ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53945— 2010

Добавки пищевые

КАЛЬЦИЯ ФОСФАТЫ Е341

Общие технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

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

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 154 «Пищевые добавки и ароматизаторы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 12 ноября 2010 г. № 480-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартинформ, 2011

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 кальций-ион 8
7.4 Тесты на фосфат-ионы 8
7.5 Определение массовой доли основного вещества 10
7.6 Определение массовой доли потерь при высушивании 15
7.7 Определение массовой доли потерь при прокаливании 17
7.8 Определение содержания фторидов 18
7.9 Определение токсичных элементов 18
8 Транспортирование и хранение 18
Библиография 19

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Добавки пищевые

КАЛЬЦИЯ ФОСФАТЫ Е341

Общие технические условия

Food additives. Calcium phosphates E341. General specifications

Дата введения — 2012—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку фосфаты кальция Е341, представляющую собой 1-замещенные (i), 2-замещенные (ii) и 3-замещенные (iii) кальциевые соли ортофосфорной кислоты (далее — пищевые монофосфаты кальция) и предназначенную для использования в пищевой промышленности.

Требования, обеспечивающие безопасность пищевых монофосфатов кальция, 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 нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 2859-1—2007 Статистические методы. Процедуры выборочного контроля по альтернативному признаку. Часть 1. Планы выборочного контроля последовательных партий на основе приемлемого уровня качества

ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ Р 51766—2001 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка

ГОСТ Р 53361—2009 Мешки из бумаги и комбинированных материалов. Общие технические условия

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 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4217—77 Реактивы. Калий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

Издание официальное

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 5712—78 Реактивы. Аммоний щавелевокислый 1-водный. Технические условия

ГОСТ 6102—94 Ткани асбестовые. Общие технические требования

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 7983—99 Пасты зубные. Общие технические условия

ГОСТ 8253—79 Мел химически осажденный. Технические условия

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

ГОСТ 9262—77 Реактивы. Кальция гидроокись. Технические условия

ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 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 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 24596.7—81 Фосфаты кормовые. Методы определения фтора

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

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного 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 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

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

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

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Классификация

Пищевые монофосфаты кальция (Е341) подразделяют на: ортофосфаты кальция 1-замещенные (i), 2-замещенные (ii) и 3-замещенные (iii). Наименования монофосфатов кальция, их химические названия, формулы и молекулярные массы приведены в таблице 1.

Таблица 1

Обозначение и наименование	Химическое название	Формула	Молекулярная масса а. е. м.
Е341(i) ортофосфат кальция 1-замещенный (Monocalcium ortophosphate)	Кальций фосфорнокислый 1-замещенный	$Ca(H_2PO_4)_2$ (безводный)	234,05
	Кальций фосфорнокислый 1-замещенный 1-водный	$Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$ (моногидрат)	252,07
Е341(ii) ортофосфат кальция 2-замещенный (Dicalcium ortophosphate)	Кальций фосфорнокислый 2-замещенный	$CaHPO_4$ (безводный)	136,06
	Кальций фосфорнокислый 2-замещенный 2-водный	$CaHPO_4 \cdot 2H_2O$ (дигидрат)	172,09
Е341(iii) ортофосфат кальция 3-замещенный (Tricalcium ortophosphate)	Кальций фосфорнокислый 3-замещенный	$10\ CaO \cdot 3P_2O_5 \cdot H_2O$	1004,63

4 Общие технические требования

4.1 Характеристики

4.1.1 Пищевые монофосфаты кальция вырабатывают в соответствии с требованиями настоящего стандарта, в соответствии с нормативными правовыми актами Российской Федерации*.

4.1.2 Пищевые монофосфаты кальция Е341(i) и Е341(ii) умеренно растворимы в воде и нерастворимы в этаноле; Е341(iii) нерастворим в воде, нерастворим в этаноле, растворим в разбавленных соляной и азотной кислотах.

4.1.3 По органолептическим показателям пищевые монофосфаты кальция Е341 должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

Таблица 2 — Органолептические показатели

Наименование показателя	Характеристики		
	Е341(i)	Е341(ii)	Е341(iii)
Внешний вид	Гигроскопичные кристаллы или гранулы, гранулированный порошок	Кристаллы или гранулы, гранулированный порошок	Устойчивый на воздухе порошок
Цвет	Белый	Белый	Белый
Запах	Без запаха	Без запаха	Без запаха

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

Таблица 3 — Физико-химические показатели

Наименование показателя	Норма
Тест на кальций-ион	Выдерживает испытание
Тест на фосфат-ионы:	
$H_2PO_4^-$	Выдерживает испытание
HPO_4^{2-}	То же
PO_4^{3-}	»

