ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52824— 2007

Добавки пищевые

НАТРИЯ И КАЛИЯ ТРИФОСФАТЫ Е451

Технические условия

Издание официальное

БЗ 2—2008/529

Москва
Стандартинформ
2008

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 учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом пищевых ароматизаторов, кислот и красителей Российской академии сельскохозяйственных наук (ГУ ВНИИПАКК)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 154 «Пищевые кислоты, эссенции ароматические пищевые и ароматизаторы, красители пищевые синтетические»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 декабря 2007 г. № 451-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, 2008

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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Технические требования . . . 3
3.1 Характеристики . . . 3
3.2 Требования к сырью . . . 4
3.3 Упаковка . . . 4
3.4 Маркировка . . . 5
4 Требования безопасности . . . 5
5 Правила приемки . . . 5
6 Методы контроля . . . 6
6.1 Отбор проб . . . 6
6.2 Определение органолептических показателей . . . 7
6.3 Тест на натрий-ион . . . 8
6.4 Тест на калий-ион . . . 8
6.5 Тест на фосфат-ион . . . 9
6.6 Определение массовой доли основного вещества . . . 9
6.7 Определение массовой доли общей пятиокиси фосфора . . . 11
6.8 Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ . . . 14
6.9 Определение pH водного раствора . . . 15
6.10 Определение массовой доли потерь при высушивании . . . 16
6.11 Определение массовой доли потерь при прокаливании . . . 17
6.12 Определение массовой доли фторидов . . . 18
6.13 Определение массовой доли мышьяка . . . 18
6.14 Определение массовой доли свинца . . . 18
7 Транспортирование и хранение . . . 18
8 Рекомендации по применению . . . 18
Библиография . . . 19

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Добавки пищевые

НАТРИЯ И КАЛИЯ ТРИФОСФАТЫ Е451

Технические условия

Food additives. Sodium and potassium triphosphates E451. Specifications

Дата введения — 2009—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку Е451 трифосфаты, представляющую собой соли термической ортофосфорной кислоты: трифосфат натрия 5-замещенный (i) и трифосфат калия 5-замещенный (ii), (далее — пищевые трифосфаты натрия и калия) и предназначенную для использования в пищевой промышленности.

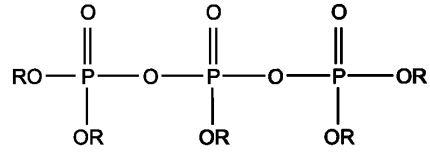
Е451(i) трифосфат натрия 5-замещенный:

безводный — $Na_5P_3O_{10}$, молекулярная масса 367,86;

гексагидрат — $Na_5P_3O_{10}\cdot 6H_2O$, молекулярная масса 475,94.

Е451(ii) трифосфат калия 5-замещенный: $K_5P_3O_{10}$, молекулярная масса 448,42.

Структурная формула:



где R — Na или K.

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы 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 51766—2001 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка

ГОСТ 8.579—2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к количеству фасованных товаров в упаковках любого вида при их производстве, расфасовке, продаже и импорте

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

Издание официальное

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

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2080—76 Натрий уксуснокислый технический. Технические условия

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

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3765—78 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 4143—78 Реактивы. Калий углекислый кислый. Технические условия

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

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

ГОСТ 4221—76 Реактивы. Калий углекислый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

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

ГОСТ 4525—77 Реактивы. Кобальт хлористый 6-водный. Технические условия

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

ГОСТ 4919.2—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов

ГОСТ 5100—85 Сода кальцинированная техническая. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 8515—75 Диаммонийфосфат. Технические условия

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

ГОСТ 9285—78 (ИСО 992—75, ИСО 995—75, ИСО 2466—73) Калия гидрат окиси технический. Технические условия

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

ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 10485—75 Реактивы. Методы определения содержания примеси мышьяка

ГОСТ 10678—76 Кислота ортофосфорная термическая. Технические условия

ГОСТ 10690—73 Калий углекислый технический (поташ). 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 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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. Метод 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 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

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 Технические требования

3.1 Характеристики

3.1.1 Пищевые трифосфаты натрия и калия вырабатывают в соответствии с требованиями настоящего стандарта, по технологическим регламентам или инструкциям, утвержденным в установленном порядке.

