
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
32781—
2014

Добавки пищевые
НАТРИЯ НИТРИТ E250
Технические условия

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2015

Предисловие

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

Сведения о стандарте

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

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

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

За принятие проголосовали:

| Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
|---|------------------------------------|---|
| Армения | AM | Минэкономки Республики Армения |
| Беларусь | BY | Госстандарт Республики Беларусь |
| Киргизия | KG | Кыргызстандарт |
| Россия | RU | Росстандарт |
| Таджикистан | TJ | Таджикстандарт |
| Украина | UA | Минэкономразвития Украины |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 августа 2014 г. № 906-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32781—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 01 января 2016 г.

5 В настоящем стандарте учтены требования Единого стандарта на пищевые добавки Комиссии Кодекса Алиментариус CODEX STAN 192—1995 «General Standard for Food Additives» (пункт 3.4) в части Спецификации на пищевую добавку E250 Единого свода спецификаций пищевых добавок Объединенного экспертного комитета по пищевым добавкам ФАО/ВОЗ «Combined compendium of food additive specification JECFA. Volume 4»

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартиформ, 2015

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

Добавки пищевые
НАТРИЯ НИТРИТ E250
Технические условия

Food additives. Sodium nitrite E250. Specifications

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку нитрит натрия E250 (далее – пищевой нитрит натрия), представляющую собой натриевую соль азотистой кислоты, предназначенную для использования в пищевой промышленности как консервант и фиксатор окраски пищевых продуктов.

Требования, обеспечивающие безопасность пищевого нитрита натрия, изложены в 3.1.6, требования к качеству – в 3.1.4, 3.1.5, к маркировке – в 3.4.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

ГОСТ 61–75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

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

ГОСТ 83–79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 450–77 Кальций хлористый технический. Технические условия

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

ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4232–74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4328–77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 32781—2014

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

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

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 10163–76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 10354–82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. 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, транспортировка и хранение

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

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

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 26319–84 Грузы опасные. Упаковка

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

3 Технические требования

3.1 Характеристики

3.1.1 Пищевая добавка E250 представляет собой натриевую соль азотистой кислоты.

Химическая формула – NaNO_2 .

Химическое название – натрий азотисто-кислый.

Относительная молекулярная масса – 69,00 а. е. м.

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

3.1.3 Пищевой нитрит натрия хорошо растворим в воде, среднерастворим в этаноле, гигроскопичен.

3.1.4 По органолептическим показателям пищевой нитрит натрия должен соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1

| Наименование показателя | Характеристика показателя |
|-------------------------|---|
| Внешний вид | Кристаллический порошок, гранулы или непрозрачные плавкие кусочки |
| Цвет | Белый или желтоватый |

3.1.5 По физико-химическим показателям пищевой нитрит натрия должен соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

Таблица 2

| Наименование показателя | Характеристика (значение) показателя |
|--|--------------------------------------|
| Тест на натрий-ионы | Выдерживает испытание |
| Тест на нитрит-ионы | Выдерживает испытание |
| Массовая доля основного вещества, %, не менее | 97,0* |
| Массовая доля потерь при высушивании, %, не более | 0,25 |
| * В соответствии с [1] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт. | |

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

3.2 Требования к сырью

3.2.1 Для производства пищевого нитрита натрия используют следующее сырье:

- натрия гидроокись по ГОСТ 4328;
- натрий углекислый по ГОСТ 83;
- газы нитрозные (смесь NO и NO₂).

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

3.3 Упаковка

3.3.1 Упаковка, применяемая для упаковывания пищевого нитрита натрия, должна быть прочной, влагонепроницаемой, изготавливаться из материалов, использование которых в контакте с продуктом обеспечивает его качество и безопасность при употреблении.

3.3.2 Пищевой нитрит натрия упаковывают в открытые многослойные ламинированные бумажные мешки марки ПМ или в открытые многослойные непропитанные бумажные мешки марки НМ по нормативному документу, действующему на территории государства принявшего стандарт, с учетом требований ГОСТ 26319.

3.3.3 В открытые многослойные непропитанные бумажные мешки марки НМ должны вставляться мешки-вкладыши по ГОСТ 19360 из полиэтиленовой нестабилизированной пленки марки Н и толщиной не менее 0,08 мм по ГОСТ 10354.

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

3.3.4 Бумажные мешки после их заполнения зашивают машинным способом льняными нитками по ГОСТ 14961 или другими нитками, обеспечивающими механическую прочность шва. Бумажные мешки с полиэтиленовым мешком-вкладышем зашивают вместе.

3.3.5 Допускается применение других видов упаковки, обеспечивающих сохранность пищевого нитрита натрия при хранении и транспортировании, и изготовленных из материалов, соответствующих требованиям, установленным [3] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.3.6 Массу нетто упаковочной единицы (группы фасовки) устанавливает изготовитель.

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

3.3.8 Пищевой нитрит натрия, отправляемый в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, упаковывают по ГОСТ 15846 с учетом требований ГОСТ 26319.

3.4 Маркировка

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

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

4 Требования безопасности

4.1 Пищевой нитрит натрия токсичен. При попадании в организм человека в значительном количестве вызывает изменения крови, в центральной нервной системе и печени. Пищевой нитрит натрия способен раздражать кожу и слизистые оболочки.

4.2 Предельно допустимая концентрация (ПДК) пищевого нитрита натрия в воздухе рабочей зоны – 0,1 мг/м³. В соответствии с ГОСТ 12.1.007 пищевой нитрит натрия относится к первому классу опасности (вещество чрезвычайно опасное).

4.3 При работе с пищевым нитритом натрия контроль воздуха рабочей зоны должен осуществляться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

4.4 Пищевой нитрит натрия не горюч, но пожароопасен. Является окислителем умеренной силы. Способствует самовозгоранию горючих материалов.

Взаимодействие пищевого нитрита натрия с горючими веществами может сопровождаться взрывом.

4.5 Все работы с пищевым нитритом натрия, в том числе лабораторные анализы, должны выполняться в строгом соответствии со специально разработанными инструкциями по технике безопасности и производственной санитарии, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

4.6 Организация обучения работающих безопасности труда – по ГОСТ 12.0.004.

4.7 Работающие с пищевым нитритом натрия должны быть обеспечены специальной одеждой и обувью, средствами защиты рук, лица, глаз, органов дыхания для работы с высокотоксичными продуктами по ГОСТ 12.4.011, ГОСТ 12.4.103 и соблюдать правила личной гигиены.

4.8 Производственные и лабораторные помещения, в которых проводятся работы с пищевым нитритом натрия и реактивами, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией и местной вытяжкой в местах выделения пыли в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.021.

4.9 Производственные и лабораторные помещения, в которых проводятся работы с пищевым нитритом натрия, должны соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

4.10 В производстве пищевой продукции (мясные изделия) пищевой нитрит натрия должен применяться только в виде готовых посолочно-нитритных смесей (растворов) или в составе комплексных пищевых добавок [1].

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

4.12 Электробезопасность при работе с электроустановками – по ГОСТ 12.2.007.0.

4.13 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

5 Правила приемки

5.1 Пищевой нитрит натрия принимают партиями.

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

5.2 Для проверки соответствия пищевого нитрита натрия требованиям настоящего стандарта проводят приемо-сдаточные испытания по качеству упаковки, правильности нанесения маркировки, массе нетто, органолептическим и физико-химическим показателям и периодические испытания по показателям, обеспечивающим безопасность.

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

Выборку упаковочных единиц осуществляют методом случайного отбора в соответствии с таблицей 3.

Т а б л и ц а 3

| 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 |

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

5.5 Контроль массы нетто пищевого нитрита 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 пищевого нитрита натрия в каждой упаковочной единице – по 3.3.7.

5.6 Приемка партии пищевого нитрита натрия по массе нетто, качеству упаковки и правильности маркировки упаковочных единиц

5.6.1 Партию принимают, если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто пищевого нитрита натрия, меньше или равно приемочному числу (см. таблицу 3).

5.6.2 Если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто пищевого нитрита натрия, больше или равно браковочному числу (см. таблицу 3), контроль проводят на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Партию принимают, если выполняются условия 5.6.1.

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

5.7 Приемка партии пищевого нитрита натрия по органолептическим и физико-химическим показателям

5.7.1 Для контроля органолептических и физико-химических показателей пищевого нитрита натрия из каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку в соответствии с требованиями таблицы 3, проводят отбор мгновенных проб и составляют суммарную пробу по 6.1.

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

При повторном получении неудовлетворительных результатов испытаний партию бракуют.

5.7.3 Органолептические и физико-химические показатели пищевого нитрита натрия в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты испытаний распространяют только на пищевой нитрит натрия в этой упаковке.

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

6 Методы контроля

6.1 Отбор и подготовка проб

6.1.1 Для составления суммарной пробы пищевого нитрита натрия из разных мест каждой упаковочной единицы, отобранной по 5.3, отбирают мгновенные пробы с помощью пробоотборника (щупа), погружая его не менее, чем на 3/4 глубины.

Масса мгновенной пробы должна быть не более 100 г.

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

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

Рекомендуемая масса суммарной пробы должна быть не менее 300 г.

6.1.3 При необходимости уменьшения суммарной пробы может быть использован метод квартования. Для этого суммарную пробу высыпают на чистый стол и разравнивают тонким слоем в виде квадрата. Затем ее деревянными планками со скошенными ребрами ссыпают с двух противоположных сторон на середину так, чтобы образовался валик. Суммарную пробу с концов валика также ссыпают на середину, снова разравнивают в виде квадрата толщиной слоя от 1 до 1,5 см и планкой делят по диагонали на четыре треугольника. Две противоположные части пробы отбрасывают, а две оставшиеся соединяют, перемешивают и вновь делят на четыре треугольника. Операцию повторяют необходимое число раз, при этом продолжительность процедуры квартования должна быть минимальной.

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

Емкость с первой частью суммарной пробы направляют в лабораторию для проведения анализов.

Емкость со второй частью пробы опечатывают, пломбируют и хранят для повторного контроля в случае возникновения разногласий в оценке качества и безопасности пищевого нитрита натрия.

Рекомендуемый срок хранения пробы при температуре от 18 °С до 25 °С и относительной влажности не выше 70 % – два года.

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

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

6.2 Определение органолептических показателей

Метод основан на органолептической оценке внешнего вида и цвета пищевого нитрита натрия.

6.2.1 Средства измерений, вспомогательные устройства и материалы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,1$ г

Лампы люминесцентные типа ЛД по ГОСТ 6825.

Бумага белая.

Пластинка стеклянная.

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

6.2.2 Отбор проб – по 6.1.

6.2.3 Проведение анализа

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

6.3 Тест на натрий-ионы

6.3.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и устройства, посуда, материалы и реактивы

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Горелка газовая.

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

Проволока платиновая по ГОСТ 18389.

Стаканы В(Н)-1-100(250) ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Пипетки 2-2-1-5(10) по ГОСТ 29227.

Цилиндры 1-50(100)-1 по ГОСТ 1770.

Воронка В-56-80 ХС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Палочка стеклянная оплавленная.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61, х. ч.

Уранилацетат, массовой долей основного вещества не менее 99,0 %, ч. д. а.

Цинк уксуснокислый по ГОСТ 5823, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.3.2 Отбор проб по 6.1.

6.3.3 Условия проведения анализа

6.3.3.1 При проведении анализов должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздухаот 18 °С до 25 °С;

- относительная влажность воздухаот 40 % до 75 %.

При работе с реактивами все анализы проводят в вытяжном шкафу.

6.3.3.2 Требования к квалификации оператора

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

6.3.4 Подготовка к анализу

6.3.4.1 Приготовление раствора уранилацетата

10 г уранилацетата растворяют при нагревании в растворе, содержащем 54 см³ дистиллированной воды и 1,7 см³ ледяной уксусной кислоты.

Срок хранения раствора в условиях по 6.3.3.1 – не более 3 мес.

6.3.4.2 Приготовление раствора уксуснокислого цинка (ацетат цинка)

30 г уксуснокислого цинка растворяют при нагревании в растворе, содержащем 52 см³ дистиллированной воды и 1 см³ ледяной уксусной кислоты.

Срок хранения раствора в условиях по 6.3.3.1 – не более 3 мес.

6.3.4.3 Приготовление раствора цинкуранилацетата

Растворы уранилацетата (см. 6.3.4.1) и ацетата цинка (см. 6.3.4.2) смешивают и через 24 ч фильтруют.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.3.4.4 Приготовление раствора уксусной кислоты в соотношении (1:5)

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

Срок хранения раствора в условиях по 6.3.3.1 – не более 3 мес.

6.3.5 Проведение анализа

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

От 0,5 до 1,0 г анализируемой пробы растворяют в 50 см³ дистиллированной воды. К 5 см³ раствора добавляют для подкисления от 1 до 2 см³ раствора уксусной кислоты (см. 6.3.4.4), фильтруют, затем прибавляют 1 см³ цинкуранилацетата (см. 6.3.4.3).

Образование желтого кристаллического осадка подтверждает присутствие в растворе ионов натрия.

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

Платиновую проволоку нагревают в пламени горелки и быстро вносят на нее анализируемую пробу пищевого нитрита натрия. Затем прилипшие к раскаленной проволоке кристаллы осторожно сплавляют в пламени горелки, опускают в концентрированную соляную кислоту и снова помещают в пламя.

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

6.4 Тест на нитрит-ионы

6.4.1 Средства измерений, посуда, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,1$ г

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

Колбы Кн-1-250-34 ХС по ГОСТ 25336.

Пипетки градуированные 2-2-1-2(5) по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1(3)-100-1 по ГОСТ 1770.

Воронка В-36-80 ХС по ГОСТ 25336.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч. д. а.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.4.2 Отбор проб по 6.1.

6.4.3 Условия проведения анализа по 6.3.3.

6.4.4 Подготовка к анализу.

6.4.4.1 Раствор серной кислоты с массовой долей 16 % готовят по ГОСТ 4517.

Срок хранения раствора в условиях по 6.3.3.1 – не более 12 мес.

6.4.4.2 Раствор йодистого калия с массовой долей 10 % готовят по ГОСТ 4517.

Раствор применяют свежеприготовленный.

6.4.4.3 Раствор растворимого крахмала с массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4517.

Раствор применяют свежеприготовленный.

6.4.5 Проведение анализа

Способ 1. Метод основан на образовании красно-коричневых паров оксидов азота при действии разбавленных минеральных кислот на пищевой нитрит натрия.

От 0,2 до 0,4 г анализируемой пробы пищевого нитрита натрия помещают в колбу и прибавляют к ней от 1 до 2 см³ раствора серной кислоты (см. 6.4.4.1).

Выделение красно-бурых паров оксида азота свидетельствует о наличии нитрит-ионов в пробе.

Способ 2. Метод основан на окислении нитритом натрия йодистого калия в кислой среде до йода.

От 0,2 до 0,4 г анализируемой пробы пищевого нитрита натрия растворяют в 50 см³ дистиллированной воды. К 5 см³ полученного раствора прибавляют две-три капли раствора йодистого калия (см. 6.4.4.2), четыре-пять капель серной кислоты (см. 6.4.4.1) и две-три капли раствора крахмала (см. 6.4.4.3).

Образование синего окрашивания раствора свидетельствует о наличии йода, выделившегося в результате реакции окисления йодистого калия нитритом натрия.

6.5 Определение массовой доли основного вещества

Метод основан на окислении пищевого нитрита натрия избытком марганцовокислого калия в кислой среде, последующим восстановлением оставшегося марганцовокислого калия избытком щавелевой кислоты и титрованием этого избытка марганцовокислым калием.

6.5.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

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

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного режима температуры от 20 °С до 100 °С с погрешностью ± 2 °С.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

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

Пипетки 1–2–2–5(10) по ГОСТ 29227.

Колбы Кн-1–250–34 ТХС по ГОСТ 25336.

Воронка В–36–80 ХС по ГОСТ 25336.

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

Колба мерная 2–100–2 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1(3)–100–10 по ГОСТ 1770.

Калий марганцовокислый молярной концентрации c (KMnO_4) = 0,1 моль/дм³ (0,1н) из стандарт-титра (фиксанала).

Щавелевая кислота молярной концентрации c ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) = 0,1 моль/дм³ (0,1н) из стандарт-титра (фиксанала).

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а., плотностью 1,830 г/м³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.5.2 Отбор проб – по 6.1.

6.5.3 Условия проведения анализа – по 6.3.3.

6.5.4 Подготовка к анализу

6.5.4.1 Приготовление раствора марганцовокислого калия молярной концентрации c (KMnO_4) = 0,1 моль/дм³ (0,1н)

Раствор марганцовокислого калия молярной концентрации c (KMnO_4) = 0,1 моль/дм³ (0,1н) готовят из стандарт-титра (фиксанала).

Срок хранения раствора в условиях по 6.3.3.1 – не более 6 мес.

6.5.4.2 Приготовление раствора щавелевой кислоты молярной концентрации c ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) = 0,1 моль/дм³ (0,1н)

Раствор щавелевой кислоты молярной концентрации c ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) = 0,1 моль/дм³ (0,1н) готовят из стандарт-титра (фиксанала).

Срок хранения раствора в условиях по 6.3.3.1 – не более 6 мес.

6.5.4.3 Стаканчик для взвешивания готовят по 6.6.4.

6.5.4.4 Пробу для анализа готовят по 6.6.5.

6.5.5 Проведение анализа

В высушенном по 6.5.4.3 стаканчике взвешивают 1 г анализируемой пробы пищевого нитрита натрия, предварительно подготовленной по 6.5.4.4. Результат взвешивания записывают с точностью, до третьего десятичного знака. Анализируемую пробу из стаканчика количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем раствора до метки и перемешивают. В коническую колбу вместимостью 250 см³ прибавляют пипеткой 10 см³ полученного раствора анализируемой пробы, добавляют к нему при перемешивании 50,0 см³ раствора марганцовокислого калия (см. 6.5.4.1), 100 см³ воды и 5 см³ серной кислоты плотностью 1,830 г/м³, удерживая наконечник пипетки с кислотой значительно ниже уровня жидкости. Содержимое колбы выдерживают при температуре 40 °С в течение 5 мин, после этого к раствору добавляют 25,0 см³ раствора щавелевой кислоты (см. 6.5.4.2). Смесь нагревают до температуры 80 °С и титруют раствором марганцовокислого калия (см. 6.5.4.1) до появления слабо-фиолетовой окраски не исчезающей в течение 1 мин.

6.5.6 Обработка и оформление результатов анализа

Массовую долю основного вещества пищевого нитрита натрия X_1 , %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(25 + V) 0,00345 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 10}, \quad (1)$$

где 25 – объем раствора марганцовокислого калия молярной концентрации c (KMnO_4) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н) эквивалентный 25,0 см³ раствора щавелевой кислоты молярной концентрации c ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н), см³;

V – объем раствора марганцовокислого калия молярной концентрации c (KMnO_4) = 0,1 моль/дм³ (0,1н), израсходованный на титрование избытка щавелевой кислоты, см³;

0,00345 – масса нитрита натрия, соответствующая 1 см³ раствора марганцовокислого калия молярной концентрации c (KMnO_4) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н), г;

100 – объем раствора анализируемой пробы, приготовленный для анализа, см³;

100 – коэффициент пересчета в проценты;

m – масса высушенной анализируемой пробы (см. 6.5.5), г.

10 – объем раствора анализируемой пробы, взятого для анализа, см³.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

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

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

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли основного вещества пищевого нитрита натрия составляют $\pm 0,2$ % при $P = 95$ %.

6.6 Определение массовой доли потерь при высушивании

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

6.6.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы

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

Термометр жидкостной стеклянный с диапазоном измерений температуры от 20 °С до 150 °С по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного режима температуры от 20 °С до 150 °С с погрешностью ± 2 °С.

Эксикаторы 2-250 по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания СН-60/14 или СН-45/13 по ГОСТ 25336.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

Силикагель, предварительно высушенный при температуре (105 ± 2) °С до постоянной массы.

Рукавицы тканевые или держатели для стаканчика.

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

6.6.2 Отбор проб – по 6.1.

6.6.3 Условия проведения анализа – по 6.3.3.

6.6.4 Подготовка к анализу

Открытый стеклянный стаканчик вместе с крышкой помещают в сушильный шкаф, нагретый до температуры (120 ± 2) °С и выдерживают в течение 0,5 ч. Затем стаканчик закрывают крышкой, помещают в эксикатор на 1/3 заполненный обезвоженным хлористым кальцием, охлаждают до температуры, не превышающей более, чем на 3 °С температуру окружающего воздуха (см. 6.3.3.1), и взвешивают. Результат взвешивания записывают с точностью до третьего десятичного знака.

Высушивание стаканчика с крышкой повторяют при тех же условиях до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний составит не более 0,001 г.

6.6.5 Проведение анализа

В подготовленный по 6.6.4 стаканчик вносят от 1 до 2 г анализируемой пробы пищевого нитрита натрия, стаканчик закрывают крышкой и взвешивают. Результат взвешивания записывают с точностью до третьего десятичного знака. Анализируемую пробу распределяют равномерным слоем постукиванием по стаканчику и сушат в открытом стаканчике вместе с крышкой в течение 4 ч в эксикаторе, заполненном на 1/3 силикагелем.

После этого стаканчик с высушенной пробой быстро закрывают крышкой и взвешивают. Результат взвешивания записывают с точностью до третьего десятичного знака.

6.6.6 Обработка и оформление результатов анализа

Массовую долю потерь при высушивании X_2 , %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(m - m_2) \cdot 100}{m - m_1}, \quad (2)$$

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

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

100 – коэффициент пересчета результата в проценты;

m_1 – масса сухого стаканчика с крышкой, г.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений X_{2cp} , %, округленное до второго десятичного знака, если выполняются условия приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух последовательных определений, полученными в условиях повторяемости при $P = 95$ %, не превышает предела повторяемости $r = 0,010$ %.

Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 95$ %, не превышает предела воспроизводимости $R = 0,020$ %;

Границы абсолютной погрешности метода определения массовой доли потерь при высушивании пищевого нитрита натрия $\pm 0,01$ % при $P = 95$ %.

6.7 Определение содержания токсичных элементов

6.7.1 Отбор проб – по 6.1.

6.7.2 Массовую долю свинца определяют по ГОСТ 26932, ГОСТ 30178.

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

6.7.4 Массовую долю ртути определяют по ГОСТ 26927.

7 Транспортирование и хранение

7.1 Пищевой нитрит натрия перевозят в закрытых транспортных средствах всеми видами транспорта в соответствии с правилами транспортирования грузов, действующими на данном виде транспорта.

7.2 Не допускается совместная перевозка пищевого нитрита натрия с продуктами питания и горючими материалами.

7.3 Пищевой нитрит натрия хранят в упаковке изготовителя в сухих вентилируемых складских помещениях на деревянных стеллажах или поддонах при температуре от 12 °С до 18 °С и относительной влажности воздуха не более 70 %.

7.4 Не допускается совместное хранение пищевого нитрита натрия с другими веществами.

7.5 Срок годности устанавливает изготовитель.

Рекомендуемый срок годности пищевого нитрита натрия – два года со дня изготовления.

Библиография

- [1] ТР ТС 029/2012 Технический регламент Таможенного союза «Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов и технологических вспомогательных средств»
- [2] ТР ТС 021/2011 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности пищевой продукции»
- [3] ТР ТС 005/2011 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности упаковки»
- [4] ТР ТС 022/2011 Технический регламент Таможенного союза «Пищевая продукция в части ее маркировки»
- [5] ИСО 2859-1:1999 Процедуры выборочного контроля по качественным признакам. Часть 1. Планы выборочного контроля с указанием приемлемого уровня качества (AQL) для последовательного контроля партий

УДК 663.05:006.354

МКС 67.220.20

Ключевые слова: пищевая добавка E250, нитрит натрия, показатели качества и безопасности, упаковка, маркировка, правила приемки, методы контроля, транспортирование и хранение

Подписано в печать 16.03.2015. Формат 60x84¹/₈.

Усл. печ. л. 1,86. Тираж 31 экз. Зак. 522

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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