МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31687—2012

Добавки пищевые

КАЛИЯ ФОСФАТЫ Е340

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 № 42 от 15 ноября 2012 г.)

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	Кыргызстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
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. № 1693-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31687—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2013 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 53069—2008

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта публикуется в ежемесячно издаваемом 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»

© Стандартинформ, 2013

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 2
4 Общие технические требования 3
4.1 Характеристики 3
4.2 Требования к сырью 4
4.3 Упаковка 4
4.4 Маркировка 5
5 Требования безопасности 5
6 Правила приемки 5
7 Методы контроля 7
7.1 Отбор проб 7
7.2 Определение органолептических показателей 7
7.3 Тест на калий-ион 8
7.4 Тесты на фосфат-ионы 9
7.5 Определение массовой доли основного вещества 10
7.6 Определение массовой доли общей пятиокиси фосфора 13
7.7 Определение массовой доли не растворимых в воде веществ 18
7.8 Определение pH водного раствора с массовой долей монофосфата калия 1 % 19
7.9 Определение массовой доли потерь при высушивании 19
7.10 Определение массовой доли потерь при прокаливании 20
7.11 Определение массовой доли фторидов 21
7.12 Определение массовой доли мышьяка 21
7.13 Определение массовой доли свинца 21
8 Транспортирование и хранение 21
9 Рекомендации по применению 22

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

Добавки пищевые

КАЛИЯ ФОСФАТЫ Е340

Общие технические условия

Food additives. Potassium phosphates E340. General specifications

Дата введения — 2013—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку фосфаты калия Е340, представляющую собой 1-замещенные (i), 2-замещенные (ii) и 3-замещенные (iii) калиевые соли ортофосфорной кислоты (далее — пищевые монофосфаты калия) и предназначенную для использования в пищевой промышленности.

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ ISO 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 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 2080—76 Натрий уксуснокислый технический. 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 4143—78 Реактивы. Калий углекислый кислый. Технические условия

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

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4221—76 Реактивы. Калий углекислый. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 4234—77 Реактивы. Калий 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 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 Диаммонийфосфат. Технические условия

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

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

ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 10485—75 Реактивы. Методы определения примеси мышьяка

ГОСТ 10678—76 Кислота ортофосфорная термическая. 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 19360—74 Мешки-вкладыши пленочные. Общие технические условия

ГОСТ 21205—83 Кислота винная пищевая. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. 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 26930—86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения мышьяка

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

ГОСТ 27752—88 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

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

ГОСТ 30090—93 Мешки и мешочные ткани. Общие технические условия

Примечание — 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

3.1 Пищевые монофосфаты калия (Е340) подразделяют на ортофосфаты калия 1-замещенные (i), 2-замещенные (ii) и 3-замещенные (iii). Наименования монофосфатов калия, их химические названия, формулы и молекулярные массы приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Характеристика пищевых монофосфатов калия

Обозначение и наименование пищевой добавки	Химическое название	Формула	Молекулярная масса
E340(i) ортофосфат калия 1-замещенный	Калий фосфорнокислый 1-замещенный	KH_2PO_4	136,09
E340(ii) ортофосфат калия 2-замещенный	Калий фосфорнокислый 2-замещенный	K_2HPO_4	174,18
	Калий фосфорнокислый 2-замещенный 3-водный	$K_2HPO_4 \cdot 3H_2O$	228,23
E340(iii) ортофосфат калия 3-замещенный	Калий фосфорнокислый 3-замещенный	K_3PO_4 (безводный)	212,27
	Калий фосфорнокислый 3-замещенный 1-водный	$K_3PO_4 \cdot H_2O$ (моногидрат)	230,27
	Калий фосфорнокислый 3-замещенный 3-водный	$K_3PO_4 \cdot 3\,H_2O$ (тригидрат)	266,27

4 Общие технические требования

4.1 Характеристики

4.1.1 Пищевые монофосфаты калия следует вырабатывать в соответствии с требованиями настоящего стандарта, по технологическим регламентам или инструкциям, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

4.1.2 Пищевые монофосфаты калия гигроскопичны или слабо гигроскопичны, хорошо растворимы в воде и нерастворимы в этаноле.

