МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32802— 2014

Добавки пищевые

НАТРИЯ КАРБОНАТЫ Е500

Общие технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

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

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 25 июня 2014 г. № 45-2014)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 09 июля 2014 г. № 819-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32802–2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 01 января 2016 г.

5 В настоящем стандарте учтены требования Единого стандарта на пищевые добавки Комиссии Кодекса Алиментариус CODEX STAN 192–1995 «General Standard for Food Additives» (пункт 3.4) в части Спецификации на пищевую добавку Е500 Единого свода спецификаций пищевых добавок Объединенного экспертного комитета по пищевым добавкам ФАО/ВОЗ «Combined compendium of food additive specification JECFA. Volume 4»

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2015

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Классификация 3
4 Технические требования 4
4.1 Характеристики 4
4.2 Требования к сырью 5
4.3 Упаковка 5
4.4 Маркировка 6
5 Требования безопасности 6
6 Правила приемки 6
7 Методы контроля 8
7.1 Отбор и подготовка проб 8
7.2 Определение органолептических показателей 8
7.3 Тест на натрий-ионы 9
7.4 Тест на карбонат-ионы 10
7.5 Определение массовой доли основного вещества 11
7.6 Определение массовой доли потерь при высушивании 17
7.7 Определение pH водного раствора гидрокарбоната натрия E500(ii) массовой долей 1 % 19
7.8 Тест на нерастворимые в воде вещества в гидрокарбонате натрия E500(ii) 20
7.9 Тест на соли аммония в гидрокарбонате натрия E500 (ii) 20
7.10 Определение массовой доли хлористого натрия в пищевой добавке E500(iii) 21
7.11 Определение массовой доли воды в пищевой добавке E500(iii) 22
7.12 Определение массовой доли (содержания) железа в пищевой добавке E500(iii) 23
7.13 Определение содержания токсичных элементов 23
8 Транспортирование и хранение 24
Библиография 25

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Добавки пищевые

НАТРИЯ КАРБОНАТЫ Е500

Общие технические условия

Food additives.
Sodium carbonate E500. General specifications

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку — карбонаты натрия Е500, представляющую собой натриевые соли угольной кислоты: безводную и водные формы карбоната натрия Е500(i), гидрокарбонат натрия Е500(ii) и смесь безводного карбоната натрия и гидрокарбоната натрия Е500(iii) (далее — пищевые карбонаты натрия) и предназначенные для использования в пищевой промышленности как регуляторы кислотности, антислеживающие агенты и разрыхлители пищевых продуктов.

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

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

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

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

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

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

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

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

ГОСТ 12.4.021–75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

Издание официальное

ГОСТ 12.4.103–83 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

ГОСТ 61–75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ OIML R 76-1–2011 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 450–77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1277–75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

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

ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760–79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773–72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 3956–76 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4212–76 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4233–77 Реактивы. Натрий хлористый. 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 4919.1–77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

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

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6825–91 Лампы люминесцентные трубчатые для общего освещения

ГОСТ 8050–85 Двуокись углерода газообразная и жидкая. Технические условия

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

ГОСТ 9262–77 Реактивы. Кальция гидроокись. Технические условия

ГОСТ 10354–82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13511-2006 Ящики из гофрированного картона для пищевых продуктов, спичек, табачных изделий и моющих средств

ГОСТ 14192–96 Маркировка грузов

ГОСТ 14919–83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электро-шкафы 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, транспортировка и хранение

ГОСТ 17308–88 Шлагаты. Технические условия

ГОСТ 18300–87* Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

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

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

ГОСТ 20478–75 Реактивы. Аммоний надсернокислый. 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 25794.3–83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов

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

ГОСТ 26930–86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения мышьяка

ГОСТ 26932–86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения свинца

ГОСТ 27067–86 Реактивы. Аммоний роданистый. Технические условия

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878–2013.

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

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

ГОСТ 30538–97 Продукты пищевые. Методика определения токсичных элементов атомно-эмиссионным методом

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

3 Классификация

Пищевые карбонаты натрия (Е500) подразделяют:

- на Е500(i) карбонаты натрия безводный, моногидрат и декагидрат;
- Е500(ii) гидрокарбонат натрия;
- Е500(iii) смесь солей карбоната натрия и гидрокарбоната натрия.

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

Таблица 1

Обозначение и наименование пищевого карбоната натрия	Химическое название	Формула	Молекулярная масса, а. е. м
Е500 (i) Карбонат натрия	Натрий углекислый безводный	Na_2CO_3	106.00
	Натрий углекислый моногидрат	$Na_2CO_3 \cdot H_2O$	124,12
	Натрий углекислый декагидрат	$Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$	287,20
Е500(ii) Гидрокарбонат натрия	Натрий углекислый кислый (натрий бикарбонат)	$NaHCO_3$	84,01
Е500(iii) смесь карбоната и гидрокарбоната натрия	Натрий сесквикарбонат (натриевые соли угольной кислоты)	$Na_2CO_3 \cdot NaHCO_3 \cdot 2H_2O$	226,03

4 Технические требования

4.1 Характеристики

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

4.1.2 Пищевые карбонаты натрия хорошо растворимы в воде и не растворимы в этаноле.

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

Таблица 2

Наименование показателя	Характеристика
Внешний вид, цвет	Белый кристаллический порошок или бесцветные кристаллы
Запах	Без запаха

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

Таблица 3

Наименование показателя	Характеристика (значение показателя)
Тест на натрий	Выдерживает испытание
Тест на карбонат	Выдерживает испытание
Массовая доля основного вещества в расчете на сухую основу, % E500 (i), не менее E500 (ii), не менее E500 (iii): Гидрокарбонат натрия $NaHCO_3$, Карбонат натрия Na_2CO_3	 99,0* 99,0* от 35,0 до 38,6 включ.* от 46,4 до 50,0 включ.*
Массовая доля потерь при высушивании, %, E500 (i): Карбонаты натрия: безводный Na_2CO_3, не более моногидрат $Na_2CO_3 \cdot H_2O$, не более декагидрат $Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$, E500 (ii), не более	 2 15 от 55 до 65 включ. 0,25
pH водного раствора гидрокарбоната натрия (E500 (ii)) массовой долей 1 %, ед.pH	От 8,0 до 8,6 включ.
Тест на нерастворимые в воде вещества для E500(ii)	Выдерживает испытание
Тест на соли аммония для E500 (ii)	Выдерживает испытание
Массовая доля хлористого натрия в E500 (iii), %, не более	0,5
Массовая доля воды в E500(iii), %	от 13,8 до 16,7 включ.
Массовая доля (содержание) железа в E500(iii), $млн^{-1}$ (мг/кг), не более	20
* В соответствии с [1] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.	