3.1.2 Пищевые трифосфаты натрия и калия слабо гигроскопичны и гигроскопичны, соответственно, хорошо растворимы в воде.

3.1.3 По органолептическим показателям пищевые трифосфаты натрия и калия должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Органолептические показатели

Наименование показателя	Характеристика показателя
Внешний вид	Гранулы или порошок
Цвет	Белый
Запах	Без запаха

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

Таблица 2 — Физико-химические показатели

Наименование показателя	Характеристика показателя
Тест на натрий-ион	Выдерживает испытание
Тест на калий-ион	Выдерживает испытание
Тест на фосфат-ион	Выдерживает испытание
Массовая доля основного вещества, %, не менее: Е451(i) безводный гексагидрат Е451(ii)	 85,0 65,0 85,0
Массовая доля общей пятиокиси фосфора (P_2O_5), % Е451(i) безводный гексагидрат Е451(ii)	 От 56,0 до 58,0 включ. От 43,0 до 45,0 включ. От 46,5 до 48,0 включ.
Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более Е451(i) безводный и гексагидрат Е451(ii)	 0,1 2,0

Окончание таблицы 2

Наименование показателя	Характеристика показателя
pH водного раствора с массовой долей пищевого трифосфата натрия и калия 1 % Е451(i) безводный и гексагидрат Е451(ii)	 От 9,1 до 10,1 включ. От 9,2 до 10,1 включ
Массовая доля потерь при высушивании, %, не более Е451(i) безводный гексагидрат	 0,7 23,5
Массовая доля потерь при прокаливании, %, не более Е451(ii)	 0,4

3.1.5 Показатели, обеспечивающие безопасность пищевых трифосфатов натрия и калия, должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 3.

Т а б л и ц а 3 — Показатели, обеспечивающие безопасность

Наименование показателя	Характеристика показателя
Массовая доля фторидов, мг/кг, не более Е451(i) Е451(ii)	 50,0 10,0
Массовая доля мышьяка, мг/кг, не более	3,0
Массовая доля свинца, мг/кг, не более	4,0

3.2 Требования к сырью

3.2.1 Для производства пищевых трифосфатов натрия и калия используют следующее сырье:

- термическую ортофосфорную кислоту марки А по ГОСТ 10678;
- едкий натр марки А по ГОСТ 11078;
- углекислый натрий по ГОСТ 83;
- углекислый кислый натрий по ГОСТ 4201;
- гидрат окиси калия по ГОСТ 9285;
- углекислый калий по ГОСТ 4221;
- углекислый кислый калий по ГОСТ 4143;
- кальцинированную соду марки Б по ГОСТ 5100;
- углекислый калий технический (поташ) по ГОСТ 10690.

3.2.2 Сырье должно обеспечивать качество и безопасность пищевых трифосфатов натрия и калия.

3.3 Упаковка

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

3.3.2 Полиэтиленовые мешки-вкладыши после их заполнения заваривают или завязывают шпагатом из лубяных волокон по ГОСТ 17308 или двуниточным полированным шпагатом по документу, в соответствии с которым он изготовлен.

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

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

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

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

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

3.4 Маркировка

3.4.1 На каждую упаковочную единицу с пищевыми трифосфатами натрия и калия наносят маркировку любым способом, обеспечивающим ее четкое обозначение, с указанием:

- наименования пищевой добавки и ее индекса*;
- наименования и местонахождения (юридический адрес) изготовителя;
- товарного знака изготовителя (при наличии);
- массы нетто;
- массы брутто;
- номера партии;
- даты изготовления;
- срока и условий хранения по 7.3 и 7.2;
- обозначения настоящего стандарта.

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

4 Требования безопасности

4.1 Пищевые трифосфаты натрия и калия не токсичны, пожаро- и взрывобезопасны.

4.2 По степени воздействия на организм человека пищевые трифосфаты натрия и калия в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относят к третьему классу опасности.

4.3 Работу с пищевыми трифосфатами натрия и калия необходимо проводить в специальной одежде, с использованием средств индивидуальной защиты при соблюдении правил личной гигиены.

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

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

5 Правила приемки

5.1 Пищевые трифосфаты натрия и калия принимают партиями.

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

5.2 Документ, удостоверяющий качество и безопасность пищевых трифосфатов натрия и калия, должен содержать следующую информацию:

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

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

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

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

---

* Индекс в соответствии с Европейской системой кодификации пищевых добавок.

Таблица 4

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

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

5.6 Контроль массы нетто пищевых трифосфатов натрия и калия 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 трифосфатов натрия и калия в каждой упаковочной единице — по 3.3.3.

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

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

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

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

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

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

5.8.2 При получении неудовлетворительных результатов по органолептическим и физико-химическим показателям хотя бы по одному из показателей проводят повторные испытания по этому показателю на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Результаты повторных испытаний являются окончательными и распространяются на всю партию.

При повторном получении неудовлетворительных результатов испытаний партию бракуют.

5.8.3 Органолептические и физико-химические показатели пищевых трифосфатов натрия и калия в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты испытания распространяют только на пищевые трифосфаты натрия и калия в этой упаковке

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

6 Методы контроля

6.1 Отбор проб

6.1.1 Для составления суммарной пробы пищевых трифосфатов натрия и калия из разных мест каждой упаковочной единицы, отобранной по 5.4, отбирают мгновенные пробы. Масса мгновенной пробы должна быть не более 100 г.

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

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

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

Масса суммарной пробы должна быть не менее 500 г.

6.1.2 Для уменьшения суммарной пробы до 500 г используют 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, и 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. Операцию повторяют до тех пор, пока масса суммарной пробы не достигнет 500 г.

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

Емкость с первой частью пробы используют для испытаний.

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

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

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

6.2 Определение органолептических показателей

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

6.2.1 Средства измерений, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания $\pm 0{,}01$ г.

Палочка стеклянная.

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

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

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

Бумага белая.

Стаканчик СВ — 34/12 по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.2.2 Отбор проб — по 6.1.

6.2.3 Условия проведения испытаний

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

6.2.4 Проведение испытаний

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

6.2.4.2 Для определения запаха готовят раствор массовой долей 2 % растворением навески пробы массой 2 г в 98 см^3 воды в стакане вместимостью 250 см^3. Чистый, без постороннего запаха стаканчик заполняют на $^1/_2$ объема приготовленным раствором. Стаканчик закрывают крышкой и выдерживают в течение 1 ч при температуре воздуха (20 ± 5) °С.

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

6.3 Тест на натрий-ион

Метод основан на качественном определении натрий-ионов.

6.3.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

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.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, ч.

6.3.2 Отбор проб — по 6.1.

6.3.3 Условия проведения испытаний — по 6.2.3.

6.3.4 Подготовка к испытанию

6.3.4.1 Приготовление раствора уксусной кислоты в соотношении 1 : 5

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

6.3.4.2 Приготовление раствора уранилацетата цинка массовой долей 5 %

Навеску уранилацетата цинка массой 2,5 г растворяют при нагревании в 42,5 $см^3$ дистиллированной воды и 5 $см^3$ разбавленной уксусной кислотой по 6.3.4.1.

6.3.4.3 Приготовление раствора соляной кислоты в соотношении 1 : 5

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

6.3.5 Проведение испытания

Способ 1. Навеску пробы массой от 1,0 до 1,5 г растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды. К 5 $см^3$ раствора добавляют пипеткой 1—2 $см^3$ разбавленной уксусной кислотой по 6.3.4.1, если необходимо, фильтруют, затем добавляют пипеткой 1 $см^3$ раствора уранилацетата цинка по 6.3.4.2. Образование желтого кристаллического осадка подтверждает присутствие в растворе ионов натрия.

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

6.4 Тест на калий-ион

Метод основан на качественном определении калий-ионов.

6.4.1 Средства измерений, материалы и реактивы

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

Пипетки 2-2-1-5(10) по ГОСТ 29227.

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, ч.д.а.

6.4.2 Отбор проб — по 6.1.

6.4.3 Условия проведения испытаний — по 6.2.3.

6.4.4 Подготовка к испытанию

6.4.4.1 Приготовление раствора гексанитрокобальтата натрия с массовой долей 5 %

Навеску гексанитрокобальтата натрия массой 5,0 г с записью взвешивания до первого десятичного знака растворяют в 95,0 $см^3$ дистиллированной воды и оставляют на 12 ч. При необходимости раствор фильтруют через плотный обеззоленный фильтр.