4.1.3 По органолептическим показателям пищевые монофосфаты калия должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

Таблица 2 — Органолептические показатели

Наименование показателя	E340(i)	E340(ii)	E340(iii)
Внешний вид	Порошок, кристаллы или гранулы	Кристаллы или гранулы	Кристаллы или гранулы
Цвет	Белый	Белый	Белый
Запах	Без запаха	Без запаха	Без запаха

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

Таблица 3 — Физико-химические показатели

Наименование показателя	Характеристика показателя
Тест на калий-ион	Выдерживает испытание
Тест на фосфат-ионы: $H_2PO_4^-$ HPO_4^{2-} PO_4^{3-}	 Выдерживает испытание То же »
Массовая доля основного вещества, %, не менее: E340(i) E340(ii) E340(iii)	 98,0 98,0 97,0

Окончание таблицы 3

Наименование показателя	Характеристика показателя
Тест на содержание пятиокиси фосфора (P_2O_5) (массовая доля для безводной формы), %: E340(i) E340(ii) E340(iii)	 От 51,0 до 53,0 включ. От 40,3 до 41,5 включ. От 30,5 до 33,0 включ.
Массовая доля не растворимых в воде веществ, %, не более	0,20
pH водного раствора с массовой долей монофосфата калия 1 %: E340(i) E340(ii) E340(iii)	 От 4,2 до 4,7 включ. От 8,7 до 9,3 включ. От 11,5 до 12,5 включ.
Массовая доля потерь при высушивании, %, не более: E340(i) E340(ii)	 2,0 5,0
Массовая доля потерь при прокаливании, %, не более E 340(iii): безводный моногидрат, тригидрат	 3,0 23,0

4.1.5 По показателям безопасности пищевые монофосфаты калия должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 4.

Таблица 4 — Показатели безопасности

Наименование показателя	Характеристика показателя
Массовая доля фторидов, мг/кг, не более	10,0
Массовая доля мышьяка, мг/кг, не более	3,0
Массовая доля свинца, мг/кг, не более	4,0

4.2 Требования к сырью

4.2.1 Для производства пищевых монофосфатов калия используют следующее сырье:
- ортофосфорную кислоту марки А по ГОСТ 10678;
- гидроокись калия по ГОСТ 24363;
- углекислый кислый калий по ГОСТ 4143;
- углекислый калий по ГОСТ 4221;
- хлористый калий по ГОСТ 4234.

3.2.2 Сырье должно обеспечивать качество и безопасность пищевых монофосфатов калия.

4.3 Упаковка

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

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 транспортной тары и упаковочных материалов, изготовленных из материалов, использование которых в контакте с пищевыми монофосфатами калия 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 калия, 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 калия наносят маркировку любым способом, обеспечивающим ее четкое обозначение, с указанием:

- наименования пищевой добавки и ее индекса*;
- наименования пищевого монофосфата калия;
- 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 Маркировка упаковочной единицы должна соответствовать требованиям ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционных знаков: «Беречь от влаги» и «Крюками не брать».

5 Требования безопасности

5.1 Пищевые монофосфаты калия нетоксичны, пожаро- и взрывобезопасны.

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

5.3 Работу с пищевыми монофосфатами калия необходимо проводить с использованием средств индивидуальной защиты при соблюдении правил личной гигиены, установленных инструкциями.

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

5.5 Контроль воздуха рабочей зоны осуществляет производитель в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

6 Правила приемки

6.1 Пищевые монофосфаты калия принимают партиями.

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

6.2 Документ, удостоверяющий качество и безопасность продукта, должен содержать следующую информацию:

- наименование пищевой добавки и ее индекс;
- наименование пищевого монофосфата калия;
- массовую долю основного вещества;
- наименование и местонахождение (юридический адрес) изготовителя;
- номер партии;
- дату изготовления;
- массу нетто продукта;
- срок хранения;
- органолептические и физико-химические показатели качества по настоящему стандарту и фактические;
- показатели безопасности по настоящему стандарту и фактические, определенные в соответствии с 6.9;
- обозначение настоящего стандарта.

---

* Индекс в соответствии с Европейской системой кодификации пищевых добавок.

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

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 ISO 2859-1.

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

Таблица 5

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

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

6.6 Контроль массы нетто пищевых монофосфатов калия в каждой упаковочной единице, попавшей в выборку, проводят по разности массы брутто и массы упаковочной единицы, освобожденной от содержимого. Предел допускаемых отрицательных отклонений от номинальной массы нетто пищевых монофосфатов калия в каждой упаковочной единице — по 4.3.3.

6.7 Приемка партии пищевых монофосфатов калия 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 калия, 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 калия, больше или равно браковочному числу (см. таблицу 5), контроль проводят на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Партию принимают, если выполняются условия 6.7.1.

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

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

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

6.8.2 При получении неудовлетворительных результатов по органолептическим и физико-химическим показателям хотя бы по одному из показателей проводят 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 калия в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты испытания распространяют только на продукцию в этой упаковке.

6.9 Порядок и периодичность контроля показателей безопасности (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 калия из разных мест каждой упаковочной единицы, отобранной по 6.4, отбирают мгновенные пробы. Масса мгновенной пробы должна быть не более 100 г.

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

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

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

Масса суммарной пробы должна быть не менее 500 г.

7.1.2 Для уменьшения суммарной пробы до 500 г может быть использован метод квартования. Для этого суммарную пробу высыпают на чистый стол и разравнивают тонким слоем в виде квадрата. Затем продукт деревянными планками со скошенными ребрами ссыпают с двух противоположных сторон на середину так, чтобы образовался валик. Продукт с концов валика также ссыпают на середину стола, и образец снова 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 и безопасности пищевых монофосфатов калия. 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;
- наименование пищевого монофосфата калия;
- массовая доля основного вещества;
- наименование и местонахождение изготовителя;
- номер партии;
- масса нетто 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 монофосфатов калия.

7.2.1 Средства измерений, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,1 г.

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

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

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

Стаканчик СВ — 34/12 по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная.

Бумага белая.

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

7.2.4.2 Для определения запаха готовят раствор массовой долей 2 %. Для этого растворяют навеску массой 2 г в 98 $см^3$ дистиллированной воды в стакане вместимостью 250 $см^3$. Чистый, без постороннего запаха стаканчик заполняют на 100 $см^3$ приготовленным раствором. Стаканчик закрывают крышкой и выдерживают в течение 1 ч при температуре воздуха (20 ± 5) °С.

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

7.3 Тест на калий-ион

Метод основан на качественном определении калий-ионов.

7.3.1 Средства измерений, реактивы

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

Пипетки 2-2-1-5(10) по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1(3)-100 по ГОСТ 1770.

Пробирки П 2-21-70 по ГОСТ 25336.

Фильтр обеззоленный.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота винная по ГОСТ 21205, ч.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 2080, ч.

Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, ч.

Натрий гексанитрокобальтат, раствор массовой долей 5 %, ч.д.а.

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 винной кислоты массовой долей 1 %

Навеску винной кислоты массой 1 г с записью взвешивания до первого десятичного знака растворяют в 99,0 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор применяют свежеприготовленным.

7.3.4.2 Раствор уксуснокислого натрия массовой долей 5 % готовят по ГОСТ 4517.

7.3.4.3 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).

7.3.4.4 Приготовление раствора гексанитрокобальтата натрия с массовой долей 5 %

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

7.3.5 Проведение испытания

Способ 1. Навеску пробы массой от 1,0 до 1,5 г растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды. К 2 $см^3$ приготовленного раствора добавляют пипеткой 1 $см^3$ раствора винной кислоты с массовой долей 1 %, 1 $см^3$ раствора уксуснокислого натрия с массовой долей 5 %, 0,5 $см^3$ этилового ректификованного спирта (95 %) и встряхивают. Постепенное образование белого кристаллического осадка подтверждает присутствие в растворе ионов калия.

Способ 2. Навеску пробы массой от 1,0 до 1,5 г растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды. К 2 $см^3$ приготовленного раствора добавляют пипеткой 0,5 $см^3$ разведенной уксусной кислоты по 7.3.4.3, 0,5 $см^3$ раствора гексанитрокобальтата натрия с массовой долей 5 % по 7.3.4.4. Образование желтого

кристаллического осадка двойной соли гексанитрокобальтата калия — натрия подтверждает присутствие в растворе ионов калия.

7.4 Тесты на фосфат-ионы

Методы основаны на качественном определении фосфат-ионов.

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

7.4.1.1 Средства измерений, материалы, реактивы

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

Пипетки 2-2-1-5(10) по ГОСТ 29227.

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

Раствор азотной кислоты массовой долей 10 % плотностью 1,05 $г/см^3$ готовят по ГОСТ 4517.

7.4.1.5 Проведение испытания

Навеску пробы массой от 1,0 до 1,5 г растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды. К 5 $см^3$ раствора добавляют пипеткой 1 $см^3$ раствора азотнокислого серебра, приготовленного по 7.4.1.4. Образование осадка желтого цвета, растворимого в разбавленной азотной кислоте с массовой долей 10 %, свидетельствует о наличии $H_2PO_4^-$ — иона.

7.4.2 Тест на фосфат-ион (PO_4^{3-})

7.4.2.1 Средства измерений, материалы, реактивы

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Пипетки 2-2-1-5(10) по ГОСТ 29227.

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

Пробирки 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.

Кислота уксусная по ГОСТ 61,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

а) Приготовление раствора аммиака

Раствор аммиака массовой долей 10 % готовят по ГОСТ 4517.

б) Приготовление раствора молибденовокислого аммония

Навеску тонко измельченной в порошок молибденовой кислоты (85 %) массой 6,5 г, взвешенную с точностью до второго десятичного знака, растворяют в смеси 14 $см^3$ дистиллированной воды и 14,5 $см^3$ раствора аммиака с массовой долей 10 %. Раствор охлаждают до комнатной температуры и медленно добавляют при перемешивании к смеси 40 $см^3$ дистиллированной воды и 32 $см^3$ 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 $см^3$ дистиллированной воды. К 5 $см^3$ раствора добавляют пипеткой от 1 до 2 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, 5 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония, приготовленного по 7.4.2.4б), и нагревают. Образование осадка яркого светло-желтого «канареечного» цвета свидетельствует о наличии PO_4^{3-}-ионов.

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

7.4.3.1 Средства измерений, реактивы

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

Пипетки 2-2-1-5(10) по ГОСТ 29227.

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

а) Раствор уксусной кислоты в соотношении (1:3) готовят разбавлением по объему уксусной кислоты массовой долей 99,5 % (одна часть) дистиллированной водой (три части).

б) Приготовление раствора азотнокислого серебра — по 7.4.1.4.

7.4.3.5 Проведение испытания

Навеску пробы массой от 1,0 до 1,5 г растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды. Затем 5 $см^3$ полученного раствора подкисляют раствором разбавленной уксусной кислоты по 7.4.3.4а) и добавляют пипеткой 1 $см^3$ раствора азотнокислого серебра, приготовленного по 7.4.3.4б). Образование осадка желтого цвета свидетельствует о наличии ионов HPO_4^{2-} и PO_4^{3-}.

7.5 Определение массовой доли основного вещества

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

7.5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы

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

Цилиндр мерный 1-100-1 по ГОСТ 1770.

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

Бюретка 1-2-50-0,1 по ГОСТ 29251.

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

Мешалка магнитная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, ч.

Тимолфталеин (индикатор).

Метиловый оранжевый (индикатор).

Фенолфталеин (индикатор).

7.5.2 Отбор проб — по 7.1.

7.5.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.5.4 Определение массовой доли основного вещества пищевого монофосфата калия Е340(i)

7.5.4.1 Подготовка к испытанию

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

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

7.5.4.2 Проведение испытания

Навеску пробы массой 4 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в стакан вместимостью 150 см^3, растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды и титруют из бюретки при перемешивании раствора магнитной мешалкой раствором гидроокиси натрия, приготовленным по 7.5.4.1, до pH 9,2. Измерение pH проводят при температуре (20,0 ± 0,5) °С на pH-метре в соответствии с инструкцией к прибору.

Допускается проводить определение с индикацией эквивалентной точки по тимолфталеину.

7.5.4.3 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества пищевого монофосфата калия Е340(i) X_1, %, вычисляют по формуле

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

где V — объем c (NaOH) = 1 моль/дм^3 раствора, израсходованный на титрование пробы до pH 9,2, см^3;

M — масса пищевого монофосфата калия, соответствующая 1 см^3 c (NaOH) = 1 моль/дм^3 раствора, г; M (KH_2PO_4) = 0,1360 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 измерений пищевого монофосфата калия Е340(i) ± 0,3 % при P = 95 %.

7.5.5 Определение массовой доли основного вещества пищевого монофосфата калия Е340(ii)

7.5.5.1 Подготовка к испытанию

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

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

7.5.5.2 Проведение испытания

Навеску пробы массой 1,5 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в стакан вместимостью 250 см^3, растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды и титруют из бюретки при перемешивании раствора магнитной мешалкой раствором соляной кислоты, приготовленной по 7.5.5.1, до pH 4,4. Измерение pH проводят при температуре (20,0 ± 0,5) °С pH-метром в соответствии с инструкцией к прибору.

Допускается проводить определение с индикацией эквивалентной точки по метиловому оранжевому.

7.5.5.3 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества пищевого монофосфата калия Е340(ii) X_2, %, вычисляют по формуле

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

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

M — масса пищевого монофосфата калия, соответствующая 1 см^3 c (HCl) = 0,5 моль/дм^3 раствора, г; M (K_2HPO_4) = 0,1740 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 измерений основного вещества пищевого монофосфата калия Е340(ii) ± 0,3 % при P = 95 %.

7.5.6 Определение массовой доли основного вещества пищевого монофосфата калия Е340(iii)

7.5.6.1 Подготовка к испытанию

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

Раствор молярной концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм^3 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.

7.5.6.2 Проведение испытания

Навеску пробы массой 2 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в стакан вместимостью 100 см^3, растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды и титруют из бюретки при перемешивании раствора магнитной мешалкой, сначала раствором соляной кислоты, приготовленным по 7.5.6.1, до pH 4,4, а затем — раствором гидроокиси натрия, приготовленным по 7.5.6.1, до pH 9,2. Измерение pH проводят при температуре (20,0 ± 0,5) °С 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 калия.

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.

7.5.6.3 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества пищевого монофосфата калия Е340(iii) X_3, %, вычисляют по формуле

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

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

M — масса пищевого монофосфата калия, соответствующая 1 см^3 раствора соляной кислоты или гидроокиси натрия концентрации 0,5 моль/дм^3, г; M (K_3PO_4) = 0,2120 г; M ($K_3PO_4 \cdot H_2O$) = 0,2330 г; M ($K_3PO_4 \cdot 3\ H_2O$) = 0,2660 г;

или

$$X_3 = \frac{2V_1M \cdot 100}{m}, \qquad (4)$$

где $2V_1$ — удвоенный объем c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3 раствора, израсходованный на титрование пробы до pH 9,2, см^3;

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 калия содержит свободную щелочь и считается не соответствующим требованиям настоящего стандарта.

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 измерений основного вещества пищевого монофосфата калия Е340(iii) ± 0,6 % при P = 95 %.

7.6 Определение массовой доли общей пятиокиси фосфора

7.6.1 Экстракционно-фотометрический метод

Метод основан на экстракции пищевых монофосфатов калия в виде фосфорно-молибденового аммония смесью органических растворителей и последующем фотометрическом измерении оптической плотности растворов.

7.6.1.1 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 однократного взвешивания ± 0,00001 г.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения от 0 °С до 50 °С, с ценой деления 1 °С 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.

Бюретка 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 абсолютный с массовой долей этилового спирта 99,5 % по ГОСТ 4517.

Олово двухлористое 2-водное по документу, в соответствии с которым оно изготовлено и может быть идентифицировано.

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.

7.6.1.2 Отбор проб — по 7.1.

7.6.1.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.6.1.4 Подготовка к испытанию

а) Приготовление раствора серной кислоты

Раствор молярной концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,7 моль/дм^3 готовят следующим образом: к 980 см^3 этилового спирта массовой долей 99,5 % осторожно добавляют 20 см^3 серной кислоты плотностью 1,84 г/см^3.

б) Приготовление раствора молибденовокислого аммония

Навеску молибденовокислого аммония массой 100 г с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака растворяют в 800 см^3 серной кислоты молярной концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 10 моль/дм^3, доводят объем раствора дистиллированной водой до 2000 см^3.

Раствор хранят в склянке из темного стекла с притертой пробкой и применяют через трое суток после его приготовления.

в) Приготовление раствора двухлористого олова

Навеску двухлористого олова массой 0,2 г с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака растворяют в смеси 50 см^3 глицерина и 50 см^3 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 см^3

Навеску фосфорнокислого однозамещенного калия массой точно 1,9175 г, взвешенную с точностью до четвертого десятичного знака, растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки и перемешивают. Пипеткой отбирают 10 см^3 полученного

раствора в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

д) Приготовление раствора сравнения

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 наливают 20 см^3 дистиллированной воды, добавляют 25 см^3 смеси растворителей, приготовленной смешиванием 12,5 см^3 изобутилового спирта и 12,5 см^3 толуола, 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония, приготовленного по 7.6.1.4б), и энергично перемешивают в течение 15 с. Затем после отстаивания и разделения слоев отбирают пипеткой 5 см^3 верхнего органического слоя в мерную колбу вместимостью 50 см^3, разбавляют раствором серной кислоты, приготовленным по 7.6.1.4а), до объема приблизительно 45 см^3, добавляют 1 см^3 раствора двухлористого олова, приготовленного по 7.6.1.4в), доводят объем серной кислотой до метки и перемешивают.

е) Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см^3 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 см^3, добавляют 25 см^3 смеси растворителей, приготовленной смешиванием 12,5 см^3 изобутилового спирта и 12,5 см^3 толуола, 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония и немедленно энергично перемешивают в течение 15 с. Затем после отстаивания и разделения слоев отбирают пипеткой аликвотные части по 5 см^3 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 см^3, разбавляют раствором серной кислоты, приготовленным по 7.6.1.4а), до объема приблизительно 45 см^3, добавляют 1 см^3 раствора двухлористого 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.

7.6.1.5 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 ± 1) °С в мерной колбе вместимостью 500 см^3, доводят до метки и перемешивают. Пипеткой отбирают 10 см^3 полученного раствора в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Далее приготовление раствора для испытания проводят по 7.6.1.4д).

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

Массу пищевого монофосфата калия в аликвотной части в пересчете на пятиокись фосфора определяют по градуировочному графику.

7.6.1.6 Обработка результатов

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

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

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

500 — вместимость мерной колбы, см^3;

25 — объем смеси растворителей (изобутилового спирта и толуола), см^3;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

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

10 — объем растворенного пищевого монофосфата калия, взятый на испытание, см^3;

5 — аликвотная часть органического слоя, взятая на разведение по 7.6.1.4д);

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 измерений массовой доли общей пятиокиси фосфора пищевых монофосфатов калия ± 0,20 % при P = 95 %.

7.6.2 Потенциометрический метод

Метод основан на потенциометрическом титровании pH = 4,4 до pH = 9,0 пищевых монофосфатов калия.

7.6.2.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы

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

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

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

Пипетки 2-2-1-5(10) по ГОСТ 29227.

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

Чашка фарфоровая по ГОСТ 9147.

Стеклянная палочка.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Магнитная мешалка.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч.

Метиловый оранжевый (индикатор).

7.6.2.2 Отбор проб — по 7.1.

7.6.2.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3

7.6.2.4 Подготовка к испытанию

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

Раствор гидроокиси натрия, свободный от карбонатов, с массовой долей 10 % готовят по ГОСТ 4517.

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

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

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

7.6.2.5 Проведение испытания

Навеску пробы массой 2 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в стакан вместимостью 400 см^3, прибавляют 100 см^3 дистиллированной воды, 5 см^3 соляной кислоты, приготовленной по 7.6.2.4, накрывают стакан фарфоровой чашкой и кипятят раствор на электроплитке в течение 30 мин. Затем прибавляют 1—2 капли метилового оранжевого, приготовленного по 7.6.2.4, и прибавляют при помешивании стеклянной палочкой по каплям раствор гидроокиси натрия массовой долей 10 %, приготовленный по 7.6.2.4, до перехода розовой окраски раствора в оранжевую. Обмывают палочку водой, раствор кипятят на электроплитке в течение 5 мин, охлаждают до комнатной температуры и доводят объем раствора дистиллированной водой приблизительно до 200 см^3. После этого стакан ставят на магнитную мешалку, помещают электроды pH-метра и при постоянном помешивании доводят pH раствора точно до 4,4 раствором *c* (NaOH) = 0,5 моль/дм^3 или раствором соляной кислоты *c* (HCl) = 0,5 моль/дм^3. Затем титруют раствор пищевого монофосфата калия pH = 4,4 до pH = 9,0 раствором *c* (NaOH) = 0,5 моль/дм^3.

7.6.2.6 Обработка результатов

Массовую долю общей пятиокиси фосфора пищевых монофосфатов калия X_5, %, вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{V0{,}0355 \cdot 100}{m}, \quad (6)$$

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

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

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса навески пробы, г.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

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

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

Границы абсолютной погрешности измерений общей пятиокиси фосфора ± 0,4 % при P = 95 %.

7.6.3 Фотоколориметрический метод

Метод основан на фотометрическом определении общего содержания пищевых монофосфатов калия в виде фосфорнованадиевомолибденового комплексного соединения. Оптическую плотность измеряют относительно раствора сравнения, содержащего известное количество пятиокиси фосфора.

7.6.3.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы

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

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

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

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

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

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

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

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

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, ч.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336, ч.

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

7.6.3.2 Отбор проб — по 7.1.

7.6.3.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.6.3.4 Подготовка к испытанию

а) Приготовление раствора аммиака в соотношении (1:1)

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

б) Приготовление раствора азотной кислоты в соотношении (1:3)

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

в) Приготовление молибденованадиевого реактива

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

Навеску ванадиевокислого аммония массой 1,5 г с записью результата взвешивания до второго десятичного знака растворяют в 250 см^3 дистиллированной воды, нагретой до температуры 50 °С — 60 °С (если раствор желтеет, добавляют несколько капель аммиака, приготовленного по 7.6.3.4а), раствор фильтруют, охлаждают до комнатной температуры и прибавляют 250 см^3 раствора азотной кислоты по 7.6.3.4б), (раствор Б).

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

7.6.3.5 Приготовление стандартного раствора

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

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

7.6.3.6 Приготовление раствора сравнения

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 20 см^3 стандартного раствора, доводят объем дистиллированной водой примерно до 70 см^3, вносят 25 см^3 молибденованадиевого реактива и около 5 см^3 дистиллированной воды до метки.

7.6.3.7 Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 с помощью бюретки вносят 20, 24, 28, 32, 36, 40 см^3 стандартного раствора, приготовленного по 7.6.3.5, что соответствует 5, 6, 7, 8, 9, 10 мг пятиокиси фосфора. Объем каждой колбы доводят дистиллированной водой приблизительно до 70 см^3, прибавляют 25 см^3 молибденованадиевого реактива и около 5 см^3 дистиллированной воды до метки.

Измерение оптической плотности приготовленных растворов проводят относительно раствора сравнения, приготовленного по 7.6.3.6, в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм при длине волны 440 нм при работе на фотоэлектроколориметре типа КФК-2 и 450 нм при работе на спектрофотометре.

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

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

7.6.3.8 Проведение испытания

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

10 см^3 полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, прибавляют примерно до 70 см^3 дистиллированной воды и 25 см^3 молибденованадиевого реактива, приготовленного по 7.6.3.4г). Затем доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Через 20—30 мин измеряют оптическую плотность аликвотной части раствора относительно раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым раствором, в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм при длине волны 440 нм при работе на фотоэлектроколориметре типа КФК-2 или 450 нм при работе на спектрофотометре.

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

7.6.3.9 Обработка результатов

Массовую долю общей пятиокиси фосфора пищевых монофосфатов калия X_6, %, вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{m_1 250 \cdot 100}{1000 \cdot 10m}, \qquad (7)$$

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

250 — общий объем испытуемого раствора, см^3;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

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

10 — объем раствора пищевого монофосфата калия, взятый на испытание, см^3;

m — масса навески пробы, г.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

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

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

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли общей пятиокиси фосфора ± 0,5 % при P = 95 %.

7.7 Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

Метод основан на растворении пищевых монофосфатов калия в воде при определенных условиях и определении массовой доли не растворимых в воде веществ.

7.7.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы

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

Цилиндр мерный 1-100-1 по ГОСТ 1770.

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

Тигель фильтрующий типа ТФ ПОР 16 по ГОСТ 25336.

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

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.7.2 Отбор проб — по 7.1.

7.7.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.7.4 Проведение испытания

Навеску пробы массой 10 г с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 100 см^3 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). Нерастворимый 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).

7.7.5 Обработка результатов

Массовую долю не растворимых в воде веществ пищевых монофосфатов калия X_7, %, вычисляют по формуле

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

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 массовой доли не растворимых в воде веществ ± 0,03 % при P = 95 %.

7.8 Определение pH водного раствора с массовой долей монофосфата калия 1 %

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

7.8.1 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 ± 0,05 ед. pH.

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

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения от 0 °С до 50 °С, 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.

7.8.2 Отбор проб — по 7.1.

7.8.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.8.4 Проведение испытания

Навеску пробы массой 10,0 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 100 см^3 горячей дистиллированной воды, не содержащей углекислого газа и приготовленной по ГОСТ 4517, тщательно перемешивают, погружают электроды pH-метра в раствор и измеряют pH раствора при (20,0 ± 0,5) °С.

Показания pH определяют в соответствии с инструкцией к прибору.

7.8.5 Обработка результатов измерений

Результаты измерений записывают до первого десятичного знака.

За окончательный результат определения pH принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

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

7.9 Определение массовой доли потерь при высушивании

Метод основан на способности пищевых монофосфатов калия Е340(i) и Е340(ii), помещенных в сушильный шкаф, освобождаться от летучих веществ при температуре 105 °С. Массовую долю потерь определяют по разности в массе навески пищевого монофосфата калия до и после высушивания.

7.9.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование

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.

Стаканчик СН 45/13 по ГОСТ 25336.

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

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336.

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

7.9.2 Отбор проб — по 7.1.

7.9.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.9.4 Проведение испытания для Е340(i) и Е340(ii)

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

7.9.5 Обработка результатов

Массовую долю потерь при высушивании пищевых монофосфатов калия Е340(i) и Е340(ii) X_8, %, вычисляют по формуле

$$X_8 = \frac{(m_1 - m_2)100}{m - m_2}, \quad (9)$$

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

m_1 — масса стаканчика с пробой после высушивания, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m_2 — масса сухого стаканчика, г.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

Окончательный результат записывают с точностью до первого десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

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

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

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли потерь при высушивании ± 0,1 % при P = 95 %.

7.10 Определение массовой доли потерь при прокаливании

Метод основан на способности пищевых монофосфатов калия Е340(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 калия до и после прокаливания.

7.10.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование

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

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

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

Печь муфельная диапазоном нагрева от 50 °С до 1000 °С, обеспечивающая поддержание заданной температуры в пределах ± 25 °С.

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

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.

7.10.2 Отбор проб — по 7.1.

7.10.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.10.4 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 температуре 800 °С в течение 30 мин. После этого тигель быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

7.10.5 Обработка результатов

Массовую долю потерь при прокаливании пищевых монофосфатов калия Е340(iii), X_9,%, вычисляют по формуле

$$X_9 = \frac{(m - m_1)100}{m - m_2}, \quad (10)$$

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

m_1 — масса тигля с пробой после прокаливания, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m_2 — масса сухого тигля, г.

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 $X_{9_{ср}}$, %, двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{X_{9_1} - X_{9_2}}{X_{9_{ср}}} 100 \le r, \qquad (11)$$

где X_{9_1}, X_{9_2} — результаты испытаний двух параллельных измерений массовой доли потерь при прокаливании, %;

$X_{9_{ср}}$ — среднее значение двух параллельных измерений массовой доли потерь при прокаливании, %;

r — значение предела повторяемости, приведенное в таблице 6.

Результат анализа представляют в виде:

$$X_{9_{ср}} \pm 0{,}01\ \delta X_{9_{ср}}, \text{ при } P = 0{,}95, \qquad (12)$$

где $X_{9_{ср}}$ — среднеарифметическое значение результатов двух определений, признанных приемлемыми, %;

δ — границы относительной погрешности измерений, %.

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

Таблица 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) ± δ, %, при P = 0,95
5,0	7,5	5,0

7.11 Определение массовой доли фторидов

7.11.1 Отбор проб — по 7.1.

7.11.2 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.11.3 Массовую долю фторидов определяют по ГОСТ 8515.

7.12 Определение массовой доли мышьяка

7.12.1 Отбор проб — по 7.1.

7.12.2 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.12.3 Массовую долю мышьяка определяют по ГОСТ 26930, ГОСТ 10485.

7.13 Определение массовой доли свинца

7.13.1 Отбор проб — по 7.1.

7.13.2 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.13.3 Массовую долю свинца определяют по ГОСТ 26932.

8 Транспортирование и хранение

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

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

8.3 Рекомендуемый срок годности пищевых монофосфатов калия — не более двух лет со дня изготовления.

9 Рекомендации по применению

9.1 Пищевые монофосфаты калия используют как регулятор кислотности, эмульгатор, влагоудерживающий агент, стабилизатор консистенции, стабилизатор окраски, комплексообразователь при производстве хлебобулочных и мучных кондитерских изделий, ликеро-водочных изделий, продукции мясной, рыбной, масложировой, консервной и молочной промышленности.

9.2 Пищевую добавку Е340 применяют в соответствии с нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

УДК 663.5:661.635.5:661.832:006.354 МКС 67.220.20 Л14

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

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *А.В. Бестужевой*

Сдано в набор 15.04.2013. Подписано в печать 22.05.2013. Формат 60 ×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,60. Тираж 128 экз. Зак. 534.

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.