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

Окончание таблицы 3

Наименование показателя	Норма
Массовая доля основного вещества: Е341(i): безводный, % Са моногидрат, % Са Е341(ii) после высушивания, % Е341(iii) по прокаленной основе ($Ca_3(PO_4)_2$), %, не менее	 От 16,8 до 18,3 включ. » 15,9 » 17,7 » » 98,0 » 102,0 » 90,0
Массовая доля потерь при высушивании, %, не более: Е341(i) моногидрат Е341(ii). безводный дигидрат	 1,0 2,0 От 18,0 до 22,0 включ.
Массовая доля потерь при прокаливании, %: Е341(i) безводный Е 341(iii), не более	 От 14,0 до 15,5 включ. 10,0

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

Таблица 4 — Показатели безопасности

Наименование показателя	Норма
Массовая доля (содержание) фторидов, $млн^{-1}$ (мг/кг), не более	50,0
Массовая доля (содержание) мышьяка, $млн^{-1}$ (мг/кг), не более Е341(i) Е341(ii)	 3,0 3,0
Массовая доля (содержание) свинца, $млн^{-1}$ (мг/кг), не более	4,0

4.2 Требования к сырью

4.2.1 Для производства пищевых монофосфатов кальция используют следующее сырье:

- кислоту ортофосфорную марки А по ГОСТ 10678;
- кальция гидроокись по ГОСТ 9262;
- мел химически осажденный по ГОСТ 8253.

4.2.2 Допускается применение аналогичного сырья, в т. ч. импортного, соответствующего требованиям действующих нормативных документов, обеспечивающих получение пищевых монофосфатов кальция в соответствии с требованиями настоящего стандарта и разрешенных к применению в установленном порядке.

4.3 Упаковка

4.3.1 Пищевые монофосфаты кальция упаковывают в бумажные трехслойные мешки марки ПМ по ГОСТ Р 53361 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 Р 53361.

Тип и размеры мешков, предельную массу упаковываемого пищевого монофосфата кальция устанавливает изготовитель.

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

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 упаковки, изготовленных из материалов, использование которых в контакте с пищевыми монофосфатами кальция обеспечивает сохранение их качества и безопасности.

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

4.3.6 Пищевые монофосфаты кальция, 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 кальция наносят маркировку любым способом, обеспечивающим ее четкое обозначение, с указанием:

- наименования пищевой добавки и ее Е номера*;
- наименования и местонахождения (юридический адрес) изготовителя;
- товарного знака изготовителя (при наличии);
- массы нетто;
- массы брутто;
- номера партии;
- даты изготовления;
- срока годности и условий хранения;
- 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 кальция нетоксичны, пожаро- и взрывобезопасны.

5.2 По степени воздействия на организм человека пищевые монофосфаты кальция согласно ГОСТ 12.1.007 относятся к четвертому классу опасности.

5.3 Работу с пищевыми монофосфатами кальция проводят с использованием средств индивидуальной защиты при соблюдении правил личной гигиены.

5.4 Производственные помещения, в которых проводят работы с пищевыми монофосфатами кальция, 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 кальция принимают партиями.

Партией считают количество пищевого монофосфата кальция, полученное за 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 пищевого монофосфата кальция, должен содержать следующую информацию:

- наименование пищевой добавки и ее Е номер;
- наименование и местонахождение (юридический адрес) изготовителя;
- номер партии;
- дату изготовления;
- массу нетто партии;
- срок годности;
- органолептические и физико-химические показатели качества фактические и по настоящему стандарту;
- показатели безопасности фактические и по настоящему стандарту, определенные в соответствии с 6.9;
- обозначение настоящего стандарта;
- номер и дату выдачи удостоверения.

6.3 Для проверки соответствия пищевых монофосфатов кальция требованиям настоящего стандарта проводят приемо-сдаточные испытания по качеству упаковки, правильности нанесения марки-

---

* Номер пищевой добавки — в соответствии с Европейской системой кодификации.

ровки, 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 и приемлемом уровне качества AQL, равном 6,5 по ГОСТ Р ИСО 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 кальция 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 кальция в каждой упаковочной единице — по 4.3.5.

6.7 Приемка партии пищевых монофосфатов кальция 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 кальция, 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 кальция, 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 кальция, больше или равно браковочному числу.

6.8 Приемка партии пищевых монофосфатов кальция 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 повторный контроль по этому показателю на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Результаты повторного контроля являются окончательными и распространяются на всю партию.

При получении неудовлетворительных результатов при повторном контроле партию бракуют.

6.8.3 Органолептические и физико-химические показатели пищевых монофосфатов кальция в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты контроля 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 кальция 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 кальция, 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 суммарную пробу снова разравнивают слоем от 1,0 до 1,5 см в виде квадрата и планкой делят по диагонали на четыре треугольника. Две противоположные части суммарной пробы отбрасывают, а две оставшиеся соединяют, перемешивают и вновь делят на четыре треугольника. Деление 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 суммарной пробы направляют в лабораторию для проведения анализов.

Емкость со второй частью пробы опечатывают, пломбируют и хранят для повторного контроля в случае возникновения разногласий в оценке качества и безопасности пищевых монофосфатов кальция.

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

- наименование пищевой добавки и ее Е номер;
- 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 кальция.

7.2.1 Средства измерений, материалы, посуда, реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,1 г.

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

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

Стаканчик СВ — 34/12 по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная.

Бумага белая.

7.2.2 Отбор проб — по 7.1.

7.2.3 Условия проведения анализа

Все анализы проводят в вытяжном шкафу.

7.2.4 Проведение анализа

7.2.4.1 Внешний вид и цвет пищевых монофосфатов кальция определяют просмотром анализируемой 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 монофосфатов кальция наполняют на 3/4 объема чистый, без постороннего запаха стаканчик СВ — 34/12, 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 кальций-ион

Метод основан на качественном определении кальций-ионов.

7.3.1 Средства измерений, посуда, реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,01 г.

Пипетки 2—2—1—5(10) по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770.

Пробирки П2-21—70 по ГОСТ 25336.

Фильтр обеззоленный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч., массовой долей 36 %, плотностью 1,19 г/см^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Метиловый красный (индикатор).

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.

Аммоний щавелевокислый 1-водный по ГОСТ 5712, ч.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, ч., массовой долей 99,5 %.

7.3.2 Отбор проб — по 7.1.

7.3.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.3.4 Подготовка к анализу

7.3.4.1 Раствор соляной кислоты с массовой долей 10 % и плотностью 1,05 г/см^3 готовят по ГОСТ 4517.

7.3.4.2 Водный раствор аммиака с массовой долей 10 % готовят по ГОСТ 4517.

7.3.4.3 Раствор щавелевокислого аммония массовой долей 3 % готовят растворением 3 г щавелевокислого аммония в 97 см^3 дистиллированной воды при соблюдении ГОСТ 4517 (пункты 1.1, 1.5—1.7).

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

Раствор уксусной кислоты в соотношении (1:5) готовят разбавлением по объему уксусной кислоты массовой долей 99,5 % (одна часть) дистиллированной водой (пять частей) при соблюдении ГОСТ 4517 (пункты 1.1, 1.5—1.7).

7.3.4.5 Приготовление раствора соляной кислоты в соотношении (1:5)

Раствор соляной кислоты в соотношении (1:5) готовят разбавлением по объему соляной кислоты массовой долей не менее 35 % (одна часть) дистиллированной водой (пять частей) при соблюдении ГОСТ 4517 (пункты 1.1, 1.5—1.7).

7.3.5 Проведение анализа

Способ 1. 0,1 г пробы растворяют в пробирке при нагревании до температуры кипения в 5 см^3 раствора разбавленной соляной кислоты по 7.3.4.1 и 5 см^3 дистиллированной воды. Добавляют 2 капли метилового красного и 1 см^3 водного раствора аммиака по 7.3.4.2 до изменения окраски индикатора. Затем добавляют 5 см^3 раствора щавелевокислого аммония по 7.3.4.3. Постепенно образуется белый мелкокристаллический осадок. Нерастворимость осадка в уксусной кислоте — по 7.3.4.4, но растворимость его в соляной кислоте по 7.3.4.5 подтверждает присутствие ионов кальция в анализируемом растворе.

Способ 2. Кристаллы пищевых монофосфатов кальция, смоченные разбавленной соляной кислотой по 7.3.4.5, при внесении на платиновой проволоке в бесцветное пламя должны окрашивать пламя в желтовато-красный цвет.

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, посуда, реактивы

Весы лабораторные с пределом 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 П2-21—70 по ГОСТ 25336.
Цилиндр 1(3)—100—1 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 анализа — по 7.2.3.

7.4.1.4 Подготовка к анализу

а) 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.

Срок хранения раствора в емкости из темного стекла — не более 6 мес.

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

7.4.1.5 Проведение анализа

От 1,0 до 1,5 г пробы помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и растворяют ее в 100 $см^3$ дистиллированной воды. Затем 5 $см^3$ раствора помещают в пробирку и добавляют пипеткой 1 $см^3$ раствора азотнокислого серебра по 7.4.1.4 а).

Образование осадка желтого цвета, растворимого в разбавленной азотной кислоте по 7.4.1.4 б), свидетельствует о наличии $H_2PO_4^-$-иона.

7.4.2 Тест на фосфат-ион (PO_4^{3-})

7.4.2.1 Средства измерений, материалы, посуда, реактивы

Весы лабораторные с пределом 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.
Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.
Пробирки П2-21—70 по ГОСТ 25336.
Цилиндр 1(3)—100—1 по ГОСТ 1770.
Палочка стеклянная.
Стекловата.
Кислота молибденовая, ч., массовой долей 85 %.
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.
Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный по ГОСТ 4172, ч.

7.4.2.2 Отбор проб — по 7.1.

7.4.2.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.4.2.4 Подготовка к анализу

а) Водный раствор аммиака массовой долей 10 % готовят по ГОСТ 4517.

б) Приготовление раствора молибденовокислого аммония

6,5 г тонко измельченной в порошок молибденовой кислоты помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и растворяют в смеси 14 $см^3$ дистиллированной воды и 14,5 $см^3$ водного раствора аммиака по 7.4.2.4 а). Раствор охлаждают до комнатной температуры, медленно добавляют при перемешивании к хорошо охлажденной смеси (0 °С—5 °С) 40 $см^3$ дистиллированной воды и 32 $см^3$ азотной кислоты плотностью 1,4 $г/см^3$, оставляют на 48 ч и затем фильтруют через стекловату.

Раствор хранят в темном месте. Если во время хранения раствора образуется осадок, то используют только раствор над осадком, отделяя раствор декантацией. Данный раствор не пригоден для использования, если при добавлении 2 $см^3$ двузамещенного фосфорнокислого натрия 12-водного с массовой концентрацией 16 % не образуется сразу или при слабом нагревании желтый осадок.

Раствор для проверки готовят следующим образом: 16 г двузамещенного фосфорнокислого натрия 12-водного помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до метки.

7.4.2.5 Проведение анализа

Анализируемую пробу массой от 1,0 до 1,5 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и 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 7.4.2.4 б), 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, посуда, реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,01 г.

Пипетки 2—2—1—5(10) по ГОСТ 29227.

Пробирки П2-21—70 по ГОСТ 25336.

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

Цилиндр 1(3)—100—1 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 анализа — по 7.2.3.

7.4.3.4 Подготовка к анализу

а) Раствор уксусной кислоты в соотношении (1:3) готовят разбавлением по объему уксусной кислоты массовой долей 99,5 % (одна часть) дистиллированной водой (три части) при соблюдении ГОСТ 4517 (пункты 1.1, 1.5—1.7).

б) Раствор азотнокислого серебра готовят по 7.4.1.4.

7.4.3.5 Проведение анализа

От 1,0 до 1,5 г пробы помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды. Затем 5 $см^3$ полученного раствора подкисляют раствором разбавленной уксусной кислоты по 7.4.3.4 а) и добавляют пипеткой 1 $см^3$ раствора азотнокислого серебра по 7.4.3.4 б). Образование осадка желтого цвета свидетельствует о наличии ионов HPO_4^{2-} и PO_4^{3-}.

7.5 Определение массовой доли основного вещества

Методы основаны на определении пищевых монофосфатов кальция с помощью титриметрического анализа.

7.5.1 Определение массовой доли основного вещества пищевого монофосфата кальция Е341(i)

Метод основан на осаждении пищевого монофосфата в виде щавелевокислого кальция, растворении его в серной кислоте и титровании выделившейся щавелевой кислоты раствором марганцовокислого калия.

7.5.1.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,00001 г.

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

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

Тигель фильтрующий типа ТФ ПОР 16 по ГОСТ 25336.

Цилиндр мерный 1—100(1000)—1 по ГОСТ 1770.

Стакан В(Н)-1—100(150,250,1000) ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Бюретка I—3—2—50—0,1 по ГОСТ 29251.

Пипетка 1—2—1—5 по ГОСТ 29227.

Баня водяная лабораторная типа БВ-6.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.

Метиловый оранжевый (индикатор).

Метиловый красный (индикатор).

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712, ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, ч.

7.5.1.2 Отбор проб — по 7.1.

7.5.1.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.5.1.4 Подготовка к анализу

а) Водный раствор метилового оранжевого готовят по ГОСТ 4919.1.

б) Спиртовой раствор метилового красного готовят по ГОСТ 4919.1.

в) Раствор щавелевокислого аммония массовой долей 3 % готовят по 7.3.4.3.

г) Водный раствор аммиака массовой долей 10 % готовят по 7.3.4.2.

д) Приготовление раствора разбавленной серной кислоты в соотношении (1:6)

Раствор серной кислоты в соотношении (1:6) готовят разбавлением по объему серной кислоты массовой долей не менее 93,6 % (одна часть) дистиллированной водой (шесть частей) при соблюдении ГОСТ 4517 (пункты 1.1, 1.5—1.7).

е) Раствор марганцовокислого калия молярной концентрации c (1/5$KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.2.

