3 до щелочной реакции среды по универсальной индикаторной бумаге, закрывают притертой пробкой и оставляют на 5 мин. Затем дистиллят подкисляют раствором серной кислоты по 7.15.4.4 до кислой реакции среды по универсальной индикаторной бумаге.

Пищевой диацетат натрия Е262(ii) выдерживает испытание, если раствор остается прозрачным или появляется только слабая мутность, что свидетельствует о присутствии альдегидов не более, чем в следовых количествах.

7.16 Определение токсичных элементов

7.16.1 Отбор проб — по 7.1.

7.16.2 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.16.3 Массовую долю свинца определяют по ГОСТ 26932. В случае возникновения разногласий используют арбитражный метод по ГОСТ 30178.

8 Транспортирование и хранение

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

8.2 Пищевые ацетаты натрия хранят в упаковке изготовителя при температуре не более 30 °С и относительной влажности воздуха не более 40 % в крытых складских помещениях.

8.3 Срок годности и условия хранения устанавливает изготовитель.

8.4 Рекомендуемый срок годности пищевого ацетата натрия Е262(i) — три года со дня изготовления, пищевого диацетата натрия Е262(ii) — два года со дня изготовления.

Библиография

[1] СанПиН 2.3.2.1293—2003 Гигиенические требования по применению пищевых добавок

УДК 663.05:006.354 ОКС 67.220.20 Н91 ОКП 91 1230

Ключевые слова: пищевая добавка, пищевые ацетаты натрия, показатели качества и безопасности, упаковка, маркировка, правила приемки, методы испытаний

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.Я. Митрофанова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 04.12.2012. Подписано в печать 13.02.2013. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,30. Тираж 220 экз. Зак. 161.

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