6.4.5 Проведение испытания

Способ 1. Навеску пробы массой от 1,0 до 1,5 г растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды. К 2 $см^3$ приготовленного раствора добавляют пипеткой 1 $см^3$ раствора винной кислоты, 1 $см^3$ раствора уксуснокислого натрия с массовой долей 5 %, приготовленного по ГОСТ 4517, 0,5 $см^3$ спирта этилового ректификованного из пищевого сырья (96 %) и встряхивают. Постепенное образование белого кристаллического осадка подтверждает присутствие в растворе ионов калия.

Способ 2. Навеску пробы массой от 1,0 до 1,5 г растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды. К 2 $см^3$ приготовленного раствора добавляют пипеткой 0,5 $см^3$ разведенной уксусной кислоты по 6.3.4.1, 0,5 $см^3$ раствора гексанитрокобальтата натрия с массовой долей 5 % по 6.4.4.1. Образование желтого кристаллического осадка подтверждает присутствие в растворе ионов калия.

6.5 Тест на фосфат-ион

Метод основан на качественном определении фосфат-ионов.

6.5.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

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.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ч.

Кислота молибденовая массовой долей основного вещества 85 %.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, ч.

Емкость из темного стекла.

6.5.2 Отбор проб — по 6.1.

6.5.3 Условия проведения испытаний — по 6.2.3.

6.5.4 Подготовка к испытанию

6.5.4.1 Приготовление раствора молибденовокислого аммония

Навеску тонко измельченной в порошок молибденовой кислоты (85 %) массой 6,5 г растворяют в смеси 14 $см^3$ воды и 14,5 $см^3$ раствора аммиака массовой долей 10 %, приготовленного по ГОСТ 4517. Раствор охлаждают до комнатной температуры и медленно добавляют при перемешивании к смеси 32 $см^3$ азотной кислоты и 40 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор хранят в емкости из темного стекла. Если во время хранения образуется осадок, то для анализа используют только раствор над осадком.

6.5.4.2 Приготовление раствора азотнокислого серебра

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

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

6.5.5 Проведение испытания

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

Способ 2. Навеску пробы массой от 1,0 до 1,5 г растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды. К 5 $см^3$ раствора добавляют пипеткой 1 $см^3$ раствора азотнокислого серебра. К образовавшемуся осадку желтого цвета добавляют от 1,6 до 2,0 $см^3$ разбавленной азотной кислоты по 6.5.4.3 до полного его растворения, что свидетельствует о наличии фосфат-ионов.

6.6 Определение массовой доли основного вещества

Метод основан на осаждении пищевого трифосфата натрия или калия хлористым триэтилендиаминкобальтом и последующем взвешивании осадка.

6.6.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

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

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.

Тигель фильтрующий ТФ-16-ПОР 16 ХС по ГОСТ 25336.

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336.

Секундомер любого типа.

Мешалка магнитная.

Стакан В(Н)-1- 1000 (2000) ТС(ТСХ) по ГОСТ 25336.

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

Пипетки 2-2-1-5 (10) по ГОСТ 29227.

Цилиндр мерный 1-100 (500, 1000)-1 по ГОСТ 1770.

Баня водяная лабораторная типа БВ-6.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

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

Чашки фарфоровые по ГОСТ 9147.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

Кислота уксусная по ГОСТ 61, ч.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 2080, ч.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.

Кобальт хлористый по ГОСТ 4525.

Этилендиамин, раствор с массовой долей 70 %.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Бромкрезоловый зеленый (индикатор).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч.

Фильтр бумажный «синяя лента».

6.6.2 Отбор проб — по 6.1.

6.6.3 Условия проведения испытаний — по 6.2.3.

6.6.4 Подготовка к испытанию

6.6.4.1 Раствор соляной кислоты молярной концентрации c(HCl) = 0,5 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1.

6.6.4.2 Приготовление раствора триэтилендиаминкобальта хлористого

Навеску этилендиамина массой 261,0 г с записью результата взвешивания до второго десятичного знака помещают в стакан вместимостью 1000 см^3 и растворяют в растворе, состоящем из 85 см^3 соляной кислоты плотностью 1,19 г/см^3 и 535 см^3 дистиллированной воды.

В колбе вместимостью 2000 см^3 растворяют 250 г хлористого кобальта в 750 см^3 дистиллированной воды, вливают, энергично перемешивая, в раствор хлористого кобальта раствор этилендиамина. Через газораспределительную трубку, помещенную в раствор на глубину 1—2 см от дна колбы, пропускают воздух в течение 8 ч при комнатной температуре. Содержимое колбы переносят в стакан вместимостью 2000 см^3 и упаривают на водяной бане, пропуская над раствором поток воздуха до образования на поверхности тонкой корочки кристаллов (обычно это происходит при уменьшении объема в 2—2,5 раза). Раствор охлаждают, тщательно перемешивая, добавляют 150 см^3 соляной кислоты плотностью 1,19 г/см^3 и нагревают до полного растворения выпавших кристаллов.

Из полученного раствора медленным прибавлением 300 см^3 спирта в течение 1 ч высаливают триэтилендиаминкобальт хлористый, затем охлаждают и отфильтровывают кристаллы через стеклянную фильтрующую воронку под вакуумом, создавая разряжение при помощи водоструйного насоса, промывают четыре раза спиртом в количестве от 100 до 150 см^3, перемешивая каждый раз кристаллы и отсасывая промывную жидкость. Кристаллы помещают в фарфоровую чашку и на водяной бане выпаривают остаток спирта.

Полученный продукт растворяют в 350 см^3 дистиллированной кипящей воды и снова высаливают медленным прибавлением 300 см^3 спирта в течение 1 ч. Охлаждают, отфильтровывают кристаллы через стеклянную фильтрующую воронку и промывают спиртом до тех пор, пока фильтрат не будет бес-

цветным. Кристаллы тонким слоем распределяют в чашках для выпаривания и сушат сначала на воздухе не менее 12 ч, а затем в течение 3—4 ч в сушильном шкафу при температуре (105 ± 3) °С.

Масса полученного продукта — около 300 г. Его хранят в герметично закрытой банке и перед использованием сушат в сушильном шкафу в течение 1 ч при температуре (105 ± 3) °С.

Навеску продукта массой 60,0 г с записью результата взвешивания до второго десятичного знака помещают в колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

6.6.4.3 Приготовление ацетатного буферного раствора с pH 3,6 — по ГОСТ 4919.2.

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

6.6.4.5 Приготовление раствора индикатора бромкрезолового зеленого

Навеску индикатора массой 0,2 г с записью результата взвешивания до второго десятичного знака помещают в колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в смеси, приготовленной смешиванием 6 см^3 раствора гидроокиси натрия и 5 см^3 этилового спирта, затем доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

6.6.5 Проведение испытания

Навеску пробы массой 2,5 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают (раствор 1). Фильтруют через сухой бумажный фильтр («синяя лента») в сухую колбу, удаляя первые порции фильтрата. Затем 50 см^3 полученного фильтрата пипеткой переносят в стакан вместимостью 250 см^3 и добавляют раствор соляной кислоты, приготовленный по 6.6.4.1, до pH 3,6 (проверяют на pH-метре), перемешивая на магнитной мешалке. Добавляют 10 см^3 буферного раствора и приливают по каплям 12 см^3 раствора триэтилендиаминкобальта хлористого.

После добавления всего количества реактива триэтилендиаминкобальта хлористого раствор перемешивают в течение 15 мин. Полученный осадок фильтруют через высушенный до постоянной массы фильтрующий тигель, промывают небольшими порциями воды, предварительно подкисленной уксусной кислотой до pH 3,6, сушат в сушильном шкафу при температуре (105 ± 3) °С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

6.6.6 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества пищевого трифосфата натрия или калия X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2)M \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 530 \cdot 50}, \qquad (1)$$

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

m_2 — масса фильтрующего тигля, г;

M — молекулярная масса трифосфата натрия или калия

$M(Na_5P_3O_{10}) = 368$, $M(Na_5P_3O_{10} \cdot 6H_2O) = 476$, $M(K_5P_3O_{10}) = 448$;

250 — вместимость мерной колбы, см^3;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты

m — масса навески, г;

530 — молекулярная масса осадка $[Co(NH_2CH_2 - CH_2NH_2)_3] \cdot H_2P_3O_{10} \cdot 2H_2O$;

50 — объем растворенного пищевого трифосфата натрия или калия, взятый на испытание, см^3

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

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

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 95$ %, не должен превышать 0,6 %.

Границы абсолютной погрешности метода ± 0,5 % при $P = 95$ %.

6.7 Определение массовой доли общей пятиокиси фосфора

6.7.1 Потенциометрический метод

Метод основан на потенциометрическом титровании от pH = 4,4 до pH = 9,0 пищевого фосфата натрия или калия, полученного после гидролиза пищевого трифосфата натрия или калия в среде соляной кислоты.

6.7.1.1 Средства измерений, материалы, реактивы

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

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Мешалка магнитная.

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

Чашка фарфоровая по ГОСТ 9147.

Палочка стеклянная.

Пипетки 2-2-1-5(10) по ГОСТ 29227.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328,ч.

Метиловый оранжевый (индикатор).

6.7.1.2 Отбор проб — по 6.1.

6.7.1.3 Условия проведения испытаний — по 6.2.3.

6.7.1.4 Подготовка к испытанию

Раствор соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1.

Раствор гидроокиси натрия с массовой долей 10 % готовят по ГОСТ 4517.

Раствор гидроокиси натрия, свободный от карбонатов, молярной концентрации c (NaOH) = = 0,5 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1.

Водный раствор с массовой долей метилового оранжевого 0,1 % готовят по ГОСТ 4919.1.

Проводят проверку измерительной цепи pH-метра со стеклянным электродом в соответствии с прилагаемой к прибору инструкцией.

6.7.1.5 Проведение испытания

Навеску пробы массой 2 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в стакан вместимостью 400 см^3, прибавляют 100 см^3 дистиллированной воды, 5 см^3 соляной кислоты, накрывают стакан фарфоровой чашкой и кипятят раствор на электроплитке в течение 30 мин. Затем прибавляют 1—2 капли метилового оранжевого и, помешивая стеклянной палочкой, прибавляют по каплям раствор гидроокиси натрия массовой долей 10 %, приготовленный по 6.7.1.4, до перехода розовой окраски раствора в оранжевую. Обмывают палочку водой, раствор кипятят на электроплитке в течение 5 мин, охлаждают до комнатной температуры и доводят объем раствора дистиллированной водой приблизительно до 200 см^3. После этого стакан ставят на магнитную мешалку, помещают электроды pH-метра и при постоянном помешивании доводят pH раствора точно до 4,4 раствором c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3 или раствором соляной кислоты c (HCl) = 0,5 моль/дм^3. Затем титруют раствор пищевого фосфата натрия или калия от pH = 4,4 до pH = 9,0 раствором c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3.

6.7.1.6 Обработка результатов

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

$$X_2 = \frac{V \cdot 0{,}0355 \cdot 100}{m}, \qquad (2)$$

где V — объем точно c (NaOH) = 0,5 моль/ дм^3 раствора, израсходованный на титрование пробы от pH = = 4,4 до pH = 9,0, см^3;

0,0355 — масса пятиокиси фосфора, соответствующая 1 см^3 точно c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3 раствора, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса навески пробы, г.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

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

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

Границы абсолютной погрешности метода ± 0,4 % при P = 95 %.

6.7.2 Фотоколориметрический метод

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

6.7.2.1 Средства измерений, материалы, реактивы

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

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

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

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

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

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

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

Палочка стеклянная.

Фильтр бумажный «синяя лента».

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

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

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

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, ч.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336,ч.

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

6.7.2.2 Отбор проб — по 6.1.

6.7.2.3 Условия проведения испытаний — по 6.2.3.

6.7.2.4 Подготовка к испытанию

Приготовление раствора аммиака в соотношении 1 : 1

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

Приготовление раствора азотной кислоты в соотношении 1 : 3

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

Приготовление молибденованадиевого реактива

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

Навеску ванадиевокислого аммония массой 1,5 г с записью результата взвешивания до второго десятичного знака растворяют в 250 см^3 дистиллированной воды, нагретой до температуры 50 °С — 60 °С (если раствор желтеет, добавляют несколько капель аммиака), раствор фильтруют, охлаждают до комнатной температуры и прибавляют 250 см^3 раствора азотной кислоты в соотношении 1 : 3 (раствор Б).

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

6.7.2.5 Приготовление стандартного раствора

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

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

6.7.2.6 Приготовление раствора сравнения

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

6.7.2.7 Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 с помощью бюретки вносят 20, 24, 28, 32, 36, 40 см^3 стандартного раствора, приготовленного по 6.7.2.5, что соответствует 5, 6, 7, 8, 9, 10 мг пятиокиси фосфора. Объем каждой колбы доводят дистиллированной водой приблизительно до 70 см^3, прибавляют 25 см^3 молибденованадиевого реактива и доводят дистиллированной водой до метки.

Измерение оптической плотности приготовленных растворов проводят по отношению к раствору сравнения, приготовленному по 6.7.2.6, в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм при длине волны 440 нм при работе на фотоэлектроколориметре типа КФК-2 и 450 нм при работе на спектрофотометре.

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

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

6.7.2.8 Проведение испытания

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

10 см^3 полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, прибавляют примерно до 70 см^3 дистиллированной воды и 25 см^3 молибденованадиевого реактива, приготовленного по 6.7.2.4. Затем доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают. Через 20 — 30 мин измеряют оптическую плотность аликвотной части раствора по отношению к раствору сравнения, приготовленному одновременно с анализируемым раствором, в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм при длине волны 440 нм при работе на фотоэлектроколориметре типа КФК-2 или 450 нм при работе на спектрофотометре.

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

6.7.2.9 Обработка результатов

Массовую долю общей пятиокиси фосфора X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 250 \cdot 100}{1000 \cdot 10m}, \qquad (3)$$

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

250 — вместимость мерной колбы, см^3;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

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

10 — объем растворенного пищевого трифосфата натрия или калия, взятый на испытание, см^3;

m — масса навески пробы, г.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

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

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

Границы абсолютной погрешности метода ±0,5 % при $P = 95$ %.

6.8 Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

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

6.8.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы

Тигель фильтрующий типа ТФ ПОР 16 по ГОСТ 25336.

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

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

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

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336.

Цилиндр мерный 1-100-1 по ГОСТ 1770.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.8.2 Отбор проб — по 6.1.

6.8.3 Условия проведения испытаний — по 6.2.3.

6.8.4 Проведение испытания

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

6.8.5 Обработка результатов

Массовую долю нерастворимых в воде веществ X_4, %, вычисляют по формуле

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

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

m_2 — масса фильтрующего тигля, г;

m — масса навески, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты.

Вычисления проводят с записью результата до третьего десятичного знака.

Окончательный результат записывают с точностью до второго десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при $P = 95$ %, не должен превышать 0,01 % для трифосфата натрия Е451(i) и 0,10 % для трифосфата калия Е451(ii).

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 95$ %, не должен превышать 0,02 % для трифосфата натрия Е451(i) и 0,20 % для трифосфата калия Е451(ii).

Границы абсолютной погрешности метода измерений массовой доли нерастворимых в воде веществ ±0,01 % для трифосфата натрия Е451(i) и ±0,14 % для трифосфата калия Е451(ii) при $P = 95$ %.

6.9 Определение pH водного раствора

Метод основан на определении показателя активности ионов водорода раствора пищевого трифосфата натрия или калия с массовой долей 1 % путем измерения pH при помощи pH-метра со стеклянным электродом.

6.9.1 Средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы

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

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

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

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

Палочка стеклянная оплавленная.

Цилиндр мерный 1-100-1 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.9.2 Отбор проб — по 6.1.

6.9.3 Условия проведения испытаний — по 6.2.3.

6.9.4 Проведение испытания

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

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

6.9.5 Обработка результатов измерений

Результаты измерений записывают до второго десятичного знака.

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

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

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

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

6.10 Определение массовой доли потерь при высушивании

Метод основан на способности пищевых трифосфатов натрия Е451(i), помещенных в сушильный шкаф, освобождаться от летучих веществ при температуре от 60 °С до 105 °С. Массовую долю потерь определяют по разности в массе навески пищевого трифосфата натрия до и после высушивания.

6.10.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование

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

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

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

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336.

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

Стаканчик СН 45/13 по ГОСТ 25336.

6.10.2 Отбор проб — по 6.1.

6.10.3 Условия проведения испытаний — по 6.2.3.

6.10.4 Проведение испытания

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.

Навеску пробы массой от 1 до 2 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в открытом виде вместе с крышкой в сушильный шкаф и сушат безводный пищевой трифосфат натрия при температуре 105 °С в течение 1 ч и затем при температуре 60 °С в течение 1 ч, а гексагидрат пищевой трифосфат натрия сушат при температуре 105 °С в течение 4 ч. После этого стаканчик быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

6.10.5 Обработка результатов

6.10.5.1 Массовую долю потерь при высушивании X_5, %, вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{(m - m_1)100}{m - m_2}, \qquad (5)$$

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

m_1 — масса стаканчика с пробой после высушивания, г;

m_2 — масса сухого стаканчика, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

Окончательный результат записывают с точностью до первого десятичного знака.

6.10.5.2 За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение $X_{5_{ср}}$, %, двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{X_{5_1} - X_{5_2}}{X_{5_{ср}}} 100 \le r, \qquad (6)$$

где X_{5_1}, X_{5_2} — результаты испытаний двух параллельных измерений массовой доли потерь при высушивании, %;

$X_{5_{ср}}$ — среднее значение двух параллельных измерений массовой доли потерь при высушивании, %;

r — значение предела повторяемости, приведенное в таблице 6.

Результат анализа представляют в виде:

$$X_{5_{ср}} \pm 0{,}01\,\delta X_{5_{ср}},\ \text{при}\ P = 0{,}95, \qquad (7)$$

где $X_{5_{ср}}$ — среднеарифметическое значение результатов двух определений, признанных приемлемыми, %;

δ — границы относительной погрешности измерений, %.

Предел повторяемости r и воспроизводимости R, а также показатель точности δ для диапазона измерений, в соответствии с таблицей 2, массовой доли потерь при высушивании приведены в таблице 5.

Таблица 5

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

6.11 Определение массовой доли потерь при прокаливании

Метод основан на способности пищевого трифосфата калия Е451(ii), помещенного в муфельную печь, освобождаться от летучих веществ при температуре от 105 °С до 550 °С. Массовую долю потерь определяют по разности в массе навески пищевого фосфата калия до и после прокаливания.

6.11.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование

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.

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

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

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336.

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

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.

6.11.2 Отбор проб — по 6.1.

6.11.3 Условия проведения испытаний — по 6.2.3.

6.11.4 Проведение испытания

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

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

6.11.5 Обработка результатов

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

$$X_6 = \frac{(m - m_1)100}{m - m_2}, \qquad (8)$$

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

m_1 — масса тигля с пробой после прокаливания, г;

m_2 — масса сухого тигля, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

Окончательный результат записывают с точностью до первого десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

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

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

Границы абсолютной погрешности метода $\pm 0{,}1$ % при $P = 95$ %.

6.12 Определение массовой доли фторидов

6.12.1 Отбор проб — по 6.1.

6.12.2 Условия проведения испытаний — по 6.2.3.

6.12.3 Массовую долю фторидов определяют по ГОСТ 8515.

6.13 Определение массовой доли мышьяка

6.13.1 Отбор проб — по 6.1.

6.13.2 Условия проведения испытаний — по 6.2.3.

6.13.3 Массовую долю мышьяка определяют по ГОСТ 26930, ГОСТ Р 51766 или ГОСТ 10485.

6.14 Определение массовой доли свинца

6.14.1 Отбор проб — по 6.1.

6.14.2 Условия проведения испытаний — по 6.2.3.

6.14.3 Массовую долю свинца определяют по ГОСТ 26932.

7 Транспортирование и хранение

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

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

7.3 Срок хранения пищевых трифосфатов натрия и калия — не более двух лет со дня изготовления.

8 Рекомендации по применению

8.1 Пищевую добавку Е451 используют в качестве регулятора кислотности, комплексообразователя, текстуратора при производстве хлебобулочных и мучных кондитерских изделий, ликероводочных изделий, продукции мясной, рыбной, масложировой, консервной и молочной промышленности.

8.2 Пищевую добавку Е451 применяют в соответствии с нормативными правовыми актами Российской Федерации*.

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

Библиография

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

УДК 663.05:661.635.68:661.833:006.354 ОКС 67.220.20 Л14 ОКП 91 4550
663.05:661.635.68:661.832:006.354 91 5423

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

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 03.09.2008. Подписано в печать 29.09.2008. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,40. Тираж 447 экз. Зак. 1169.

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