7.5.1.5 Проведение анализа

Взвешивают 0,5 г анализируемой пробы с записью результата до четвертого знака после запятой, помещают в стакан вместимостью 150 см^3, растворяют в 10 см^3 соляной кислоты, добавляют пипеткой несколько капель метилового оранжевого и кипятят в течение 5 мин, поддерживая постоянными объем и pH по изменению окраски индикатора раствора добавлением соляной кислоты или дистиллированной воды. Затем добавляют пипеткой две капли метилового красного, 30 см^3 раствора щавелевокислого аммония по 7.5.1.4 в) и при постоянном перемешивании добавляют по каплям смесь равных объемов водного раствора аммиака по 7.5.1.4 г) и дистиллированной воды до исчезновения розовой окраски индикатора. Помещают на водяную баню на 30 мин, охлаждают до комнатной температуры. Полученный осадок отстаивают, жидкость над осадком сливают при помощи вакуума мягким отсасыванием через фильтрующий тигель. Осадок в стакане промывают 30 см^3 промывного раствора, приготовленного разбавлением 10 см^3 раствора щавелевокислого аммония по 7.5.1.4 в) в 1000 см^3 дистиллированной воды и имеющего температуру не более 20 °С. Промывание декантацией повторяют не менее трех раз. После этого, используя промывной раствор, осадок количественно переносят на фильтрующий тигель. Промывают стакан и фильтрующий тигель двумя порциями по 10 см^3 дистиллированной воды с температурой не более 20 °С. После этого фильтрующий тигель с осадком помещают в стакан вместимостью 250 см^3, добавляют 100 см^3 дистиллированной воды и 50 см^3 холодной разбавленной серной кислоты по 7.5.1.4 д). Прибавляют из бюретки 35 см^3 раствора марганцовокислого калия по 7.5.1.4 е) и перемешивают до исчезновения окраски. Затем раствор нагревают до температуры 70 °С и завершают титрование раствором марганцовокислого калия до тех пор, пока его окраска не будет устойчивой в течение 1 мин.

7.5.1.6 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества пищевого монофосфата кальция Е341(i) X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{VM100}{m}, \quad (1)$$

где V — объем марганцовокислого калия молярной концентрации c (1/5$KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3 раствора, израсходованный на титрование пробы, см^3;

M — масса кальция в пищевом монофосфате, соответствующая 1 см^3 марганцовокислого калия молярной концентрации c (1/5$KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3 раствора, M = 0,002004 г;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса анализируемой пробы по 7.5.1.5, г.

Вычисления проводят до третьего знака после запятой.

За окончательный результат определений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{1ср}$, %, округленное до второго знака после запятой, если выполняются условия приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,4 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,6 %.

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли основного вещества пищевого монофосфата кальция Е341(i) ± 0,5 % при P = 95 %.

7.5.2 Определение массовой доли основного вещества пищевого монофосфата кальция Е341(ii)

Метод основан на осаждении пищевого монофосфата в виде щавелевокислого кальция, растворении его в серной кислоте и титровании выделившейся щавелевой кислоты раствором марганцовокислого калия.

7.5.2.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,00001 г.

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

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Стакан В(Н)-1—100(150, 250, 1000) ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Цилиндр мерный 1—100(1000)—1 по ГОСТ 1770.

Бюретка I—3—2—50—0,1 по ГОСТ 29251.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание максимальной температуры до 350 °С с погрешностью ± 2 °С.

Баня водяная лабораторная типа БВ-6.

Тигель Гуча по ГОСТ 9147.

Ткань асбестовая по ГОСТ 6102.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Метиловый оранжевый (индикатор).

Метиловый красный (индикатор).

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712, ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, ч.

7.5.2.2 Отбор проб — по 7.1.

7.5.2.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.5.2.4 Подготовка к анализу

а) Приготовление раствора соляной кислоты массовой долей 10 %

Раствор приготавливают разбавлением 266 см^3 соляной кислоты массовой долей 36 % дистиллированной водой в мерном цилиндре вместимостью 1000 см^3 и доведением объема до метки при соблюдении ГОСТ 4517 (пункты 1.1, 1.5—1.7).

б) Водный раствор метилового оранжевого готовят по ГОСТ 4919.1.

в) Спиртовой раствор метилового красного готовят по ГОСТ 4919.1.

г) Раствор щавелевокислого аммония массовой долей 3 % готовят по 7.3.4.3.

д) Водный раствор аммиака с массовой долей 10 % готовят по 7.3.4.2.

е) Приготовление раствора разбавленной серной кислоты в соотношении (1:6)

Раствор серной кислоты в соотношении (1:6) готовят разбавлением по объему серной кислоты массовой долей не менее 93,6 % (одна часть) дистиллированной водой (шесть частей) при соблюдении ГОСТ 4517 (пункты 1.1, 1.5—1.7).

ж) Раствор марганцовокислого калия молярной концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.2.

7.5.2.5 Проведение анализа

Взвешивают предварительно высушенную при температуре 200 °С в течение 3 ч анализируемую пробу массой 0,3 г с записью результата взвешивания до четвертого знака после запятой, помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 10 см^3 разбавленной соляной кислоты по 7.5.2.4 а). Добавляют 120 см^3 дистиллированной воды, несколько капель метилового оранжевого по 7.5.2.4 б) и кипятят в течение 5 мин, поддерживая постоянными объем и pH раствора по изменению окраски индикатора добавлением разбавленной соляной кислоты по 7.5.2.4 а) или дистиллированной воды. Добавляют две капли метилового красного по 7.5.1.4 в) и 30 см^3 щавелевокислого аммония по 7.5.2.4 г) и, постоянно встряхивая, добавляют по каплям смесь равных объемов водного раствора аммиака