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

4.2 Требования к сырью

4.2.1 Для производства пищевых карбонатов натрия используют следующее сырье:
- аммиак водный по ГОСТ 3760;
- двуокись углерода по ГОСТ 8050;
- хлористый натрий по ГОСТ 4233.

4.2.2 Допускается применение аналогичного сырья, обеспечивающего получение пищевых карбонатов натрия в соответствии с требованиями настоящего стандарта и разрешенного к применению в пищевой промышленности на территории государства, принявшего стандарт.

4.3 Упаковка

4.3.1 Пищевые карбонаты натрия упаковывают в мешки-вкладыши по ГОСТ 19360 из полиэтиленовой нестабилизированной пленки марки Н и толщиной не менее 0,08 мм по ГОСТ 10354, вло-

женные в продуктовые мешки из мешочных тканей по ГОСТ 30090, бумажные открытые мешки марки НМ и ПМ по нормативному документу, действующему на территории государства принявшего стандарт, ящики из гофрированного картона для пищевых продуктов по ГОСТ 13511.

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

4.3.2 Полимерные 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 упаковки, обеспечивающих сохранность пищевых карбонатов натрия при хранении и транспортировании, и изготовленных из материалов, соответствующих требованиям, установленным [3] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

4.3.5 Отрицательное отклонение массы нетто от номинальной массы каждой упаковочной единицы должно соответствовать требованиям ГОСТ 8.579 (таблицы А.1 и А.2).

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

4.4 Маркировка

4.4.1 Маркировка должна соответствовать требованиям, установленным [1] и [4] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

4.4.2 Транспортная маркировка должна соответствовать требованиям, установленным [4] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства принявшего стандарт, с нанесением манипуляционных знаков, указывающих на способ обращения с грузами — по ГОСТ 14192.

5 Требования безопасности

5.1 Пищевые карбонаты натрия не токсичны, пожаро- и взрывобезопасны.

5.2 По степени воздействия на организм человека пищевые карбонаты натрия в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относятся к веществам умеренно опасным — третьему классу опасности.

5.3 При работе с пищевыми карбонатами натрия необходимо использовать спецодежду, средства индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.011 и соблюдать правила личной гигиены.

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

5.5 Организация обучения работающих безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

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

5.7 Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.2.007.0 .

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

5.9 При работе с карбонатами натрия контроль воздуха рабочей зоны должен осуществляться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

6 Правила приемки

6.1 Пищевые карбонаты натрия принимают партиями.

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

6.2 Для проверки соответствия пищевых карбонатов 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, обеспечивающим безопасность.

6.3 При проведении приемо-сдаточных испытаний применяют одноступенчатый выборочный план при нормальном контроле, специальном уровне контроля S-4, приемлемом уровне качества AQL, равном 6,5, по [5].

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

Таблица 4

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

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

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

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

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

6.6.2 Если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто пищевых карбонатов натрия, больше или равно браковочному числу (см. таблицу 4), контроль проводят на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Партию принимают, если выполняются условия 6.6.1.

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

6.7 Приемка партии пищевых карбонатов натрия по органолептическим и физико-химическим показателям

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

6.7.2 При получении неудовлетворительных результатов по органолептическим и физико-химическим показателям хотя бы по одному из показателей проводят 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.

6.7.3 Органолептические и физико-химические показатели пищевых карбонатов натрия в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты испытаний распространяют только на пищевые карбонаты натрия в этой упаковке.

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

7 Методы контроля

7.1 Отбор и подготовка проб

7.1.1 Для составления суммарной пробы пищевых карбонатов натрия из разных мест каждой упаковочной единицы, отобранной по 6.3, отбирают мгновенные пробы с помощью пробоотборника (щупа), погружая его не менее, чем на 3/4 глубины.

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.

7.1.2 Мгновенные пробы помещают в сухую чистую стеклянную или полимерную емкость и тщательно перемешивают.

Рекомендуемая масса суммарной пробы должна быть не менее 500 г.

7.1.3 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 пробу 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, снова разравнивают в виде квадрата толщиной слоя от 1 до 1,5 см 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 необходимое число раз, при этом продолжительность процедуры квартования должна быть минимальной.

7.1.4 Подготовленную суммарную пробу делят на две равные части, которые помещают в чистые, сухие, плотно закрывающиеся стеклянные или полимерные емкости.

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 карбонатов натрия.

Рекомендуемый срок хранения пробы при температуре от 0 °С до 30 °С и относительной влажности не выше 70 % — два года.

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

- полное 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;
- срок хранения пробы;
- фамилии лиц, проводивших отбор данной пробы;
- обозначение настоящего стандарта.

7.2 Определение органолептических показателей

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

7.2.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,1 г.

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.
Лампы люминесцентные типа ЛД по ГОСТ 6825.
Стакан В(Н)-1–250 ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.
Стеклянная пластинка.
Стаканчик для взвешивания СВ-34/12 по ГОСТ 25336.
Цилиндр 1(3)–100–1 по ГОСТ 1770.
Бумага белая.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

7.2.2 Отбор проб – по 7.1

7.2.3 Условия проведения анализа

7.2.3.1 При проведении анализа должны быть соблюдены следующие условия:
- температура окружающего воздуха .....от 18 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха .....от 40 % до 75 %.

При работе с реактивами все анализы следует проводить в вытяжном шкафу.

7.2.3.2 Требования к квалификации оператора

К проведению анализов допускаются специалисты, изучившие методики и прошедшие обучение работе с приборами и инструктаж по технике безопасности.

7.2.4 Проведение анализа

7.2.4.1 Внешний вид и цвет пищевых карбонатов натрия определяют просмотром анализируемой пробы массой 50 г, помещенной на лист белой бумаги или 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 готовят раствор пищевых карбонатов натрия массовой долей 2 %. Для этого растворяют 2 г анализируемой пробы в 98 $см^3$ дистиллированной 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 по 7.2.3.1. Запах определяют органолептически на уровне края стаканчика сразу же после открывания крышки.

7.3 Тест на натрий-ионы

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

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,1 г.
Электроплитка по ГОСТ 14919.
Газовая горелка.
Стаканчики для взвешивания СВ-19/9 (24/10) или СН-34/12 по ГОСТ 25336.
Стаканы В(Н)-1–100(250) ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.
Пипетки 2–2–1–5(10) по ГОСТ 29227.
Цилиндры 1–50(100)–1 по ГОСТ 1770.
Воронка В-56–80 ХС по ГОСТ 25336.
Проволока платиновая по ГОСТ 18389.
Палочка стеклянная оплавленная.
Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.
Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61, массовой долей 99,5 %, х. ч.
Уранилацетат, массовой долей основного вещества не менее 99,0 %, ч. д. а.
Цинк уксуснокислый по ГОСТ 5823, х. ч.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и устройств, посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристи-

кам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов, по качеству не хуже вышеуказанных.

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 уранилацетата

10 г уранилацетата растворяют при нагревании в растворе, содержащем 54 $см^3$ дистиллированной воды и 1,7 $см^3$ ледяной уксусной кислоты.

Срок хранения раствора в условиях по 7.2.3.1 — не более 3 мес.

7.3.4.2 Приготовление раствора уксуснокислого цинка (ацетата цинка)

30 г уксуснокислого цинка растворяют при нагревании в растворе, содержащем 52 $см^3$ дистиллированной воды и 1 $см^3$ уксусной кислоты массовой долей 99,5 %.

Срок хранения раствора в условиях по 7.2.3.1 — не более 3 мес.

7.3.4.3 Приготовление раствора цинкуранилацетата

Растворы уранилацетата по 7.3.4.1 и ацетата цинка по 7.3.4.2 смешивают и через 24 ч фильтруют.

Раствор используют свежеприготовленным.

7.3.4.4 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).

Срок хранения раствора в условиях по 7.2.3.1 — не более 3 мес.

7.3.5 Проведение анализа

Способ 1. Метод основан на образовании осадка, окрашенного в желтый цвет, при взаимодействии ионов натрия с уранилацетатом цинка.

От 0,5 до 1,0 г анализируемой пробы растворяют в 50 $см^3$ дистиллированной воды. К 5 $см^3$ раствора добавляют для подкисления от 1 до 2 $см^3$ раствора уксусной кислоты по 7.3.4.4, фильтруют, затем прибавляют 1 $см^3$ раствора цинкуранилацетата по 7.3.4.3.

Образование желтого кристаллического осадка подтверждает присутствие в растворе ионов натрия.

Способ 2. Метод основан на способности соединений натрия окрашивать бесцветное пламя в желтый цвет.

Платиновую проволоку нагревают в пламени горелки и быстро вносят в анализируемую пробу. Затем прилипшие к раскаленной проволоке кристаллы осторожно сплавляют в пламени горелки (спиртовки), опускают в концентрированную соляную кислоту и снова помещают в пламя.

Окрашивание бесцветного пламени в желтый цвет указывает на присутствие в пробе ионов натрия.

7.4 Тест на карбонат-ионы

Метод основан на выделении углекислого газа при взаимодействии карбонатов с кислотами.

7.4.1 Средства измерений, посуда, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,1 г.

Стаканчики для взвешивания СВ-19/9(24/10) или СН-34/12 по ГОСТ 25336.

Колба Кн-1–100–34 ТХС по ГОСТ 25336.

Стакан В(Н)-1(2)–100(200) ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)–100–1 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2–2–1–5(10) по ГОСТ 29227.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кальция гидроокись по ГОСТ 9262.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

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 В стакане вместимостью 200 см^3 растворяют 0,3 г гидроокиси кальция в 100 см^3 дистиллированной воды при перемешивании в течение 1 ч. Раствор оставляют на 1 ч, образовавшуюся над осадком жидкость декантируют в стакан.

7.4.4.2 Дистиллированную воду, не содержащую углекислоты, готовят по ГОСТ 4517 (пункты 2.38 и 2.39).

7.4.5 Проведение анализа

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 помещают от 10 до 12 г анализируемой пробы, прибавляют 40 см^3 дистиллированной воды по 7.4.4.2, затем добавляют 10 см^3 концентрированной соляной кислоты. Закрывают колбу пробкой с отверстием. Выделяющийся бесцветный углекислый газ пропускают через раствор гидроокиси кальция по 7.4.4.1.

Образование белого осадка карбоната кальция, свидетельствует о присутствии карбонатов.

7.5 Определение массовой доли основного вещества

7.5.1 Определение массовой доли основного вещества карбоната натрия Е500(i)

Метод основан на обратном титриметрическом определении карбоната натрия при нейтрализации избыточного количества серной кислоты раствором гидроокиси натрия в присутствии индикатора метилового оранжевого.

Массовую долю основного вещества определяют на высушенной основе анализируемой пробы.

7.5.1.1 Средства измерений, вспомогательные оборудование, посуда, материалы, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.

Термометр жидкостной стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 300 °С, ценой деления 2 °С по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного режима температуры от 20 °С до 300 °С, погрешностью ± 2 °С.

Эксикатор 2–250 по ГОСТ 25336.

Бюретки I–1–2–25(50)–0,1 по ГОСТ 29251.

Колба 2–1000–1 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-1–250–34 ТХС по ГОСТ 25336.

Капельница 2–50 ХС или 3–7/11 ХС по ГОСТ 25336.

Воронка В-36–80 ХС по ГОСТ 25336.

Тигель высокий 2 по ГОСТ 9147.

Цилиндры 1–50–1, 1(3)–100–1 по ГОСТ 1770.

Склянка с тубусом 3–3(5) по ГОСТ 25336.

Трубка хлоркальциевая ТХ-П-1–17 по ГОСТ 25336.

Рукавицы тканевые или держатели для стаканчика.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Метиловый оранжевый (индикатор).

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

7.5.1.2 Отбор проб по 7.1.

7.5.1.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.5.1.4 Подготовка к анализу

а) Приготовление дистиллированной воды

Дистиллированную воду, не содержащую углекислоты, готовят по ГОСТ 4517 (пункт 2.38).

б) Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации с (1/2H2SO4) = 1 моль/дм3 (1 н)

Раствор серной кислоты молярной концентрации с (1/2H2SO4) = 1 моль/дм3 (1 н) готовят по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.1).

Срок хранения раствора в условиях по 7.2.3.1 — не более 4 мес.

в) Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации с (NaOH) = 1 моль/дм^3 (1 н)

Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3 (1 н) готовят по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.2).

Срок хранения раствора в плотно закрытой полимерной посуде в условиях по 7.2.3.1 — не более 1 мес.

г) Приготовление спиртового раствора метилового оранжевого массовой долей 0,1 %

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

Срок хранения раствора в условиях по 7.2.3.1 — не более 12 мес.

д) Подготовку тигля к анализу проводят по 7.6.1.4.

7.5.1.5 Проведение анализа

В сухом тигле, подготовленном по 7.5.1.4д), взвешивают от 2,0 до 2,5 г анализируемой пробы карбоната натрия с записью результата до третьего десятичного знака и сушат в открытом тигле вместе с крышкой по 7.6.1.5.

Высушенную анализируемую пробу карбоната натрия из тигля количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в 50 см^3 раствора серной кислоты по 7.5.1.4б), добавляют две–три капли раствора метилового оранжевого по 7.5.1.4г), и титруют избыток кислоты раствором гидроокиси натрия по 7.5.1.4в), до изменения окраски раствора из красной до оранжево-желтой.

7.5.1.6 Обработка и оформление результатов анализа

Массовую долю основного вещества карбоната натрия E501(i) X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{0{,}0530\ (50 - V\,K)\ 100}{m}, \qquad (1)$$

где 0,0530 – эквивалентная масса безводного карбоната натрия, соответствующая 1 см^3 раствора серной кислоты молярной концентрации c (1/2H_2SO_4) = 1 моль/дм^3 (1 н), г/см^3;

K – поправочный коэффициент титра раствора гидроокиси натрия, определяемый по ГОСТ 25794.1, используя установочный раствор стандарт-титр (фиксанал) соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н);

50 – объем раствора серной кислоты молярной концентрации c (1/2H_2SO_4) = 1 моль/дм^3 (1 н), см^3;

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

100 – коэффициент пересчета результата в проценты;

m – масса высушенного до постоянной массы пробы карбоната натрия, г, определяют по формуле

$$m = m_2 - m_1, \qquad (2)$$

где m_2 – масса сухого тигля с крышкой и анализируемой пробой карбоната натрия после высушивания, г;

m_1 – масса сухого тигля с крышкой, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

7.5.1.7 Контроль точности результатов измерений

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{1ср}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух последовательных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,20 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,40 %.

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли основного вещества карбоната натрия E500(i) ± 0,2 % при P = 95 %.

7.5.2 Определение массовой доли основного вещества гидрокарбоната натрия E500(ii)

Метод основан на нейтрализации гидрокарбоната натрия раствором серной кислоты и титриметрическом определении основного вещества в присутствии индикатора метилового оранжевого.

Массовую долю основного вещества определяют на высушенной основе анализируемой пробы.

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

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Эксикатор 2–250 по ГОСТ 25336.

Бюретки I–1–2–25(50)–0,1 по ГОСТ 29251.

Колба 2–1000–1 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-1–250–34 ТХС по ГОСТ 25336.

Капельница 2–50 ХС или 3-7/11 ХС по ГОСТ 25336.

Воронка В-36–80 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания СВ-14/8 (19/9) по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1–50–1, 1(3)–100–1 по ГОСТ 1770.

Склянка с тубусом 3-3(5) по ГОСТ 25336.

Рукавицы тканевые или держатели для стаканчика.

Силикагель по ГОСТ 3956.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Стандарт-титр (фиксанал) серной кислоты молярной концентрации c ($1/2H_2SO_4$) = 1 моль/дм^3 (1н).

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Метиловый оранжевый (индикатор).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

7.5.2.2 Отбор проб — по 7.1.

7.5.2.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.5.2.4 Подготовка к анализу

а) Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации c ($1/2H_2SO_4$) = 1 моль/дм^3 (1 н)

Раствор серной кислоты молярной концентрации c ($1/2H_2SO_4$) = 1 моль/дм^3 (1 н) готовят по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.1) или из стандарт-титра (фиксанал) серной кислоты молярной концентрации c ($1/2H_2SO_4$) = 1 моль/дм^3 (1 н).

Срок хранения раствора в условиях по 7.2.3.1 — не более 4 мес.

б) Приготовление спиртового раствора метилового оранжевого массовой долей 1 %

Спиртовой раствор метилового оранжевого массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4919.1.

Срок хранения раствора в защищенном от света месте в условиях по 7.2.3.1 — не более 12 мес.

в) Сушку стаканчика для взвешивания проводят по 7.6.2.4.

7.5.2.5 Проведение анализа

В сухом стаканчике для взвешивания, высушенном по 7.6.2.4, взвешивают от 2,5 г до 3,0 г анализируемой пробы гидрокарбоната натрия с записью результата до третьего десятичного знака и сушат в открытом стаканчике вместе с крышкой по 7.6.2.5. Высушенную анализируемую пробу из стаканчика количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 25 см^3 дистиллированной воды, не содержащей углекислоты по ГОСТ 4517 (пункт 2.38), и растворяют при перемешивании. Затем добавляют две-три капли спиртового раствора метилового оранжевого по 7.5.2.4б) и титруют раствором серной кислоты по 7.5.2.4а), до появления слабо розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

7.5.2.6 Обработка и оформление результатов анализа

Массовую долю основного вещества гидрокарбоната натрия Е500(ii), X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{0{,}0840 \cdot K \cdot V \cdot 100}{m}, \quad (3)$$

где 0,0840 – эквивалентная масса безводного гидрокарбоната натрия, соответствующая 1 см^3 раствора серной кислоты молярной концентрации c (1/2H_2SO_4) = 1 моль/дм^3 (1н), г/см^3;

K – поправочный коэффициент титра раствора серной кислоты, определяемый по ГОСТ 25794.1, используя установочный раствор стандарт-титр (фиксанал) гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3 (1н);

V – объем раствора серной кислоты молярной концентрации c (1/2H_2SO_4) = 1 моль/дм^3 (1н), израсходованный на титрование пробы, см^3;

100 – коэффициент пересчета результата в проценты;

m – масса сухой анализируемой пробы, г, определяемая по (2).

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

7.2.2.7 Контроль точности результатов измерений

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{2ср}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух последовательных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,20 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 % не превышает предела воспроизводимости R = 0,40 %.

Границы абсолютной погрешности определения массовой доли основного вещества гидрокарбоната натрия Е500(ii) ± 0,2 % при P = 95 %.

7.5.3 Определение массовой доли основного вещества гидрокарбоната натрия и карбоната натрия в пищевой добавке Е500(iii)

Метод основан на титриметрическом определении гидрокарбоната и карбоната натрия при их совместном присутствии в смеси.

7.5.3.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.

Бюретки I–1–2–25(50)–0,1 по ГОСТ 29251.

Колба 2–1000–1 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-1–250–34 ТХС по ГОСТ 25336.

Капельница 2–50 ХС или 3–7/11 ХС по ГОСТ 25336.

Воронка В-36–80 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания СВ-14/8(19/9) по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1–50–1, 1(3)–100–1 по ГОСТ 1770.

Пластина с углублением для капельного анализа.

Склянка с тубусом 3–3(5) по ГОСТ 25336.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277.

Стандарт-титр (фиксанал) азотнокислого серебра молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н).

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Метиловый оранжевый (индикатор).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

7.5.3.2 Отбор проб по 7.1.

7.5.3.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.5.3.4 Подготовка к анализу

а) Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3 (1 н)

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

Срок хранения раствора в условиях по 7.2.3.1 — не более 1 мес.

б) Приготовление раствора азотнокислого серебра молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н)

Раствор азотнокислого серебра молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н) готовят по ГОСТ 25794.3 (пункт 2.2) или из стандарт-титра (фиксанал) азотнокислого серебра молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н) в соответствии с интрукцией.

Срок хранения раствора в плотно закрытой стеклянной посуде из темного стекла в защищенном от света месте в условиях по 7.2.3.1 — не более 6 мес.

в) Приготовление спиртового раствора метилового оранжевого массовой долей 0,1 %

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

Срок хранения раствора в защищенном от света месте в условиях по 7.2.3.1 — не более 12 мес.

7.5.3.5 Проведение анализа

а) Определение массовой доли гидрокарбоната натрия в анализируемой пробе

В сухом стаканчике взвешивают от 8,2 до 8,5 г анализируемой пробы с записью результата до третьего десятичного знака. Из стаканчика анализируемую пробу количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды, не содержащей углекислоты по ГОСТ 4517 (пункт 2.38). Затем в колбу прибавляют из бюретки 33 см^3 раствора гидроокиси натрия по 7.5.3.4.а) и перемешивают. Отбирают одну каплю анализируемого раствора и добавляют к 1-2 каплям раствора азотнокислого серебра по 7.5.3.4.б) на пластине с углублением для капельного анализа. При отсутствии темно-коричневого окрашивания в колбу с анализируемым раствором прибавляют из бюретки от 0,2 до 0,5 см^3 раствора гидроокиси натрия и повторяют процедуру до тех пор, пока капля анализируемого раствора не даст темно-коричневого окрашивания.

б) Определение массовой доли оксида натрия в анализируемой пробе

В сухом стаканчике взвешивают от 3,5 до 4,0 г анализируемой пробы с записью результата до третьего десятичного знака. Из стаканчика анализируемую пробу количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды, не содержащей углекислоты по ГОСТ 4517 (пункт 2.38), добавляют три капли индикатора метилового оранжевого по 7.5.3.4в) и титруют раствором серной кислоты по 7.5.2.4а), энергично перемешивая при титровании для удаления двуокиси углерода (углекислого газа), до появления слабо розового окрашивания.

7.5.3.6 Обработка и оформление результатов анализа. Контроль точности результатов анализа

а) Массовую долю гидрокарбоната натрия ($NaHCO_3$) в анализируемой пробе X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{0{,}084\ V_1\ K\ 100}{m_1}, \qquad (4)$$

где 0,084 – эквивалентная масса безводного гидрокарбоната натрия E500(ii), соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации с (NaOH) = 1 моль/дм^3 (1 н), г/см^3;

K – поправочный коэффициент титра раствора гидроокиси натрия, определяемый по ГОСТ 25794.1, используя установочный раствор [стандарт-титр (фиксанал)] молярной концентрации натрия концентрации с (HCl) = 1 моль/дм^3 (1 н);

V_1 – объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации с (NaOH) = 1 моль/дм^3 (1 н), израсходованный на титрование пробы, см^3;

m_1 – масса анализируемой пробы при определении гидрокарбоната натрия (см. 7.5.3.5а), г;

100 – коэффициент пересчета результата в проценты.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений X_3ср, %, округленное до первого десятичного знака после запятой, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух после-

довательных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,20 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,30 %.

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли основного вещества гидрокарбоната натрия в пищевой добавке E500(iii) составляют ± 0,2 % при P = 95 %.

б) Массовую долю оксида натрия (Na2O) в анализируемой пробе X_4, %, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{0{,}031\ V_2\ K\ 100}{m_2}, \qquad (5)$$

где 0,031 — эквивалентная масса оксида натрия, соответствующая 1 $см^3$ раствора серной кислоты молярной концентрации c ($1/2H_2SO_4$) = 1 моль/$дм^3$ (1н), г/$см^3$;

K — поправочный коэффициент титра раствора серной кислоты, определяемый по ГОСТ 25794.1, используя установочный раствор [стандарт-титр (фиксанал)] гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 1 моль/$дм^3$ (1н);

V_2 – объем раствора серной кислоты молярной концентрации c ($1/2H_2SO_4$) = 1 моль/$дм^3$ (1н), израсходованный на титрование анализируемой пробы, $см^3$;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m_2 – масса анализируемой пробы при определении оксида натрия по 7.5.3.5б), г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{4ср}$, %, округленное до первого десятичного знака после запятой, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух последовательных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,20 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,30 %.

Границы абсолютной погрешности определения массовой доли основного вещества оксида натрия в анализируемой пробе составляет ± 0,2 % при P = 95 %.

в) Массовую долю карбоната натрия (Na_2CO_3) в пробе X_5, %, вычисляют по формуле

$$X_5 = (X_{4ср} - 0{,}3689\ X_{3ср}) \cdot 1{,}7099, \qquad (6)$$

где $X_{4ср}$ — массовая доля оксида натрия в анализируемой пробе (см. 7.5.3.6б), %;

0,3689 — коэффициент пересчета $NaHCO_3$ в Na_2O;

$X_{3ср}$ – массовая доля гидрокарбоната натрия в анализируемой пробе (см. 7.5.3.6а), %;

1,7099 — коэффициент пересчета Na_2O в Na_2CO_3.

Вычисления проводят до первого десятичного знака и принимают за окончательный результат.

Границы абсолютной погрешности определения массовой доли основного вещества карбоната натрия в пищевой добавке E500(iii) составляет ± 0,3 % при P = 95 %.

7.6 Определение массовой доли потерь при высушивании

Метод основан на гравиметрическом определении потерь при высушивании карбонатов натрия до постоянной массы.

7.6.1 Определение массовой доли потерь при высушивании карбоната натрия Е500(i)

7.6.1.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения температуры от 0 °С до 300 °С ценой деления 2°С по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного режима температуры от 20 °С до 300 °С с погрешностью ± 2 °С.

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336.

Тигель высокий 2 по ГОСТ 9147.

Крышка к тиглю 2-1 по ГОСТ 9147.

Рукавицы тканевые или держатели для тигля.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

Допускается применение других средств измерений и вспомогательного оборудования, посуды и материалов, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения.

7.6.1.2 Отбор проб — по 7.1.

7.6.1.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.6.1.4 Подготовка к анализу

Открытый фарфоровый тигель и крышку от тигля помещают в сушильный шкаф, нагретый до температуры 300 °С и выдерживают в течение 30 мин. Затем тигель закрывают крышкой, помещают в эксикатор, заполненный до вкладыша обезвоженным хлористым кальцием, охлаждают до температуры, не превышающей более чем на 3 °С температуру окружающего воздуха по 7.2.3.1 и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака.

Высушивание проводят при тех же условиях до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний составит не более 0,002 г.

7.6.1.5. Проведение анализа

В подготовленный к анализу тигель вносят от 2,0 до 2,5 г анализируемой пробы карбоната натрия, тигель закрывают крышкой и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака. Затем анализируемую пробу в открытом тигле вместе с крышкой помещают в сушильный шкаф, осуществляют медленный подъем до температуры 300 °С и сушат в течение 3 ч.

После этого тигель с высушенной анализируемой пробой быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе над обезвоженным хлористым кальцием до температуры, не превышающей более чем на 3 °С температуру окружающего воздуха (см. 7.2.3.1), и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака.

Высушивание тигля с пробой повторяют с продолжительностью сушки от 1 до 2 ч до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний составит не более 0,002 г.

7.6.1.6 Обработка и оформление результатов анализа. Контроль точности результатов измерений

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

$$X_6 = \frac{(m - m_2)\,100}{m - m_1}, \qquad (7)$$

где m – масса тигля с крышкой и анализируемой пробой до высушивания, г;

m_2 – масса тигля с крышкой и анализируемой пробой после высушивания, г;

100 – коэффициент пересчета результата в проценты;

m_1 – масса сухого тигля с крышкой, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{6ср}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух последовательных определений, полученными в условиях повторяемости при $P = 95$ %, не превышает предела повторяемости $r = 0,25$ %.

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

Границы относительной погрешности определений массовой доли потерь при высушивании карбонатов натрия Е500(i) ± 0,2 % при $P = 95$ %.

7.6.2 Определение массовой доли потерь при высушивании гидрокарбоната натрия Е500(ii)

7.6.2.1 Средства измерений, посуда, материалы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0005 г.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Эксикатор 2–250 по ГОСТ 25336.

Силикагель по ГОСТ 3956.

Рукавицы тканевые или держатель для стаканчика.

Стаканчики для взвешивания СН-60/14 или СН-34/12 по ГОСТ 25336.

Допускается применение других средств измерений, посуды и материалов, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам, и обеспечивающих необходимую точность измерения.

7.6.2.2 Отбор проб по 7.1.

7.6.2.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.6.2.4 Подготовка к анализу

Открытый стеклянный стаканчик вместе с крышкой помещают в эксикатор, заполненный на 1/3 высушенным силикагелем, и выдерживают в условиях по 7.2.3.1 в течение 4 ч. Затем стаканчик закрывают крышкой и взвешивают с записью результата до четвертого десятичного знака.

Стаканчик с крышкой повторно выдерживают в эксикаторе при тех же условиях до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний составит не более 0,0005 г.

7.6.2.5 Проведение анализа

В подготовленный по 7.6.2.4 стаканчик вносят от 1 до 2 г анализируемой пробы гидрокарбоната натрия, стаканчик закрывают крышкой и взвешивают с записью результата до четвертого десятичного знака. Анализируемую пробу распределяют равномерным слоем постукиванием по стаканчику и выдерживают в открытом стаканчике вместе с крышкой в эксикаторе в условиях по 7.2.3.1 в течение 4 ч. Затем стаканчик с высушенной анализируемой пробой быстро закрывают крышкой и взвешивают с записью результата до четвертого десятичного знака.

Стаканчик с анализируемой пробой повторно выдерживают в эксикаторе при тех же условиях до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний составит не более 0,0005 г.

7.6.2.6 Обработка и оформление результата анализа. Контроль точности результатов измерений

Массовую долю потерь гидрокарбоната натрия при высушивании X_7, %, вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{(m - m_2)\,100}{m - m_1}, \qquad (8)$$

где m – масса стаканчика с крышкой и анализируемой пробой до высушивания, г;

m_2 – масса стаканчика с крышкой и анализируемой пробой после высушивания, г;

100 – коэффициент пересчета результата в проценты;

m_1 – масса сухого стаканчика с крышкой, г.

Вычисления проводят до четвертого десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{7ср}$, %, округленное до третьего десятичного знака, если выполняется условие

приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух последовательных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,0030 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не должно превышать предела воспроизводимости R = 0,0050 %.

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли потерь при высушивании гидрокарбоната натрия Е500(ii) ± 0,003 % при P = 95 %.

7.7 Определение pH водного раствора гидрокарбоната натрия Е500(ii) массовой долей 1 %

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

7.7.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.

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

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

Стаканчики для взвешивания СВ-14/8 или СВ-19/9 по ГОСТ 25336.

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

Палочка стеклянная оплавленная.

Цилиндр мерный 1–100–1 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоту, по ГОСТ 4517.

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

7.7.2 Отбор проб – по 7.1

7.7.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.7.4 Проведение определения

1 г анализируемой пробы гидрокарбоната натрия, взвешенной с записью результата до третьего десятичного знака, помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и растворяют при перемешивании в 99 $см^3$ дистиллированной воды.

В стакан вместимостью 50 $см^3$ помещают (40 ± 5) $см^3$ раствора гидрокарбоната натрия, погружают в раствор электроды pH-метра и измеряют pH раствора при температуре (20 ± 5) °С в соответствии с инструкцией к прибору.

7.7.5 Обработка и оформление результатов анализа. Контроль точности результатов измерений

Результаты определения записывают до второго десятичного знака.

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

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

Границы абсолютной погрешности определения pH водного раствора гидрокарбоната натрия Е500(ii) массовой долей 1 % + 0,1 ед. pH при P = 95 %.

7.8 Тест на нерастворимые в воде вещества в гидрокарбонате натрия Е500(ii)

Метод основан на визуальной оценке мутности раствора пищевого гидрокарбоната натрия Е500(ii).

7.8.1 Средства измерений, посуда

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,1 г.

Цилиндр 1(3)–100–1 по ГОСТ 1770.

Пробирки П1-16–150 ХС по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения.

7.8.2 Отбор проб — по 7.1.

7.8.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.8.4 Проведение анализа

1,0 г анализируемой пробы гидрокарбоната натрия, растворяют в пробирке в 20 $см^3$ дистиллированной воды и сравнивают мутность раствора с дистиллированной водой (20 $см^3$), помещенной в аналогичную пробирку.

Не должно наблюдаться мутности в анализируемом растворе.

7.9 Тест на соли аммония в гидрокарбонате натрия Е500 (ii)

Метод основан на визуальном сравнении цветности раствора пищевого гидрокарбоната натрия Е500 (ii) со стандартным раствором.

7.9.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,1 г.

Стаканчики для взвешивания СВ-14/8(19/9) по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные 1–100(500)–1 по ГОСТ 1770.

Стаканы В(Н)-1–50(250) ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Воронка В-75–110(140)ХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 2–2–1–5(10) по ГОСТ 29227.

Колбы $К_н$-1–250–34 ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы 1–100(500,1000)–1 по ГОСТ 1770.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Реактив Несслера.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

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 Приготовление стандартного раствора с содержанием NH_4^+ 1 мг в 1 $см^3$

Стандартный раствор с содержанием NH_4^+ 1 мг в 1 $см^3$, готовят по ГОСТ 4212 (пункт 3) из хлористого аммония.

Срок хранения раствора в условиях по 7.2.3.1 — не более 1 мес.

7.9.4.2 Приготовление стандартного раствора, содержащего 0,01 мг NH_4^+ в 1 $см^3$

Стандартный раствор, содержащий 0,01 мг NH_4^+ в 1 $см^3$, готовят точным разбавлением дистиллированной водой 1 $см^3$ раствора по 7.9.4.1 в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$.

Раствор используют свежеприготовленным.

7.9.4.3 Приготовление раствора гидроокиси натрия массовой долей 30 %

Раствор гидроокиси натрия массовой долей 30 % готовят растворением 150 г гидроокиси натрия дистиллированной водой в колбе вместимостью 500 $см^3$.

Срок хранения раствора в условиях по 7.2.3.1 — не более 6 мес.

7.9.4.4 Приготовление реактива Несслера

Реактив Несслера готовят по ГОСТ 4517 (пункт 2.135).

7.9.5 Проведение анализа

1,0 г анализируемой пробы пищевого гидрокарбоната натрия растворяют в колбе вместимостью 250 $см^3$ в 30 $см^3$ дистиллированной воды, прибавляют 4 $см^3$ раствора гидроокиси натрия по 7.9.4.3 и 1 $см^3$ реактива Несслера по 7.9.4.4 и оставляют на 5 мин.

Одновременно готовят раствор сравнения. В колбу вместимостью 250 $см^3$ вносят 30 $см^3$ дистиллированной воды, 1 $см^3$ стандартного раствора по 7.9.4.2, 4 $см^3$ раствора гидроокиси натрия по 7.9.4.3 и 1 $см^3$ реактива Несслера по 7.9.4.4 и оставляют на 5 мин.

Спустя 5 мин окраска раствора с анализируемой пробой не должна быть интенсивнее окраски раствора сравнения.

7.10 Определение массовой доли хлористого натрия в пищевой добавке Е500(iii)

Метод основан на количественном определении хлористого натрия при использовании аргентометрического и обратного роданометрического титрования в азотнокислой среде в присутствии индикатора — железоаммонийных квасцов.

7.10.1 Средства измерений, посуда и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,001 г.

Бюретки 1–1–2–25(50)-0,1 по ГОСТ 29251.

Пипетки 1–2–1–5(10) по ГОСТ 29227.

Колбы Кн-1–250–34 ТХС по ГОСТ 25336.

Воронка В–36–80 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания СВ–14/8(19/9) по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2–500(1000)–2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1(3)–250(500)–1 по ГОСТ 1770.

Стаканы В(Н)-1–500 ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

Железоаммонийные квасцы (индикатор).

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х. ч.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, х. ч.

Воды дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

7.10.2 Отбор проб — по 7.1.

7.10.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.10.4 Подготовка к анализу

7.10.4.1 Приготовление раствора азотнокислого серебра молярной концентрацией c ($AgNO_3$) = 0,05 моль/$дм^3$ (0,05 н)

4,25 г азотнокислого серебра с записью взвешивания до второго десятичного знака растворяют в мерной колбе вместимостью 500 $см^3$.

Коэффициент поправки определяют перед использованием по ГОСТ 25794.3 (пункт 2.2.3).

Срок хранения раствора в плотно закрытой стеклянной посуде из темного стекла в защищенном от света месте в условиях по 7.2.3.1 — не более 6 мес.

7.10.4.2 Приготовление раствора роданистого аммония молярной концентрации c (NH_4SCN) = 0,05 моль/$дм^3$ (0,05 н)

Раствор роданистого аммония молярной концентрации c (NH_4SCN) = 0,05 моль/$дм^3$ (0,05 н) готовят растворением в дистиллированной воде от 3,80 г до 4,00 г роданистого аммония, взвешенного с записью результата до второго десятичного знака, в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$. Коэффициент поправки определяют один раз в месяц по ГОСТ 25794.3 (пункт 2.1.3).

Срок хранения раствора в условиях по 7.2.3.1 — не более 6 мес.

7.10.4.3 Приготовление железоаммонийных квасцов

Железоаммонийные квасцы массовой долей 8 % готовят растворением 8 г квасцов в 92 г дистиллированной воды.

Срок хранения раствора в условиях по 7.2.3.1 — не более 6 мес.

7.10.5 Проведение анализа

10 г анализируемой пробы пищевой добавки Е500(iii), взвешенной с записью результата до третьего десятичного знака, растворяют в 50 $см^3$ дистиллированной воды в конической колбе вместимостью 250 $см^3$, добавляют 0,2 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и перемешивают. Затем прибавляют 1,0 $см^3$ железоаммонийных квасцов по 7.10.4.3 и 1,0 $см^3$ раствора роданистого аммония по 7.10.4.2 и титруют раствором азотнокислого серебра по 7.10.4.1 до обесцвечивания красного цвета раствора. После этого проводят обратное титрование раствором роданистого аммония до появления слабого красного окрашивания.

7.10.6 Обработка и оформление результатов анализа

Массовую долю хлористого натрия в пищевой добавке Е500(iii), X_9, %, вычисляют по формуле

$$X_9 = \frac{(V_1 K_1 - V_2 K_2)\, 2{,}922 \cdot 100}{m\, 1000}, \qquad (9)$$

где V_1 – объем раствора азотнокислого серебра молярной концентрацией c ($AgNO_3$) = 0,05 моль/$дм^3$, пошедший на титрование, $см^3$;

K_1 – поправочный коэффициент титра раствора азотнокислого серебра, определяемый по ГОСТ 25794.3;

V_2 – объем роданистого аммония молярной концентрации c (NH_4SCN) = 0,05 моль/$дм^3$, $см^3$;

K_2 – поправочный коэффициент титра раствора роданистого аммония, определяемый по ГОСТ 25794.3;

2,922 — эквивалентная масса хлористого натрия, соответствующая 1 $см^3$ раствора азотнокислого серебра молярной концентрацией c ($AgNO_3$) = 0,05 моль/$дм^3$, мг/$см^3$;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m — масса анализируемой пробы по 7.10.5, г;

1000 — коэффициент пересчета мг в г.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

7.10.7 Контроль точности результатов измерений

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{9ср}$, %, округленное до второго десятичного знака после запятой, если выполняются условия приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух последовательных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,020 %;

Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости R = 0,040 %;

Границы абсолютной погрешности метода определения массовой доли хлористого натрия в пищевой добавке Е500(iii) ± 0,02 % при P = 95 %.

7.11 Определение массовой доли воды в пищевой добавке Е500(iii)

7.11.1 Обработка и оформление результатов анализа

Массовую долю воды в пищевой добавке Е500(iii), X_{10}, %, вычисляют по формуле

$$X_{10} = 100 - (X_3 + X_5 + X_9), \qquad (10)$$

где 100 — суммарное содержание карбоната натрия, гидрокарбоната натрия и хлористого натрия в пищевой добавке Е500(iii);

X_3 — массовая доля гидрокарбоната натрия, вычисляемая по (4), %;

X_5 — массовая доля карбоната натрия, вычисляемая по (6), %;

X_9 — массовая доля хлористого натрия, вычисляемая по (9), %;

Вычисления проводят до первого десятичного знака.

7.11.2 Контроль точности результатов измерений

Границы абсолютной погрешности определения массовой доли воды в пищевой добавке Е500(iii) ± 0,3 % при P = 95 %.

7.12 Определение массовой доли (содержания) железа в пищевой добавке E500(iii)

Метод основан на образовании в кислой среде окрашенного в красный цвет комплекса роданида железа (III) и визуальной оценке при сравнении цветности растворов с анализируемой пробой и со стандартным содержанием железа.

7.12.1 Средства измерений, посуда, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.

Стаканчики для взвешивания СВ-14/8 (19/9) по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные 1–100(500)–1 по ГОСТ 1770.

Колбы 1(2)–100(1000)–2 по ГОСТ 1770.

Стаканы В(Н)–1–50(250) ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Воронки В-75–110(140) ХС по ГОСТ 25336.

Колбы Кн-1–250–34 ТХС по ГОСТ 25336.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, х. ч.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 массовой долей 36 %, х. ч.

Железоаммонийные квасцы (Fe, III), ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

7.12.2 Отбор проб — по 7.1.

7.12.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.12.4 Подготовка к анализу

7.12.4.1 Приготовление раствора роданистого аммония

7,60 г роданистого аммония взвешивают с записью результата до второго десятичного знака и растворяют в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$.

Срок хранения раствора в плотно закрытой стеклянной посуде из темного стекла в условиях по 7.2.3.1 — не более 6 мес.

7.12.4.2 Приготовление раствора соляной кислоты массовой долей 10 %

Раствор соляной кислоты массовой долей 10 % готовят разбавлением в дистиллированной воде 246 $см^3$ концентрированной соляной кислоты массовой долей 36 % в колбе вместимостью 1000 $см^3$.

Срок хранения раствора в условиях по 7.2.3.1 — не более 6 мес.

7.12.4.3 Приготовление раствора с содержанием железа (III) 1 мг в 1 $см^3$

Раствор с содержанием железа (III) 1 мг в 1 $см^3$ готовят из железоаммонийных квасцов [$Fe\ NH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$] по ГОСТ 4212 (пункт 15).

Срок хранения раствора в условиях по 7.2.3.1 — не более 6 мес.

7.12.4.4 Приготовление раствора, содержащего 0,01 мг Fe(III) в 1 $см^3$

Раствор, содержащий 0,01 мг Fe(III) в 1 $см^3$, готовят разбавлением 1 $см^3$ раствора по 7.12.4.3 дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$.

Раствор используют свежеприготовленным.

7.12.5 Проведение анализа

0,500 г анализируемой пробы растворяют в колбе вместимостью 250 $см^3$ в 10 $см^3$ соляной кислоты по 7.12.4.2 и 50 $см^3$ дистиллированной воды, добавляют 0,040 г кристаллов надсернокислого аммония и 10 $см^3$ роданистого аммония по 7.12.4.1.

Одновременно готовят раствор сравнения. Для этого в колбу вместимостью 250 $см^3$ вносят 1 $см^3$ раствора железа (III) по 7.12.4.4, 58 $см^3$ дистиллированной воды, 2 $см^3$ соляной кислоты по 7.12.4.2, 0,040 г кристаллов надсернокислого аммония и 10 $см^3$ роданистого аммония по 7.12.4.1.

Пищевая добавка E500(iii) выдерживает испытание «массовая доля (содержание) железа» не более 20 млн$^{-1}$ (мг/кг), если окраска раствора анализируемой пробы красного цвета и не интенсивнее окраски раствора сравнения.

7.13 Определение содержания токсичных элементов

7.13.1 Отбор проб — по 7.1.

7.13.2 Массовую долю свинца определяют по ГОСТ 26932, ГОСТ 30178 или ГОСТ 30538.

7.13.3 Массовую долю мышьяка определяют по ГОСТ 26930, ГОСТ 30538.

7.13.4 Массовую долю ртути определяют по ГОСТ 26927.

8 Транспортирование и хранение

8.1 Пищевые карбонаты натрия перевозят в закрытых транспортных средствах всеми видами транспорта с правилами транспортирования грузов, действующими на данном виде транспорта.

8.2 Пищевые карбонаты натрия хранят в упаковке изготовителя в сухих отапливаемых складских помещениях на деревянных стеллажах или поддонах при температуре от 10 °С до 30 °С относительной влажности воздуха не более 70 %.

8.4 Не допускается совместное хранение пищевых карбонатов натрия с другими веществами.

8.5 Срок годности пищевых карбонатов натрия устанавливает изготовитель.

Рекомендуемый срок годности пищевых карбонатов натрия — два года со дня изготовления.

Библиография

[1] ТР ТС 029/2012 Технический регламент Таможенного союза «Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов и технологических вспомогательных средств»

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

[3] ТР ТС 005/2011 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности упаковки»

[4] ТР ТС 022/2011 Технический регламент Таможенного союза «Пищевая продукция в части ее маркировки»

[5] ИСО 2859-1:1999 Процедуры выборочного контроля по качественным признакам. Часть 1. Планы выборочного контроля с указанием приемлемого уровня качества (AQL) для последовательного контроля партий

УДК 663.05:006.354 МКС 67.220.20

Ключевые слова: пищевая добавка, пищевые карбонаты натрия, классификация, E500(i) карбонаты натрия безводный, моногидрат и декагидрат, E500(ii) гидрокарбонат натрия, E500(iii) смесь солей карбоната натрия и гидрокарбоната натрия, показатели качества и безопасности, упаковка, маркировка, приемка, методы контроля, транспортирование и хранение

Подписано в печать 03.03.2015.Формат 60х84⅛.
Усл. печ. л. 3,72. Тираж 31 экз. Зак. 1011

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»,
123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru