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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й
С Т А Н Д А Р Т

ГОСТ
31725—
2012

Добавки пищевые
НАТРИЯ ФОСФАТЫ Е339

Общие технические условия

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2013

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 ПОДГОТОВЛЕН 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 15 ноября 2012 г. № 42)

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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Кыргызстан	KG	Кыргыстанстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1679-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31725—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2013 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 52823—2007

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта публикуется в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты».

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 или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты»

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Классификация	2
4 Общие технические требования.	3
4.1 Характеристики	3
4.2 Требования к сырью	5
4.3 Упаковка	5
4.4 Маркировка	5
5 Требования безопасности	5
6 Правила приемки	6
7 Методы контроля	7
7.1 Отбор проб	7
7.2 Определение органолептических показателей.	8
7.3 Тест на натрий-ион	8
7.4 Тесты на фосфат-ионы.	9
7.5 Тест на свободную ортофосфорную кислоту и ее двузамещенную натриевую соль	10
7.6 Определение массовой доли основного вещества	11
7.7 Определение массовой доли общей пятиокиси фосфора	13
7.8 Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ	15
7.9 Определение pH водного раствора	16
7.10 Определение массовой доли потерь при высушивании.	17
7.11 Определение массовой доли потерь при прокаливании	18
7.12 Определение массовой доли фторидов	19
7.13 Определение массовой доли мышьяка	19
7.14 Определение массовой доли свинца	19
8 Транспортирование и хранение	19
9 Рекомендации по применению	19

Поправка к ГОСТ 31725—2012 Добавки пищевые. Натрия фосфаты Е339. Общие технические условия

В каком месте	Напечатано	Должно быть	
Предисловие. Таблица согла- сования	—	Армения	AM Минэкономразвития Республики Армения

(ИУС № 6 2019 г.)

Добавки пищевые

НАТРИЯ ФОСФАТЫ Е339

Общие технические условия

Food additives. Sodium phosphates E339. General specifications

Дата введения — 2013—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку фосфаты натрия Е339, представляющую собой 1-замещенные (i), 2-замещенные (ii) и 3-замещенные (iii) натриевые соли ортофосфорной кислоты (далее — пищевые монофосфаты натрия) и предназначенную для использования в пищевой промышленности.

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ ИСО 2859-1—2009 Статистические методы. Процедуры выборочного контроля по альтернативному признаку. Часть 1. Планы выборочного контроля последовательных партий на основе приемлемого уровня качества

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

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

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

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 245—76 Реактивы. Натрий фосфорнокислый однозамещенный 2-водный. 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 2226—88 (ИСО 6590-1—83, ИСО 7023—83) Мешки бумажные. 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 4198—75 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

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

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 31725—2012

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реагентов и растворов, применяемых при анализе
ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов
ГОСТ 5100—85 Сода кальцинированная техническая. Технические условия
ГОСТ 5789—78 Реактивы. Толуол. Технические условия
ГОСТ 6016—77 Реактивы. Спирт изобутиловый. Технические условия
ГОСТ 6259—75 Реактивы. Глицерин. Технические условия
ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 6825—91 (МЭК 81—84) Лампы люминесцентные трубчатые для общего освещения
ГОСТ 8515—75 Диаммний фосфат. Технические условия
ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. 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 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 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 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюretki. Часть 1. Общие требования
ГОСТ 30090—93 Мешки и мешочные ткани. Общие технические условия
ГОСТ 31638—2012 Добавки пищевые. Натрия и калия трифосфаты Е451. Технические условия

П р и м е ч а н и е — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Классификация

Пищевые монофосфаты натрия (Е339) подразделяют на ортофосфаты натрия:

- Е339(i), ортофосфат натрия 1-замещенный;
- Е339(ii), ортофосфат натрия 2-замещенный;
- Е339(iii), ортофосфат натрия 3-замещенный.

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

Таблица 1 — Обозначения, наименования, химические названия, формулы и молекулярные массы пищевых monoфосфатов натрия

Обозначение и наименование пищевого monoфосфата натрия	Химическое название	Формула	Молекулярная масса
E339(i) ортофосфат натрия 1-замещенный	Натрий фосфорнокислый 1-замещенный	NaH_2PO_4 (безводный)	119,98
	Натрий фосфорнокислый 1-замещенный 1-водный	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (моногидрат)	138,00
	Натрий фосфорнокислый 1-замещенный 2-водный	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (дигидрат)	156,01
E339(ii) ортофосфат натрия 2-замещенный	Натрий фосфорнокислый 2-замещенный	Na_2HPO_4 (безводный)	141,98
	Натрий фосфорнокислый 2-замещенный 2-водный	$\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (дигидрат)	177,99
	Натрий фосфорнокислый 2-замещенный 7-водный	$\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (гептагидрат)	268,06
	Натрий фосфорнокислый 2-замещенный 12-водный	$\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ (додекагидрат)	358,14
E339(iii) ортофосфат натрия 3-замещенный	Натрий фосфорнокислый 3-замещенный	Na_3PO_4 (безводный)	163,94
	Натрий фосфорнокислый 3-замещенный 0,5-водный	$\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ (полугидрат)	172,95
	Натрий фосфорнокислый 3-замещенный 1-водный	$\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (моногидрат)	181,96
	Натрий фосфорнокислый 3-замещенный 12-водный	$\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ (додекагидрат)	380,12

4 Общие технические требования

4.1 Характеристики

4.1.1 Пищевые monoфосфаты натрия вырабатывают в соответствии с требованиями настоящего стандарта, по технологическим регламентам или инструкциям, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

4.1.2 Пищевые monoфосфаты натрия гигроскопичны или слабогигроскопичны, хорошо растворимы в воде и не растворимы в этаноле.

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

Таблица 2 — Органолептические показатели

Наименование показателя	E339(i)	E339(ii)	E339(iii)
Внешний вид	Порошок, кристаллы или гранулы	Безводная форма: порошок Гидратные формы: кристаллическое вещество в виде гранул	Порошок, кристаллы или гранулы
Цвет	Белый	Белый	Белый
Запах	Без запаха	Без запаха	Без запаха

ГОСТ 31725—2012

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

Т а б л и ц а 3 — Физико-химические показатели

Наименование показателя	Характеристика показателя
Тест на натрий-ион	Выдерживает испытание
Тесты на фосфат-ионы: $H_2PO_4^-$ HPO_4^{2-} PO_4^{3-}	Выдерживает испытание То же »
Тест на свободную ортофосфорную кислоту и ее 2-замещенную на- триевую соль в Е339(i)	Выдерживает испытание
Массовая доля основного вещества, %, не менее: Е339(i) Е339(ii) Е339(iii): безводный, полу- и моногидрат додекагидрат	97,0 98,0 97,0 92,0
Массовая доля общей пятиокиси фосфора (для безводной формы), % Е339(i) Е339(ii) Е339(iii)	От 57,0 до 60,0 включ. От 48,0 до 51,0 включ. От 40,0 до 43,5 включ.
Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,20
pH водного раствора с массовой долей монофосфата натрия 1 %: Е339(i) Е339(ii) Е339(iii)	От 4,2 до 4,6 включ. От 9,0 до 9,6 включ. От 11,5 до 12,5 включ.
Массовая доля потерь при высушивании, %, не более: Е339(i): безводный моногидрат дигидрат Е339(ii): безводный дигидрат гептагидрат додекагидрат	2,0 15,0 25,0 5,0 22,0 50,0 61,0
Массовая доля потерь при прокаливании, % Е339(iii): безводный, не более моногидрат, не более додекагидрат	2,0 11,0 От 45,0 до 58,0 включ.

4.1.5 По показателям, обеспечивающим безопасность, пищевые монофосфаты натрия должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 4.

Т а б л и ц а 4 — Показатели, обеспечивающие безопасность

Наименование показателя	Характеристика показателя
Массовая доля фторидов, мг/кг, не более: Е339(i) Е339(ii) Е339(iii)	10,0 50,0 50,0
Массовая доля мышьяка, мг/кг, не более	3,0
Массовая доля свинца, мг/кг, не более: Е339(i) Е339(ii) Е339(iii)	4,0 4,0 10,0

4.2 Требования к сырью

4.2.1 Для производства пищевых монофосфатов натрия используют следующее сырье:

- кислоту ортофосфорную марки А по ГОСТ 10678;
- натр едкий марки А по ГОСТ 11078;
- натрий углекислый по ГОСТ 83;
- натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201;
- соду кальцинированную марки Б по ГОСТ 5100.

4.2.2 Сырье должно обеспечивать качество и безопасность пищевых монофосфатов натрия.

4.3 Упаковка

4.3.1 Пищевые монофосфаты натрия 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.

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

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

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

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

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

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

4.4 Маркировка

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

- наименования пищевой добавки и ее индекса*;
- массовой доли основного вещества;
- наименования и местонахождения (юридический адрес) изготовителя;
- товарного знака изготовителя (при наличии);
- массы нетто;
- массы брутто;
- номера партии;
- даты изготовления;
- срока и условий хранения по 8.3 и 8.2;
- обозначения настоящего стандарта.

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

5 Требования безопасности

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

5.2 По степени воздействия на организм человека пищевые фосфаты натрия в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относятся к третьему классу опасности.

5.3 Работу с пищевыми монофосфатами натрия необходимо проводить в специальной одежде, с использованием средств индивидуальной защиты при соблюдении правил личной гигиены.

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

5.5 Контроль воздуха рабочей зоны осуществляют изготовитель в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

* Индекс в соответствии с Европейской системой кодификации пищевых добавок.

6 Правила приемки

6.1 Пищевые монофосфаты натрия принимают партиями.

Партией считают количество пищевых монофосфатов натрия, 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.

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

- наименование пищевой добавки и ее индекс;
- массовую долю основного вещества;
- наименование и местонахождение (юридический адрес) изготовителя;
- номер партии;
- дату изготовления;
- массу нетто;
- 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 6.9;
- обозначение настоящего стандарта.

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

6.4 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 ИСО 2859-1.

Выборку упаковочных единиц осуществляют методом случайного отбора в соответствии с таблицей 5.

Т а б л и ц а 5

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

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

6.6 Контроль массы нетто пищевых монофосфатов 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 монофосфатов натрия в каждой упаковочной единице — по 4.3.3.

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

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

6.7.2 Если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки и правильности маркировки, массе нетто пищевых монофосфатов натрия, больше или равно брако-

вочному числу (см. таблицу 5), контроль проводят на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Партию принимают, если выполняются условия 6.7.1.

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

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

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

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

6.8.3 Органолептические и физико-химические показатели пищевых монофосфатов натрия в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты испытаний распространяют только на пищевые монофосфаты натрия в этой упаковке.

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

7 Методы контроля

7.1 Отбор проб

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

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

Мгновенные пробы отбирают с помощью пробоотборников или металлических трубок, изготовленных из материала, не реагирующего с пищевыми монофосфатами натрия, погружая пробоотборник в пищевые монофосфаты натрия не менее чем на $\frac{3}{4}$ глубины.

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

Масса суммарной пробы должна быть не менее 500 г.

7.1.2 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 скосенными ребрами ссыпают с двух противоположных сторон на середину так, чтобы образовался валик. Суммарную пробу с концов валика также ссыпают на середину стола, снова ее разравнивают слоем от 1,0 до 1,5 см в виде квадрата и планкой делят по диагонали на четыре треугольника. Две противоположные части пробы отбрасывают, а две оставшиеся соединяют, перемешивают и вновь делят на четыре треугольника. Операцию повторяют до тех пор, пока масса суммарной пробы не достигнет 500 г.

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

Емкость с первой частью пробы используют для испытаний.

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

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

- наименование пищевой добавки и ее индекс;
- массовая доля основного вещества;
- 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.

7.2 Определение органолептических показателей

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

7.2.1 Средства измерений, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания $\pm 0,1$ 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 диапазоном измерения от 0 °С до 50 °С, ценой деления 0,5 °С по ГОСТ 28498.

Бумага белая.

Стаканчик СВ—34/12 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (3)—100 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.2.2 Отбор проб — по 7.1.

7.2.3 Условия проведения испытаний

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

7.2.4 Проведение испытаний

7.2.4.1 Внешний вид и цвет пищевых монофосфатов натрия 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.

7.2.4.2 Для определения запаха готовят раствор массовой долей 2 %. Для этого растворяют навеску массой 2 г в 98 см³ дистиллированной воды в стакане вместимостью 250 см³. Чистый, без постороннего запаха стаканчик заполняют на 100 см³ приготовленным раствором. Стаканчик закрывают крышкой и выдерживают в течение 1 ч при температуре воздуха (20 \pm 5) °С.

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

7.3 Тест на натрий-ион

Метод основан на качественном определении натрий-ионов по образованию желтого осадка с раствором уранилацетатцинка или по окрашиванию бесцветного пламени в желтый цвет.

7.3.1 Средства измерений, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания $\pm 0,01$ 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 П 2–21–70 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.

7.3.2 Отбор проб — по 7.1.

7.3.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.3.4 Подготовка к испытанию

7.3.4.1 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).

7.3.4.2 Приготовление раствора уранилацетата цинка массовой долей 5 %

Навеску уранилацетата цинка массой 2,5 г растворяют при нагревании в 42,5 см³ дистиллированной воды и 5 см³ разбавленной уксусной кислоты по 7.3.4.1.

7.3.4.3 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).

7.3.5 Проведение испытания

Способ 1. Навеску пробы массой от 1,0 до 1,5 г растворяют в 100 см³ дистиллированной воды. К 5 см³ раствора добавляют пипеткой от 1 до 2 см³ разбавленной уксусной кислоты по 7.3.4.1, если необходимо, фильтруют, затем добавляют пипеткой 1 см³ раствора уранилацетата цинка. Образование желтого кристаллического осадка подтверждает присутствие в растворе ионов натрия.

Способ 2. Кристаллы пищевыхmonoфосфатов натрия, смоченные разбавленной соляной кислотой по 7.3.4.3, при внесении на платиновой проволоке в бесцветное пламя должны окрашивать пламя в желтый цвет. Окрашивание бесцветного пламени в желтый цвет подтверждает присутствие ионов натрия.

7.4 Тесты на фосфат-ионы

Методы основаны на качественном определении фосфат-ионов.

7.4.1 Тест на фосфат-ион ($H_2PO_4^-$)

Метод основан на качественном определении фосфат-ионов по образованию желтого осадка с раствором азотнокислого серебра.

7.4.1.1 Средства измерений, материалы, реактивы

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

Пипетки 2–2–1–5(10) по ГОСТ 29227.

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

Пробирки П 2–21–70 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (3)–100 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ч.

7.4.1.2 Отбор проб — по 7.1.

7.4.1.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.4.1.4 Подготовка к испытанию

Раствор азотной кислоты массовой долей 10 %, плотностью 1,055 г/см³ готовят по ГОСТ 4517.

Раствор азотнокислого серебра массовой долей 4,2 % готовят растворением 4,2 г азотнокислого серебра в 95,8 см³ дистиллированной воды, подкисленной пятью каплями азотной кислоты; хранят в емкости из темного стекла.

7.4.1.5 Проведение испытания

Навеску пробы массой от 1,0 до 1,5 г растворяют в 100 см³ дистиллированной воды. К 5 см³ раствора добавляют пипеткой 1 см³ раствора азотнокислого серебра. К образовавшемуся осадку желтого цвета добавляют от 1,6 до 2,0 см³ разбавленной азотной кислоты по 7.4.1.4 до полного его растворения, что свидетельствует о наличии $H_2PO_4^-$ -ионов.

7.4.2 Тест на фосфат-ион (PO_4^{3-})

Метод основан на качественном определении фосфат-ионов по образованию яркого светло-желтого осадка с раствором молибденовокислого аммония.

7.4.2.1 Средства измерений, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания $\pm 0,01$ 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 П 2–21–70 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (3)–100 по ГОСТ 1770.

Палочка стеклянная.

Кислота молибденовая, ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.

7.4.2.2 Отбор проб — по 7.1.

7.4.2.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.4.2.4 Подготовка к испытанию

Навеску тонко измельченной в порошок молибденовой кислоты (85 %) массой 6,5 г, взвешенную до второго десятичного знака, растворяют в смеси 14 см³ дистиллированной воды и 14,5 см³ раствора аммиака массовой долей 10 %, приготовленного по ГОСТ 4517. Раствор охлаждают до комнатной температуры и медленно добавляют при перемешивании к смеси 40 см³ дистиллированной воды и 32 см³ азотной кислоты. Раствор хранят в темном месте. Если во время хранения образуется осадок, то для анализа используют только раствор над осадком.

7.4.2.5 Проведение испытания

Навеску пробы массой от 1,0 до 1,5 г растворяют в 100 см³ дистиллированной воды. К 5 см³ раствора добавляют пипеткой от 1 до 2 см³ концентрированной азотной кислоты, 5 см³ молибденокислого аммония и нагревают. Образование осадка яркого светло-желтого «канареечного» цвета подтверждает присутствие в растворе PO_4^{3-} -ионов.

7.4.3 Тест на фосфат-ионы (HPO_4^{2-} , PO_4^{3-})

Метод основан на качественном определении фосфат-ионов по образованию желтого осадка с раствором азотнокислого серебра.

7.4.3.1 Средства измерений, материалы, реактивы

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

Пипетки 2–2–1–5(10) по ГОСТ 29227.

Пробирки П 2–21–70 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (3)–100 по ГОСТ 1770.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, ч.

7.4.3.2 Отбор проб — по 7.1.

7.4.3.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.4.3.4 Подготовка к испытанию

Приготовление раствора азотнокислого серебра — по 7.4.1.4.

Раствор уксусной кислоты в соотношении (1:16) готовят разбавлением по объему уксусной кислоты массовой долей 99,5 % (одна часть) дистиллированной водой (16 частей).

7.4.3.5 Проведение испытания

Навеску пробы массой от 1,0 до 1,5 г растворяют в 100 см³ дистиллированной воды. Затем 5 см³ полученного раствора подкисляют раствором разбавленной уксусной кислоты по 7.4.4.4 и добавляют пипеткой 1 см³ раствора азотнокислого серебра. Образование осадка желтого цвета свидетельствует о наличии HPO_4^{2-} , PO_4^{3-} -ионов.

7.5 Тест на свободную ортофосфорную кислоту и ее двузамещенную натриевую соль

Метод основан на определении наличия свободной ортофосфорной кислоты и ее двузамещенной натриевой соли титрованием в присутствии индикатора метилового оранжевого.

7.5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы

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

Цилиндр 1 (3)–100 по ГОСТ 1770.

Стакан В(Н)–1–100 ТС(ТСХ) по ГОСТ 25336.

Бюretka 1–2–50–0,1 по ГОСТ 29251.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.

Метиловый оранжевый (индикатор).

7.5.2 Отбор проб — по 7.1.

7.5.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.5.4 Подготовка к испытанию

7.5.4.1 Раствор молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ моль/дм}^3$ готовят по ГОСТ 25794.1.

7.5.4.2 Раствор молярной концентрации $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ моль/дм}^3$ готовят по ГОСТ 25794.1.

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

7.5.5 Проведение испытания

Навеску пробы массой от 1,5 до 2,0 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в 40 см³ дистиллированной воды и титруют раствором гидроокиси натрия (не более 0,3 см³) или соответственно раствором серной кислоты (не более 0,3 см³). Переход окраски раствора от красной до оранжевой или соответственно от желтой до оранжевой в присутствии метилового оранжевого свидетельствует о том, что пищевая добавка Е339(i) выдерживает испытание на наличие свободной ортофосфорной кислоты и ее двузамещенной натриевой соли.

7.6 Определение массовой доли основного вещества

Метод основан на потенциометрическом титровании растворов пищевого монофосфата натрия в интервале pH от 4,4 до 9,2.

7.6.1 Средства измерений, вспомогательные устройства и реагенты

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

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

Мешалка магнитная.

Цилиндр мерный 1–100–1 по ГОСТ 1770.

Стакан В(Н)1–100 (150, 250) ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Бюretteка 1–2–50–0,1 по ГОСТ 29251.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректифицированный.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.

Натрий фосфорнокислый однозамещенный 2-водный по ГОСТ 245, ч.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, ч.

Тимолфталеин (индикатор). Метиловый оранжевый (индикатор). Фенолфталеин (индикатор).

7.6.2 Отбор проб — по 7.1.

7.6.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.6.4 Определение массовой доли основного вещества пищевого монофосфата натрия Е339(i)

7.6.4.1 Подготовка к испытанию

Раствор молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ моль/дм}^3$ готовят по ГОСТ 25794.1. Спиртовой раствор с массовой долей тимолфталеина 0,1 % готовят по ГОСТ 4919.1.

7.6.4.2 Проведение испытания

Навеску пробы массой 4 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в стакан вместимостью 150 см³, растворяют в 50 см³ дистиллированной воды и титруют из бюretteки при перемешивании раствора магнитной мешалкой раствором гидроокиси натрия до pH 9,2. Измерение pH производят при температуре $(20,0 \pm 0,5)^\circ\text{C}$ на pH-метре в соответствии с инструкцией к прибору.

Допускается проводить определение с индикацией эквивалентной точки по тимолфталеину.

7.6.4.3 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества пищевого монофосфата натрия Е339(i), $X_1, \%$, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{VM \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где V — объем $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ моль/дм}^3$ раствора, израсходованный на титрование пробы до pH 9,2, см³;

M — масса пищевого монофосфата натрия, соответствующая 1 см³ $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ моль/дм}^3$ раствора,

г; $M(\text{NaH}_2\text{PO}_4) = 0,1200$ г, $M(\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 0,1380$ г, $M(\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,1560$ 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 $0,2\%$.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 95\%$, не должен превышать $0,4\%$.

Границы абсолютной погрешности метода измерений пищевого монофосфата натрия Е339(i) $\pm 0,3\%$ при $P = 95\%$.

7.6.5 Определение массовой доли основного вещества пищевого монофосфата натрия Е339(ii)

7.6.5.1 Подготовка к испытанию

Раствор молярной концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм³ готовят по ГОСТ 25794.1.

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

7.6.5.2 Проведение испытания

Навеску пробы массой 1,5 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в стакан вместимостью 250 см³, растворяют в 100 см³ дистиллированной воды и титруют из бюретки при перемешивании раствора магнитной мешалкой раствором соляной кислоты до pH 4,4. Измерение pH проводят при температуре (20,0 \pm 0,5) °C pH-метром в соответствии с инструкцией к прибору.

Допускается проводить определение с индикацией эквивалентной точки по метиловому оранжевому с применением раствора сравнения, содержащего в 100 см³ дистиллированной воды 2 г двуводного однозамещенного фосфорнокислого натрия и 2—3 капли раствора метилового оранжевого.

7.6.5.3 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества пищевого монофосфата натрия Е339(ii) $X_2\%$, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{VM \cdot 100}{m}, \quad (2)$$

где V — объем c (HCl) = 0,5 моль/дм³ раствора, израсходованный на титрование пробы до pH 4,4, см³;

M — масса пищевого монофосфата натрия, соответствующая 1 см³ c (HCl) = 0,5 моль/дм³ раствора, г; $M(\text{Na}_2\text{HPO}_4) = 0,0710$ г, $M(\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 0,0890$ г, $M(\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 0,1340$ г, $M(\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}) = 0,1791$ 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 $0,2\%$.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 95\%$, не должен превышать $0,4\%$.

Границы абсолютной погрешности метода измерений основного вещества пищевого монофосфата натрия Е339(ii) $\pm 0,3\%$ при $P = 95\%$.

7.6.6 Определение массовой доли основного вещества пищевого монофосфата натрия Е339(iii)

7.6.6.1 Подготовка к испытанию

Раствор молярной концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм³ готовят по ГОСТ 25794.1.

Раствор молярной концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм³ готовят по ГОСТ 25794.1.

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

Спиртовой раствор с массовой долей фенолфталеина 0,1 % готовят по ГОСТ 4919.1.

7.6.6.2 Проведение испытания

Навеску пробы массой 2 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в 50 см³ дистиллированной воды и титруют при перемешивании раствора магнитной мешалкой, сначала раствором соляной кислоты до pH 4,4, а затем — раствором гидроокиси натрия до pH 9,2. Измерение pH проводят при температуре (20,0 \pm 0,5) °C pH-метром в соответствии с инструкцией к прибору.

Удвоенный объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование до pH 9,2, сравнивают с объемом раствора соляной кислоты, израсходованным на титрование до pH 4,4. По меньшему из этих объемов вычисляют содержание монофосфата натрия.

Допускается проводить определение с индикацией первой эквивалентной точки по метиловому оранжевому, второй — по фенолфталеину. При этом перед титрованием по фенолфталеину к анализируемому раствору прибавляют 4 г хлористого натрия.

7.6.6.3 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества пищевого монофосфата натрия Е339(iii) $X_3, \%$, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{VM \cdot 100}{m} \quad (3)$$

или

$$X_3 = \frac{2VM \cdot 100}{m}, \quad (3)$$

где V — объем c (HCl) = 0,5 моль/дм³ раствора, израсходованный на титрование пробы до pH 4,4;

M — масса пищевого монофосфата натрия, соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты или гидроокиси натрия концентрации точно 0,5 моль/дм³, г; $M(Na_3PO_4) = 0,040985$ г, $M(Na_3PO_4 \cdot 0,5H_2O) = 0,04324$ г, $M(Na_3PO_4 \cdot H_2O) = 0,4549$ г, $M(Na_3PO_4 \cdot 12H_2O) = 0,09503$ г;

$2V_1$ — удвоенный объем точно c (NaOH) = 0,5 моль/дм³ раствора, израсходованный на титрование пробы до pH 9,2, см³;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса навески пробы, г.

Если объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, больше удвоенного объема раствора гидроокиси натрия, то анализируемый пищевой монофосфат натрия содержит свободную щелочь.

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 0,6 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 95 \%$, не должен превышать 0,8 %.

Границы абсолютной погрешности метода измерений основного вещества пищевого монофосфата натрия Е339(iii) $\pm 0,6 \%$ при $P = 95 \%$.

7.7 Определение массовой доли общей пятиокиси фосфора

Метод определения массовой доли общей пятиокиси фосфора проводится с целью идентификации пищевых монофосфатов натрия Е339(i), Е339(ii) и Е339(iii).

7.7.1 Экстракционно-фотометрический метод

Метод основан на экстракции пищевых монофосфатов натрия в виде фосфорномолибденового аммония смесью органических растворителей и последующем фотометрическом измерении оптической плотности растворов.

7.7.1.1 Средства измерений и реактивы

Колориметр фотоэлектрический со светофильтром с максимумом пропускания при длине волны (630 ± 10) нм и кюветами с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности одночного взвешивания $\pm 0,00001$ г.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения от 0 °C до 50 °C, ценой деления 1 °C по ГОСТ 28498.

Колбы 2—50—2, 2—100—2, 2—500—2, 2—1000—2, 2—2000—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2—2—1, 2—2—2, 2—2—5, 2—2—10, 2—2—25 по ГОСТ 29169.

Бюretka 1—1—2—25—0,1 по ГОСТ 29251.

Секундомер 2-го класса точности с емкостью шкалы счетчика 30 мин, с ценой деления 0,20 с.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, ч.

Спирт этиловый по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

Олово двуххлористое 2-водное.

Глицерин по ГОСТ 6259, ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.

Спирт изобутиловый по ГОСТ 6016, ч.

Толуол по ГОСТ 5789, ч. д. а.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, ч. д. а.

7.7.1.2 Отбор проб — по 7.1.

7.7.1.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.7.1.4 Подготовка к испытанию

а) Приготовление раствора серной кислоты

Раствор молярной концентрации с $(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4)$ = 0,7 моль/дм³ готовят следующим образом: к 980 см³ этилового спирта массовой долей 99,5 % и плотностью 0,789 г/см³, приготовленный по ГОСТ 4517, осторожно добавляют 20 см³ серной кислоты плотностью 1,84 г/см³.

б) Приготовление раствора молибденовокислого аммония

Навеску молибденовокислого аммония массой 100 г с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака растворяют в 800 см³ серной кислоты молярной концентрации с $(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4)$ = 10 моль/дм³, доводят объем раствора дистиллированной водой до 2000 см³. Раствор хранят в склянке из темного стекла с притертой пробкой и применяют через трое суток после его приготовления.

в) Приготовление раствора двуххлористого олова

Навеску двуххлористого олова массой 0,2 г с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака растворяют в смеси 50 см³ глицерина и 50 см³ этилового спирта. Раствор хранят при комнатной температуре и используют в течение семи суток.

г) Приготовление стандартного раствора фосфата с содержанием 0,1 мг пятиокиси фосфора в 1 см³

Навеску фосфорнокислого однозамещенного калия массой 1,9175 г с записью взвешивания до четвертого десятичного знака растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки и перемешивают. Пипеткой отбирают 10 см³ полученного раствора в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

д) Приготовление раствора сравнения

В мерную колбу вместимостью 100 см³ наливают 20 см³ дистиллированной воды, добавляют 25 см³ смеси растворителей, приготовленной смешиванием 12,5 см³ изобутилового спирта и 12,5 см³ толуола, 5 см³ раствора молибденовокислого аммония и энергично перемешивают в течение 15 с. Затем после отстаивания и разделения слоев отбирают пипеткой 5 см³ верхнего органического слоя в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют раствором серной кислоты, приготовленным по 7.7.1.4 а), до объема приблизительно 45 см³, добавляют 1 см³ раствора двуххлористого олова, доводят объем серной кислотой до метки и перемешивают.

е) Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см³ вносят 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см³ стандартного раствора монофосфата, что соответствует 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6 мг пятиокиси фосфора, разбавляют водой до объема приблизительно 20 см³, добавляют 25 см³ смеси растворителей, приготовленной смешиванием 12,5 см³ изобутилового спирта и 12,5 см³ толуола, 5 см³ раствора молибденовокислого аммония и немедленно энергично перемешивают в течение 15 с. Затем после отстаивания и разделения слоев отбирают пипеткой аликовые части по 5 см³ верхнего органического слоя, что соответствует 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,12 мг пятиокиси фосфора, в мерные колбы вместимостью 50 см³, разбавляют раствором серной кислоты, приготовленным по 7.7.1.4 а), до объема приблизительно 45 см³, добавляют 1 см³ раствора двуххлористого олова, доводят объем серной кислотой до метки и перемешивают.

Измерение оптической плотности приготовленных растворов проводят по отношению к раствору сравнения, приготовленному одновременно в тех же условиях, в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм при длине волны 630 нм.

По усредненным 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.

7.7.1.5 Проведение испытания

Навеску пробы массой от 0,04 до 0,05 г с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака растворяют в дистиллированной воде при температуре $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ в мерной колбе вместимостью 500 см³, доводят до метки и перемешивают. Пипеткой отбирают 10 см³ полученного раствора в мерную колбу вместимостью 100 см³. Далее приготовление раствора для испытания проводят по 7.7.1.4 д).

Измерение оптической плотности анализируемого раствора проводят в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм при длине волны 630 нм.

Массу пищевого монофосфата натрия в аликовтной части в пересчете на пятиокись фосфора определяют по градуировочному графику.

7.7.1.6 Обработка результатов

Массовую долю общей пятиокиси фосфора (безводная форма) X_4 , %, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot 500 \cdot 25 \cdot 100}{1000 \cdot 10 \cdot 5m} = \frac{m_1 \cdot 25}{m}, \quad (5)$$

где m_1 — масса пищевого монофосфата натрия в пересчете на пятиокись фосфора в аликовтной части раствора, найденная по градуировочному графику, мг;

500 — вместимость мерной колбы, см³;

25 — объем смеси растворителей (изобутилового спирта и толуола), см³;

100 — коэффициент пересчета результата в процентах;

1000 — коэффициент пересчета содержания пищевых монофосфатов натрия в пересчете на пятиокись фосфора из миллиграммов в граммы;

10 — объем растворенного пищевого монофосфата натрия, взятый на испытание, см³;

5 — аликовтная часть органического слоя, взятая на разведение по 7.7.1.4 д);

m — масса навески пробы, г.

Вычисления проводят с записью результата до третьего десятичного знака.

Окончательный результат округляют 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 0,15 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 95\%$, не должен превышать 0,30 %.

Границы абсолютной погрешности метода измерений массовой доли общей пятиокиси фосфора пищевых монофосфатов натрия $\pm 0,20\%$ при $P = 95\%$.

7.7.2 Потенциометрический метод — по ГОСТ 31638.

7.7.3 Фотоколориметрический метод — по ГОСТ 31638.

7.8 Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

Метод основан на растворении пищевых монофосфатов натрия в воде при определенных условиях и определении массовой доли нерастворимых в воде веществ.

7.8.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы

Тигель фильтрующий типа ТФ ПОР 16 по ГОСТ 25336.

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

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания $\pm 0,00001$ г.

Цилиндр мерный 1–100–1 по ГОСТ 1770.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.8.2 Отбор проб — по 7.1.

7.8.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.8.4 Проведение испытания

Навеску пробы массой 10 г с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 100 см³ горячей дистиллированной воды.

Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы (масса между последними двумя взвешиваниями не должна превышать 0,0002 г). Нераствори-

мый остаток на фильтре промывают горячей водой, высушивают в сушильном шкафу при температуре от 100 °С до 110 °С в течение 2 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают (разница между результатами двух последних взвешиваний не должна превышать 0,0002 г).

7.8.5 Обработка результатов

Массовую долю нерастворимых в воде веществ X_5 , %, вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}, \quad (6)$$

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 0,02 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 95\%$, не должен превышать 0,04 %.

Границы абсолютной погрешности измерений метода массовой доли нерастворимых в воде веществ $\pm 0,03\%$ при $P = 95\%$.

7.9 Определение pH водного раствора

Метод основан на определении показателя активности ионов водорода растворов пищевых монофосфатов натрия с массовой долей 1 % путем измерения pH при помощи pH-метра со стеклянным электродом.

7.9.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы

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

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

Термометр жидкостный стеклянный 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.

7.9.2 Отбор проб — по 7.1.

7.9.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.9.4 Проведение испытания

Навеску пробы массой 1,0 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 100 см³ 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 \pm 0,5) °С.

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

7.9.5 Обработка результатов измерений

Результаты измерений записывают до второго десятичного знака.

За окончательный результат определения pH принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, округленных 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 измерений pH $\pm 0,1$ ед. pH при $P = 95\%$.

7.10 Определение массовой доли потерь при высушивании

Метод основан на способности пищевых монофосфатов натрия Е339(и) и Е339(и), помещенных в сушильный шкаф, освобождаться от летучих веществ при температуре от 40 °С до 105 °С. Массовую долю потерь определяют по разности в массе навески пищевого монофосфата натрия до и после высушивания.

7.10.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного режима 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.

7.10.2 Отбор проб — по 7.1.

7.10.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.10.4 Проведение испытания для Е339(и)

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 при температуре 60 °С в течение 1 ч, затем при 105 °С в течение 4 ч. После этого стаканчик быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

7.10.5 Проведение испытания для Е339(иi)

Чистый пустой стаканчик для взвешивания сушат вместе с крышкой в открытом виде при температуре от 100 °С до 105 °С в сушильном шкафу в течение 30 мин, затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака. Высушивание до постоянной массы проводят до тех пор, пока разница между результатами двух параллельных определений не превысит 0,001 г.

Взвешивают в стаканчике пробу 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 при температуре 40 °С в течение 3 ч, затем при 105 °С в течение 5 ч. После этого стаканчик быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

7.10.6 Обработка результатов

Массовую долю потерь при высушивании пищевых монофосфатов натрия Е339(и) X_6 , %, вычисляют по формуле

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

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.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение X_6 , %, двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{X_{6_1} - X_{6_2}}{X_{6_{cp}}} 100 \leq r, \quad (8)$$

где X_{6_1} , X_{6_2} — результаты испытаний двух параллельных измерений массовой доли потерь при высушивании, %;

$X_{6_{cp}}$ — среднее значение двух параллельных измерений массовой доли потерь при высушивании, %;

r — значение предела повторяемости, приведенное в таблице 6.

Результат анализа представляют в виде:

$$X_{6_{\text{cp}}} \pm 0,01\delta X_{6_{\text{cp}}}, \text{ при } P = 0,95, \quad (9)$$

где $X_{6_{\text{cp}}}$ — 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 3, массовой доли потерь при высушивании приведены в таблице 6.

Т а б л и ц а 6

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

7.11 Определение массовой доли потерь при прокаливании

Метод основан на способности пищевых монофосфатов натрия Е 339(iii), помещенных в муфельную печь, освобождаться от летучих веществ при температуре от 120 °С до 800 °С. Массовую долю потерь определяют по разности в массе навески пищевого монофосфата натрия до и после прокаливания.

7.11.1 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 заданного режима 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 $\pm 0,0001$ г.

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336.

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

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.

7.11.2 Отбор проб — по 7.1.

7.11.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.11.4 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 прокаливают при температуре 120 °С в течение 2 ч, затем при 800 °С в течение 30 мин. После этого тигель быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

7.11.5 Обработка результатов

7.11.5.1 Массовую долю потерь при прокаливании пищевых монофосфатов натрия Е339(iii) X_7 , %, вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{(m - m_1)100}{m - m_2}, \quad (10)$$

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.

7.11.5.2 За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение $X_{7_{\text{ср}}}$, %, двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{X_{7_1} - X_{7_2}}{X_{7_{\text{ср}}}} 100 \leq r, \quad (11)$$

где X_{7_1} , X_{7_2} — результаты испытаний двух параллельных измерений массовой доли потерь при прокаливании, %;

$X_{7_{\text{ср}}}$ — среднее значение двух параллельных измерений массовой доли потерь при прокаливании, %;

r — значение предела повторяемости, приведенное в таблице 6.

Результат анализа представляют в виде:

$$X_{7_{\text{ср}}} \pm 0,01\delta X_{7_{\text{ср}}}, \text{ при } P = 0,95, \quad (12)$$

где $X_{7_{\text{ср}}}$ — среднеарифметическое значение результатов двух определений, признанных приемлемыми, %;

δ — границы относительной погрешности измерений, %.

Пределы повторяемости r и воспроизводимости R , а также показатель точности δ для диапазона измерений, в соответствии с таблицей 3, массовой доли потерь при прокаливании приведены в таблице 6.

7.12 Определение массовой доли фторидов

7.12.1 Отбор проб — по 7.1.

7.12.2 Условия проведения испытания — по 7.2.3.

7.12.3 Определение массовой доли фторидов — по ГОСТ 8515 (см. 3.9).

7.13 Определение массовой доли мышьяка

7.13.1 Отбор проб — по 7.1.

7.13.2 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.13.3 Определение массовой доли мышьяка — по ГОСТ 26930, ГОСТ 10485.

7.14 Определение массовой доли свинца

7.14.1 Отбор проб — по 7.1.

7.14.2 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.14.3 Определение массовой доли свинца — по ГОСТ 26932.

8 Транспортирование и хранение

8.1 Пищевыеmonoфосфатынатриятранспортируютвкрытыхтранспортныхсредствахвсемивидамитранспортавсоответствиисправиламитранспортированиягрузов,действующиминасоответствующихвидахтранспорта.

8.2 Пищевыеmonoфосфатынатрияхранятвупаковкеизготовителявсухомпрохладномместевкрытыхскладскихпомещениях.

8.3 Срок хранения пищевых monoфосфатов натрия — не более двух лет со дня изготовления.

9 Рекомендации по применению

9.1 Пищевую добавку Е339 используют в качестве регулятора кислотности, стабилизатора окраски, стабилизатора консистенции, эмульгатора, комплексообразователя, текстуратора и влагоудерживающего агента при производстве хлебобулочных и мучных кондитерских изделий, ликеро-водочных изделий, продукции мясной, рыбной, масложировой, консервной и молочной промышленности.

Пищевую добавку Е339 применяют в соответствии с нормативными правовыми актами государства, принялшего стандарт.

УДК 663.05:661.635.5:661.833:006.354

МКС 67.220.20

Н91

Ключевые слова: пищевая добавка, фосфаты натрия Е339, классификация, показатели качества и безопасности, упаковка, маркировка, правила приемки, методы испытаний, транспортирование и хранение, рекомендации по применению

Редактор *Н.В. Таланова*

Технический редактор *В.Н. Прусакова*

Корректор *М.И. Першина*

Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 19.04.2013. Подписано в печать 21.05.2013. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,75. Тираж 133 экз. Зак. 507.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

Изменение № 1 ГОСТ 31725—2012 Добавки пищевые. Натрия фосфаты Е339. Общие технические условия

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 86-П от 29.03.2016)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 12101

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: АМ, KG, KZ [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введение в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Содержание. Заголовок подраздела 7.13 изложить в новой редакции:

«7.13 Определение токсичных элементов»; подраздел 7.14 и раздел 9 исключить; дополнить элементом: «Библиография».

Раздел 1. Первый абзац после слова «промышленности» дополнить словами: «как регулятор кислотности, эмульгатор, влагоудерживающий агент, эмульгирующая соль и стабилизатор пищевых продуктов»; второй абзац исключить.

Раздел 2. Заменить ссылку: ГОСТ ИСО 2859-1—2009 на ГОСТ ISO 2859-1—2009*; дополнить сноской *:

«* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 2859-1—2007»;

исключить ссылки:

«ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 10485—75 Реактивы. Методы определения содержания примеси мышьяка»;

ссылки на ГОСТ 2226—88 (ИСО 6590-1—83, ИСО 7023—83), ГОСТ 18389—73 и их наименования заменить на:

«ГОСТ 2226—2013 Мешки из бумаги и комбинированных материалов. Общие технические условия

ГОСТ 18389—2014 Проволока из платины и сплавов на ее основе. Технические условия»;

дополнить ссылками:

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

ГОСТ ОИМЛ R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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

ГОСТ 26933—86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения кадмия

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

ГОСТ 31266—2004** Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка»;

дополнить сноской**:

«** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51766—2001»;

ГОСТ 31628—2012 Продукты пищевые и продовольственное сырье. Инверсионно-вольтамперометрический метод определения массовой концентрации мышьяка».

Пункт 4.1.1 изложить в новой редакции:

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

Пункт 4.1.4. Таблица 3. Исключить четвертую строку.

Пункт 4.1.5. Таблица 4. Исключить вторую и третью строки.

* Дата введение в действие на территории Российской Федерации — 2017—01—01.

Подраздел 4.1 дополнить пунктами 4.1.6 и 4.1.7:

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

4.1.7 Массовая доля основного вещества в пищевых монофосфатах натрия должна соответствовать требованиям [1] или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего стандарт».

Пункты 4.2.2, 4.3.4, 4.4.1, 4.4.2 и 5.3 изложить в новой редакции:

«4.2.2 Допускается применение аналогичного сырья, по показателям безопасности соответствующего требованиям [1] или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего стандарт, обеспечивающего получение пищевых монофосфатов натрия в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

4.3.4 Допускается применение других видов тары и упаковочных средств, обеспечивающих сохранность пищевых монофосфатов натрия при хранении и транспортировании и изготовленных из материалов, соответствующих требованиям, установленным [3] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

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

4.4.2 Маркировка транспортной упаковки 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.

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

Раздел 5 дополнить пунктом 5.6:

«5.6 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007».

Пункт 6.1. Второй абзац изложить в новой редакции:

«Партией считают количество пищевого монофосфата натрия, произведенное одним изготавителем по одному нормативному документу за один технологический цикл, в одинаковой упаковке, сопровождаемое товаросопроводительной документацией, обеспечивающей прослеживаемость продукции».

Пункт 6.2 исключить.

Пункт 6.4. Заменить обозначение: «ИСО» на «ISO»;

таблица 5. Графа «Число упаковочных единиц в партии, шт.». Заменить слово: «Число» на «Количество».

Пункт 6.9. Заменить слова: «и свинца» на «свинца, ртути и кадмия».

Пункт 7.1.3. Третий абзац. Заменить слова: «срок хранения» на «срока годности продукта».

Пункт 7.1.4. Второй абзац изложить в новой редакции:

«- полное наименование пищевой добавки и ее Е-номер»;

седьмой абзац. Заменить слово: «число» на «количество».

Пункт 7.2.1. Заголовок дополнить словом: «и посуда»; первый абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,1$ г»;

дополнить абзацем:

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

Подпункт 7.3.1. Заголовок дополнить словом: «, посуда»; первый абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,01$ г»;

второй и тринадцатый абзацы исключить;

дополнить абзацами (после первого):

«Горелка газовая.

Стаканчик для взвешивания СН-34/12 (45/13) по ГОСТ 25336»;

дополнить абзацем:

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

Подпункты 7.4.1.1 и 7.4.3.1. Заголовок изложить в новой редакции:

«Средства измерений, реактивы, посуда»; первый абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,01$ г»;

дополнить абзацем (после первого):

«Стаканчик для взвешивания СН-34/12 (45/13) по ГОСТ 25336»;

дополнить абзацем:

«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 ниже вышеуказанных».

Подпункт 7.4.1.5 после слов «раствора азотнокислого серебра» дополнить ссылкой: «по 7.4.1.4».

Пункт 7.4.2. Заголовок изложить в новой редакции:

«7.4.2. Тест на фосфат-ионы (PO_4^{3-} , HPO_4^{2-})».

Подпункт 7.4.2.1. Заголовок дополнить словами: «, вспомогательное устройство, посуда»; второй абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,01$ г»;

дополнить абзацем (после третьего):

«Стаканчик для взвешивания СН-34/12 (45/13) по ГОСТ 25336»;

десятый абзац исключить;

дополнить абзацем:

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

Подпункт 7.4.2.5. Заменить слова: « PO_4^{3-} -ионов» на «ионов HPO_4^{2-} и PO_4^{3-} ».

Подпункт 7.4.3.1 дополнить абзацем:

«Бумага индикаторная универсальная или лакмусовая».

Подпункт 7.4.3.5 после слов «уксусной кислоты по 7.4.4.4» дополнить словами: «до нейтрального значения рН».

Подраздел 7.4 дополнить пунктом 7.4.4:

«7.4.4 Тест на фосфат-ион ($\text{H}_2\text{PO}_4^{2-}$)

Метод основан на качественном определении фосфат-ионов по образованию яркого светло-желтого осадка с раствором молибденовокислого аммония.

7.4.4.1 Средства измерений, вспомогательное устройство, посуда, материалы, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,01$ 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.

Фильтр обеззоленный «синяя лента».

Кислота молибденовая, ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.

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

7.4.4.2 Отбор проб — по 7.1.

7.4.4.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.4.4.4 Подготовка к испытанию

Тонко измельченную в порошок молибденовую кислоту (85 %) массой 6,5 г, взвешенную до второго десятичного знака, помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в смеси 14 см³ дистиллированной воды и 14,5 см³ аммиака водного. Раствор охлаждают до комнатной температуры и медленно добавляют при перемешивании к хорошо охлажденной (0 °C — 5 °C) смеси 40 см³ дистиллированной воды и 32 см³ азотной кислоты плотностью 1,4 г/см³, выдерживают в течение 48 ч и фильтруют.

Раствор хранят в темном месте не более 1 мес. Если во время хранения образуется осадок, то для анализа используют только прозрачный раствор над осадком.

Раствор аммиака массовой долей 10 % готовят по ГОСТ 4517.

7.4.4.5 Проведение испытания

Анализируемую пробу массой от 1,0 до 1,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 100 см³ дистиллированной воды. К 5 см³ раствора добавляют пипеткой 5 см³ молибденокислого аммония и нагревают. К образовавшемуся осадку яркого «канареечно-желтого» цвета добавляют от 2,0 до 3,0 см³ раствора аммиака по 7.4.4.4 до полного его растворения, что свидетельствует о наличии H₂PO₄⁻-ионов.

Подраздел 7.5. Заголовок дополнить словами: «для Е339(i)».

Пункт 7.5.1. Заголовок изложить в новой редакции:

«7.5.1 Средства измерений, реактивы, посуда»; первый абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ ОИМЛ R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,01 г»;

дополнить абзацем (после первого):

«Стаканчик для взвешивания СН-34/12 (45/13) по ГОСТ 25336»;

четвертый абзац. Заменить слова: «Бюretка 1—2—50—0,1» на «Бюretка 1—2—5—0,1»;

дополнить абзацем:

«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 ниже вышеуказанных».

Подпункт 7.5.4.2. Заменить слова: «с (H₂SO₄) = 1 моль/дм³» на «с (1/2 H₂SO₄) = 1 моль/дм³».

Пункт 7.5.5. Изложить в новой редакции (кроме наименования):

«Навеску пробы массой 2 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в 40 см³ дистиллированной воды и титруют раствором гидроокиси натрия (не более 0,3 см³). Переход окраски раствора из оранжевой в желтую или соответственно из оранжевой в красную, в присутствии метилового оранжевого, свидетельствует об отсутствии свободной ортофосфорной кислоты и ее двузамещенной натриевой соли».

Пункт 7.6.1. Заголовок изложить в новой редакции:

«7.6.1 Средства измерений, вспомогательные оборудование и устройства, реактивы, посуда»; второй абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ ОИМЛ R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г»;

дополнить абзацем (после четвертого):

«Стаканчик для взвешивания СН-34/12 (45/13) по ГОСТ 25336»;

дополнить абзацем:

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

Подпункт 7.6.4.1 дополнить абзацем:

«Коэффициент поправки (K) раствора гидроокиси натрия молярной концентрации с (NaOH) = 1 моль/дм³ определяют по ГОСТ 25794.1 (п. 2.2.3), проверяют коэффициент поправки 1 раз в неделю».

Подпункт 7.6.4.3. Формулу (1) изложить в новой редакции:

$$\text{«}X_1 = \frac{VM \cdot 100 \cdot K}{m} \text{»; (1)};$$

экспликацию дополнить абзацем:

«K — коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия молярной концентрации с (NaOH) = 1 моль/дм³, определенный по 7.6.4.1».

Подпункт 7.6.6.1 дополнить абзацем:

«Коэффициент поправки (K) раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм³ определяют по ГОСТ 25794.1 (п. 2.2.3), проверяют коэффициент поправки 1 раз в неделю».

Подпункт 7.6.6.3. Формулы (3) изложить в новой редакции:

$$\text{«}X_3 = \frac{2 \cdot V_1 M \cdot 100 \cdot K_1}{m} \text{»;}$$

экспликация. Дополнить абзацем:

« K_1 — коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм³, определенный по 7.6.6.1»;

второй абзац. Заменить слова: « M (Na₃PO₄) = 0,040985 г» на « M (Na₃PO₄) = 0,04098 г».

Подпункт 7.7.1.1 Заголовок изложить в новой редакции:

«7.7.1.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, посуда»; третий абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0005 г»;

дополнить абзацем (после четвертого):

«Стаканчик для взвешивания СН-34/12 (45/13) по ГОСТ 25336»;

дополнить абзацем:

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

Подпункт 7.7.1.5 после слов «колбу вместимостью 100 см³» дополнить словами: «и разбавляют дистиллированной водой до объема 20 см³».

Пункт 7.8.1. Заголовок дополнить словом: «, посуда»; четвертый абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0005 г»;

дополнить абзацем (после пятого):

«Стаканчик для взвешивания СН-34/12 (45/13) по ГОСТ 25336»;

дополнить абзацем:

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

Пункт 7.8.4. Заменить значение: 0,0002 г на 0,0005 г (2 раза);

заменить слово: «(масса» на «(разница».

Пункт 7.9.1. Заголовок изложить в новой редакции:

«7.9.1. Средства измерений, реактивы, посуда»;

второй абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г»;

дополнить абзацем (после второго):

«Стаканчик для взвешивания СН-34/12 (45/13) по ГОСТ 25336»;

дополнить абзацем:

«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 ниже вышеуказанных».

Пункт 7.9.4 после слов «тщательно перемешивают» дополнить словом: «, охлаждают».

Пункты 7.10.1 и 7.11.1. Заголовок дополнить словом: «, посуда»; третий (п. 7.10.1) и четвертый (п. 7.11.1) абзацы изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г»;

дополнить абзацем:

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

Пункт 7.11.4 Второй абзац изложить в новой редакции:

«В тигле взвешивают пробу массой от 1 до 2 г с записью результата до третьего десятичного знака.

Затем тигель с пробой в открытом виде вместе с крышкой помещают в муфельную печь и сушат пробу при температуре 120 °С в течение 2 ч, затем увеличивают температуру до 800 °С и прокаливают при этой температуре в течение 30 мин. После этого тигель с пробой быстро закрывают крышкой, охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе и взвешивают».

Подраздел 7.13 изложить в новой редакции:

«7.13 Определение токсичных элементов

7.13.1 Отбор проб — по 6.1.

7.13.2 Массовую долю ртути определяют по ГОСТ 26927.

7.13.3 Массовую долю мышьяка определяют по ГОСТ 26930, ГОСТ 30538, ГОСТ 31628 или ГОСТ 31266**.

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51766—2001.

7.13.4 Массовую долю свинца определяют по ГОСТ 26932, ГОСТ 30178, ГОСТ 30538.

7.13.5 Массовую долю кадмия определяют по ГОСТ 26933, ГОСТ 30178».

Подраздел 7.14 исключить.

Пункт 8.3 изложить в новой редакции:

«8.3 Срок годности пищевых монофосфатов натрия устанавливает изготовитель согласно нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт».

Раздел 9 исключить.

Стандарт дополнить элементом «Библиография»:

«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».

Библиографические данные. Ключевые слова. Исключить слова: «рекомендации по применению».

(ИУС № 9 2016 г.)