по 7.5.2.4 д) и дистиллированной воды до исчезновения розовой окраски индикатора. Помещают на водяную баню на 30 мин, охлаждают до комнатной температуры. Полученный осадок отстаивают и жидкость над осадком фильтруют при помощи вакуума мягким отсасыванием через асбестовую ткань в тигле Гуча. Осадок в стакане промывают 30 см^3 промывного раствора, приготовленного разбавлением 10 см^3 раствора щавелевокислого аммония по 7.5.2.4 г) в 1000 см^3 дистиллированной воды и имеющего температуру не более 20 °С. Промывание декантацией повторяют более трех раз. После этого, используя промывной раствор, осадок количественно переносят на тигель Гуча. Промывают стакан и тигель 10 см^3 дистиллированной воды с температурой ниже 20 °С. После этого тигель с осадком помещают в стакан, добавляют 100 см^3 дистиллированной воды и 50 см^3 холодной разбавленной серной кислоты по 7.5.2.4 е). Прибавляют из бюретки 35 см^3 раствора марганцовокислого калия по 7.5.2.4 ж) и встряхивают до исчезновения окраски. Затем раствор нагревают до температуры 70 °С и завершают титрование раствором марганцовокислого калия.

7.5.2.6 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества пищевого монофосфата кальция Е341(ii) X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{VM100}{m}, \qquad (2)$$

где V — объем марганцовокислого калия молярной концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3 раствора, израсходованный на титрование пробы, см^3;

M — масса пищевого монофосфата, соответствующая 1 см^3 марганцовокислого калия молярной концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3 раствора, г

M $CaHPO_4$ = 0,006803 г, M $CaHPO_4 \cdot 2H_2O$ = 0,008604 г;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса анализируемой пробы по 7.5.2.5, г.

Вычисления проводят до третьего знака после запятой.

За окончательный результат определений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{2ср}$, %, округленное до второго знака после запятой, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,4 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,6 %.

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли основного вещества пищевого монофосфата кальция Е341(ii) ± 0,5 % при P = 95 %.

7.5.3 Определение массовой доли основного вещества пищевого монофосфата кальция Е341(iii)

Метод основан на осаждении пищевого монофосфата в виде фосформолибдата аммония, фильтровании осадка, растворении его в избытке титрованного раствора гидроокиси натрия и титровании избытка гидроокиси натрия раствором серной кислоты в присутствии индикатора фенолфталеина.

7.5.3.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,00001 г.

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

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

Колба коническая Кн-2—250—40 ТХС по ГОСТ 25336.

Колба 1—100—2 по ГОСТ 1770.

Цилиндр мерный 1-100-1 по ГОСТ 1770.

Баня водяная лабораторная типа БВ-6.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Палочка стеклянная.

Фильтр бумажный «синяя лента».

Бумага лакмусовая.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ч.

Кислота молибденовая, ч., массовой долей 85 %.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217, ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.

Фенолфталеин (индикатор).

7.5.3.2 Отбор проб — по 7.1.

7.5.3.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.5.3.4 Подготовка к анализу

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

б) Водный раствор аммиака массовой долей 10 % готовят по ГОСТ 4517.

в) Раствор молибденовокислого аммония готовят по 7.4.2.4.

г) Приготовление раствора азотнокислого калия массовой долей 1 %

Раствор готовят растворением 1 г азотнокислого калия в 99 см^3 дистиллированной воды при соблюдении ГОСТ 4517 (пункты 1.1, 1.5—1.7).

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

е) Приготовление спиртового раствора фенолфталеина массовой долей 0,2 %

0,2 г фенолфталеина помещают в колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в 60 см^3 этилового спирта и доводят до метки дистиллированной водой.

ж) Раствор серной кислоты молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1.

7.5.3.5 Проведение анализа

Взвешивают 0,2 г пробы с записью результата до четвертого знака после запятой, помещают в колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в 10 см^3 разбавленной азотной кислоты по 7.5.3.4 а) и 25 см^3 дистиллированной воды. Добавляют водный раствор аммиака по 7.5.3.4 б) до полного образования осадка. Затем осадок растворяют в 1 см^3 разбавленной азотной кислоты по 7.5.3.4 а), добавляют 75 см^3 раствора молибденовокислого аммония по 7.5.3.4 в) и нагревают на водяной бане в течение 30 мин при температуре от 45 °С до 50 °С, периодически встряхивая. Раствор с осадком фильтруют. Затем осадок промывают 1—2 раза декантацией, поочередно порциями дистиллированной воды объемом от 30 до 40 см^3. Осадок переносят на фильтр и промывают раствором азотнокислого калия по 7.5.3.4 г) до тех пор, пока промывные воды не перестанут давать кислую реакцию по лакмусу. Фильтр с осадком переносят в колбу, в которую был осажден осадок. Затем добавляют 40 см^3 раствора гидроокиси натрия по 7.5.3.4 д), встряхивают до растворения осадка, добавляют три капли фенолфталеина по 7.5.3.4 е) и титруют избыток щелочи раствором серной кислоты по 7.5.3.4 ж).

7.5.3.6 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества пищевого монофосфата кальция Е341(iii) X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(40 - V)0{,}006743 \cdot 100}{m}, \qquad (3)$$

где 40 — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3, см^3;

V — объем серной кислоты молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 1 моль/дм^3 раствора, израсходованный на титрование избытка гидроокиси натрия, см^3;

0,006743 — масса пищевого монофосфата кальция, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно c (NaOH) = 1 моль/дм^3, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса пробы по 7.5.3.5, г.

Вычисления проводят до третьего знака после запятой.

За окончательный результат определений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{3ср}$, %, округленное до второго знака после запятой, если выполняются условия приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,4 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,6 %.

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли основного вещества пищевого монофосфата кальция Е341(iii) ± 0,5 % при P = 95 %.

7.6 Определение массовой доли потерь при высушивании

Методы основаны на способности пищевых монофосфатов кальция Е341(i) и Е341(ii) высвобождать летучие вещества при температурах соответственно 60 °С и 200 °С.

7.6.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда

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

Весы лабораторные с пределом 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.

7.6.2 Отбор проб — по 7.1.

7.6.3 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.6.4 Определение массовой доли потерь при высушивании пищевого монофосфата кальция Е341(i) моногидрата

Метод основан на способности пищевого монофосфата кальция Е341(i) моногидрата, помещенного в сушильный шкаф, освобождаться от летучих веществ при температуре (60 ± 5) °С. Массовую долю потерь определяют по разности в массе пробы пищевого монофосфата кальция до и после высушивания.

7.6.4.1 Проведение анализа

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. Массу считают постоянной, если разница между двумя последовательными взвешиваниями не превышает 0,005 г. В случае увеличения массы берут данные предыдущих взвешиваний.

Взвешивают от 1 до 2 г пробы с записью результата до третьего знака после запятой, помещают в открытом стаканчике вместе с крышкой в сушильный шкаф и сушат при температуре (60 ± 5) °С в течение 3 ч. После этого стаканчик быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

7.6.4.2 Обработка результатов

Массовую долю потерь при высушивании лищевого моногидрата монофосфата кальция Е341(i) X_4, %, вычисляют по формуле

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

где m — масса сухого стаканчика с анализируемой пробой до высушивания, г;

m_1 — масса стаканчика с анализируемой пробой после высушивания, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m_2 — масса сухого стаканчика, г.

Вычисления проводят до второго знака после запятой.

За окончательный результат определений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{4ср}$, %, округленное до первого знака после запятой, если выполняются условия приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,1 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,2 %.

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

7.6.5 Определение массовой доли потерь при высушивании пищевого монофосфата кальция Е341(ii)

Метод основан на способности пищевого монофосфата кальция Е341(ii), помещенного в сушильный шкаф, освобождаться от летучих веществ при температуре 200 °С. Массовую долю потерь определяют по разности в массе навески пищевого монофосфата кальция до и после высушивания.

7.6.5.1 Проведение анализа

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. Массу считают постоянной, если разница между двумя последовательными взвешиваниями не превышает 0,005 г. В случае увеличения массы берут данные предыдущих взвешиваний.

Взвешивают от 1 до 2 г пробы с записью результата до третьего знака после запятой, помещают в открытом стаканчике вместе с крышкой в сушильный шкаф и сушат при температуре 200 °С в течение 3 ч. После этого стаканчик быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

7.6.5.2 Обработка результатов

Массовую долю потерь при высушивании пищевых монофосфатов кальция Е341(ii) X_5, %, вычисляют по формуле

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

где m — масса сухого стаканчика с анализируемой пробой до высушивания, г;

m_1 — масса стаканчика с анализируемой пробой после высушивания, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m_2 — масса сухого стаканчика, г.

Вычисления проводят до второго знака после запятой.

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

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

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

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

r — значение предела повторяемости, приведенное в таблице 6.

Результат анализа представляют в виде

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

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

δ — границы относительной погрешности определения, %.

Предел повторяемости r и воспроизводимости R, а также показатель точности δ для диапазона определений массовой доли потерь при высушивании (см. таблицу 2) 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) $\pm\delta$, %, при $P = 0{,}95$
5,0	7,5	5,0

Примеры

1 При анализе пробы пищевого монофосфата кальция Е341(ii) (безводного) были получены следующие результаты вычислений по формуле (5):

$X_{5_1} = 1{,}89$ %,

$X_{5_2} = 1{,}97$ %,

$X_{5ср} = (1{,}89 + 1{,}97)$ %/2 = 1,9 %.

Проверяем выполнение условия приемлемости по формуле (6):

$|1{,}89 - 1{,}97|/2 \cdot 100 \le 5$,

$4 \le 5$.

Условие приемлемости выполняется, принимаем $X_{5ср} = 1{,}9$ %.

Результат вычисления по формуле (7) представляем в виде:

(1,9 ± 0,01 · 5,0 1,9) %,

(1,9 ± 0,1) %, где 0,1 % — абсолютная погрешность.

Результат вычисления сравниваем с таблицей 3.

2 При анализе пробы пищевого монофосфата кальция Е341(ii) (дигидрата) были получены следующие результаты вычислений по формуле (5):

X_{5_1} *= 19,23 %,*

X_{5_2} *= 18,61 %,*

$X_{5ср}$ *= (19,23 + 18,61) %/2 = 18,9 %.*

Проверяем выполнение условия приемлемости по формуле (6):

$|19,23 - 18,61|/18,9 \cdot 100 \leq 5,$

$3,3 \leq 5.$

Условие приемлемости выполняется, принимаем $X_{5ср}$ *= 18,9 %.*

Результат вычисления по формуле (7) представляем в виде:

(18,9 ± 0,01 · 5,0 · 18,9) %,

(18,9 ± 0,9) %, где 0,9 % — абсолютная погрешность.

Результат вычисления сравниваем с таблицей 3.

7.7 Определение массовой доли потерь при прокаливании

Методы основаны на способности пищевых монофосфатов кальция Е341(i), Е341(iii) освобождаться от летучих веществ при температуре соответственно 800 °С и 825 °С.

7.7.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование

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

Весы лабораторные 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.

7.7.2 Отбор проб — по 7.1.

7.7.3 Условия проведения испытаний — по 7.2.3.

7.7.4 Определение массовой доли потерь при прокаливании пищевого монофосфата кальция Е341(i) безводного

7.7.4.1 Проведение анализа

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. Массу считают постоянной, если разница между двумя последовательными взвешиваниями не превышает 0,005 г. В случае увеличения массы берут данные предыдущих взвешиваний.

Взвешивают от 1 до 2 г пробы с записью результата взвешивания до третьего знака после запятой, помещают в открытом тигле вместе с крышкой в муфельную печь и прокаливают при температуре (800 ± 25) °С в течение 30 мин. После этого тигель быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

7.7.4.2 Обработка результатов

Массовую долю потерь при прокаливании пищевого монофосфата кальция Е341(i) X_6, %, вычисляют по формуле

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

где m — масса сухого тигля с анализируемой пробой до прокаливания, г;

m_1 — масса тигля с анализируемой пробой после прокаливания, г;

m_2 — масса сухого тигля, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты.

Вычисления проводят до второго знака после запятой.

За окончательный результат определений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{6ср}$, %, округленное до первого знака после запятой, если выполняются условия приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,1 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,2 %.

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

7.7.5 Определение массовой доли потерь при прокаливании пищевого монофосфата кальция Е341(iii)

7.7.5.1 Проведение анализа

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. Массу считают постоянной, если разница между двумя последовательными взвешиваниями не превышает 0,005 г. В случае увеличения массы берут данные предыдущих взвешиваний.

Взвешивают от 1 до 2 г пробы с записью результата до третьего знака после запятой, помещают в открытом тигле вместе с крышкой в муфельную печь и прокаливают при температуре (825 ± 25) °С до постоянной массы. После этого тигель быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

7.7.5.2 Обработка результатов

Массовую долю потерь при прокаливании пищевого монофосфата кальция Е341(iii) X_7, %, вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{(m - m_1)100}{m - m_2}, \quad (9)$$

где m — масса сухого тигля с анализируемой пробой до прокаливания, г;

m_1 — масса тигля с анализируемой пробой после прокаливания, г;

m_2 — масса сухого тигля, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты.

Вычисления проводят до второго знака после запятой.

За окончательный результат определений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{7ср}$, %, округленное до первого знака после запятой, если выполняются условия приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,1 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,2 %.

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

7.8 Определение содержания фторидов

7.8.1 Отбор проб — по 7.1.

7.8.2 Условия проведения анализа — по 7.2.3.

7.8.3 Массовую долю фторидов определяют по ГОСТ 24596.7 (разделы 3 и 4). При возникновении разногласий применяют арбитражный метод по ГОСТ 7983 (п. 6.8.3).

7.9 Определение токсичных элементов:

свинца — по ГОСТ 26932, ГОСТ Р 30178;

мышьяка — по ГОСТ 26930, ГОСТ 10485, ГОСТ Р 51766.

8 Транспортирование и хранение

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

8.2 Пищевые монофосфаты кальция хранят в упаковке изготовителя в закрытых сухих помещениях при температуре от минус 20 °С до плюс 35 °С и относительной влажности воздуха не более 70 %.

8.3 Срок годности пищевых монофосфатов кальция устанавливает изготовитель. Рекомендуемый срок годности — не более двух лет со дня изготовления.

Библиография

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

УДК 663.05:354 ОКС 67.220.20 Н91 ОКП 91 5423

Ключевые слова: пищевая добавка, пищевые фосфаты кальция, показатели качества и безопасности, упаковка, маркировка, правила приемки, методы контроля, транспортирование, хранение

Редактор *М.Е. Никулина*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 07.10.2011. Подписано в печать 01.12.2011. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,40. Тираж 226 экз. Зак. 1151.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru