ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54538— 2011

Добавки пищевые

КАЛЬЦИЯ ЦИТРАТ Е333(iii)

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в 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 28 ноября 2011 г. № 617-ст

4 В настоящем стандарте учтены требования Кодекса Алиментариус «Пищевые добавки и контаминанты», Директивы 2008/84/ЕС

5 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, 2013

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 Технические требования 2
3.1 Характеристики 2
3.2 Требования к сырью 3
3.3 Упаковка 3
3.4 Маркировка 4
4 Требования безопасности 4
5 Правила приемки 4
6 Методы контроля 6
6.1 Отбор проб 6
6.2 Определение органолептических показателей 6
6.3 Тест на кальций-ионы 7
6.4 Тест на цитрат-ионы 8
6.5 Определение массовой доли основного вещества 8
6.6 Определение массовой доли потерь при высушивании 10
6.7 Тест на кислотность и щелочность 11
6.8 Тест на оксалаты 11
6.9 Определение массовой доли фторидов 12
6.10 Определение токсичных элементов 14
7 Транспортирование и хранение 14
Библиография 15

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Добавки пищевые

КАЛЬЦИЯ ЦИТРАТ Е333(iii)

Технические условия

Food additives. Tricalcium citrate E333(iii). Specifications

Дата введения — 2013—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку — кальция цитрат Е333(iii) (далее — пищевой цитрат кальция), предназначенную для использования в пищевой промышленности.

Требования, обеспечивающие безопасность пищевого цитрата кальция, изложены в 3.1.6, требования к качеству — в 3.1.4 и 3.1.5, требования к маркировке — в 3.4.

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 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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 199—78 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 908—2004 Кислота лимонная моногидрат пищевая. Технические условия

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

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773—72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4463—76 Реактивы. Натрий фтористый. Технические условия

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

Издание официальное

ГОСТ 4530—76 Реактивы. Кальций углекислый. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 8253—79 Мел химический осажденный. Технические условия

ГОСТ 8677—76 Реактивы. Кальция оксид. Технические условия

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

ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 13512—91 Ящики из гофрированного картона для кондитерских изделий. Технические условия

ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 14961—91 Нитки льняные и льняные с химическими волокнами. Технические условия

ГОСТ 15846—2002 Продукция, отправляемая в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 17308—88 Шпагаты. Технические условия

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

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

ГОСТ 22280—76 Реактивы. Натрий лимоннокислый 5,5-водный. Технические условия

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

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

ГОСТ 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 Технические требования

3.1 Характеристики

3.1.1 Пищевой цитрат кальция E333(iii) представляет собой 3-замещенную кальциевую соль лимонной кислоты.

Формула: $Ca_3 (C_6H_5O_7)_2 \cdot 4H_2O$.

Молекулярная масса цитрата кальция — 570,51 а. е. м.

3.1.2 Пищевой цитрат кальция вырабатывают в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическим инструкциям и применяют в соответствии с нормативными правовыми актами Российской Федерации*.

3.1.3 Пищевой цитрат кальция малорастворим в воде и нерастворим в этаноле.

3.1.4 По органолептическим показателям пищевой цитрат кальция должен соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Органолептические показатели

Наименование показателя	Характеристика показателя
Внешний вид, цвет	Мелкокристаллический белый порошок
Запах	Без запаха

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

Таблица 2 — Физико-химические показатели

Наименование показателя	Норма
Тест на кальций-ионы	Выдерживает испытание
Тест на цитрат-ионы	Выдерживает испытание
Массовая доля основного вещества на сухой основе, %, не менее	97,5
Массовая доля потерь при высушивании, %: не более не менее	 14,0 10,0
Тест на кислотность и щелочность	Выдерживает испытания
Тест на оксалаты	Выдерживает испытания
Массовая доля (содержание) фторидов, млн$^{-1}$ (мг/кг), не более	30,0

3.1.6 Содержание токсичных элементов (свинца) в пищевых цитратах кальция не должно превышать норм, установленных нормативными правовыми актами Российской Федерации*.

3.2 Требования к сырью

3.2.1 Для производства пищевого цитрата кальция используют следующее сырье:

- кислоту лимонную пищевую по ГОСТ 908;
- кальция оксид по ГОСТ 8677;
- кальций углекислый по ГОСТ 4530;
- мел химический осажденный по ГОСТ 8253.

3.2.2 Допускается применение аналогичного отечественного и импортного сырья, соответствующего требованиям нормативных документов, обеспечивающих получение пищевого цитрата кальция в соответствии с требованиями настоящего стандарта, и разрешенного к применению в пищевой промышленности.

3.3 Упаковка

3.3.1 Пищевой цитрат кальция упаковывают в продуктовые мешки из мешочных тканей по ГОСТ 30090, бумажные мешки открытые марок НМ и ПМ по ГОСТ Р 53361, ящики из гофрированного картона по ГОСТ 13512. Внутрь продуктовых мешков из мешочных тканей, бумажных мешков марки НМ, ящиков из гофрированного картона следует вставлять мешки-вкладыши по ГОСТ 19360 из пищевой полиэтиленовой нестабилизированной пленки марки Н толщиной не менее 0,08 мм по ГОСТ 10354.

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

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

3.3.2 Полиэтиленовые мешки-вкладыши после их заполнения заваривают или завязывают шпагатом из лубяных волокон по ГОСТ 17308 или двуниточным полированным шпагатом по документу, в соответствии с которым он изготовлен, так чтобы была обеспечена герметичность упаковки.

3.3.3 Верхние швы тканевых и бумажных мешков должны быть зашиты машинным способом льняными нитками по ГОСТ 14961 или другими нитками, обеспечивающими механическую прочность шва.

3.3.4 Допускается применение других видов тары и упаковочных средств, изготовленных из материалов, использование которых в контакте с пищевым цитратом кальция обеспечивает его качество и безопасность.

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

3.3.6 Пищевой цитрат кальция, отправляемый в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, упаковывают по ГОСТ 15846.

3.4 Маркировка

3.4.1 На каждую упаковочную единицу с пищевым цитратом кальция наносят маркировку любым способом, обеспечивающим ее четкое обозначение, с указанием:

- полного 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 по 7.3;
- условий хранения по 7.2;
- обозначения настоящего стандарта.

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

4 Требования безопасности

4.1 Пищевой цитрат кальция нетоксичен, пожаро- и взрывобезопасен.

4.2 По степени воздействия на организм человека пищевой цитрат кальция в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относится к веществам умеренно опасным — третьему классу опасности.

4.3 При работе с пищевым цитратом кальция необходимо использовать спецодежду, средства индивидуальной защиты и соблюдать правила личной гигиены, предусмотренные соответствующими инструкциями.

4.4 Помещения, в которых проводят работы с пищевым цитратом кальция, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.

4.5 Контроль воздуха рабочей зоны осуществляет производитель пищевого цитрата кальция в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

5 Правила приемки

5.1 Пищевой цитрат кальция принимают партиями.

Партией считают количество пищевого цитрата 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.

5.2 Документ, удостоверяющий качество и безопасность пищевого цитрата кальция, должен содержать следующую информацию:

- номер и дату выдачи удостоверения;
- полное наименование пищевой добавки и ее Е-номер;
- наименование и местонахождение (юридический адрес) изготовителя;
- номер партии;
- дату изготовления;
- массу нетто партии;

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

- число упаковочных единиц в партии;
- срок годности;
- органолептические и физико-химические показатели качества фактические и по настоящему стандарту;
- показатели безопасности по настоящему стандарту и определенные в соответствии с 5.9;
- обозначение настоящего стандарта.

5.3 Для проверки соответствия пищевого цитрата кальция требованиям настоящего стандарта проводят приемо-сдаточные испытания по качеству упаковки, правильности нанесения маркировки, массе нетто, органолептическим и физико-химическим показателям и периодические испытания по показателям безопасности.

5.4 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 ГОСТ Р ИСО 2859-1.

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

Таблица 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

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

5.6 Контроль массы нетто пищевого цитрата 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 пищевого цитрата кальция в каждой упаковочной единице — по 3.3.5.

5.7 Приемка партии пищевого цитрата кальция по массе нетто, качеству упаковки и правильности маркировки упаковочных единиц

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

5.7.2 Если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто пищевого цитрата кальция, больше или равно браковочному числу (см. таблицу 3), контроль проводят на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Партию принимают, если выполняются условия 5.7.1.

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

5.8 Приемка партии пищевого цитрата кальция по органолептическим и физико-химическим показателям

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

5.8.2 При получении неудовлетворительных результатов хотя бы по одному из органолептических и физико-химических 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.

5.8.3 Органолептические и физико-химические показатели пищевых цитратов кальция в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты контроля распространяют только на пищевой цитрат кальция в этой упаковке.

5.9 Порядок и периодичность контроля показателей безопасности (свинца) устанавливает изготовитель в программе производственного контроля.

6 Методы контроля

6.1 Отбор проб

6.1.1 Для составления суммарной пробы пищевого цитрата кальция из разных мест каждой упаковочной единицы, отобранной по 5.4, 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 Для получения суммарной пробы мгновенные пробы помещают в сухую чистую стеклянную или полиэтиленовую емкость и тщательно перемешивают.

Рекомендуемая масса суммарной пробы — не менее 500 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 стола, снова ее разравнивают в виде квадрата толщиной слоя от 1,0 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. Деление повторяют необходимое число раз.

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

Одну часть суммарной пробы используют 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 цитрата кальция.

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 и условия хранения;
- фамилии лиц, проводивших отбор данной пробы;
- обозначение настоящего стандарта.

6.2 Определение органолептических показателей

Метод основан на органолептической оценке внешнего вида, цвета и запаха пищевого цитрата кальция.

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

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,1 г.

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

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

Лампы люминесцентные типа ЛД по ГОСТ 6825.

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

Стаканчик для взвешивания СВ 34/12 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)–100–1 по ГОСТ 1770.

Стеклянная пластинка.

Бумага белая.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.2.2 Отбор проб — по 6.1.

6.2.3 Проведение анализа

6.2.3.1 Внешний вид и цвет пищевого цитрата 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. Освещенность поверхности рабочего стола должна быть не менее 500 лк.

6.2.3.2 Для определения запаха стаканчик для взвешивания заполняют на половину его вместимости пищевым цитратом кальция, закрывают крышкой и выдерживают в течение 1 ч при температуре (20 ± 5) °С.

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

6.3 Тест на кальций-ионы

6.3.1 Средства измерений, посуда, реактивы и вспомогательные устройства

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,01 г.

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

Газовая горелка.

Стаканы В(Н)-1(2)–100(250) ТС (ТХС) по ГОСТ 25336.

Пипетки 2–2–1–5(10) по ГОСТ 29227.

Цилиндры 1–50(100)–1 по ГОСТ 1770.

Пробирки П1(2)–14–120 ХС по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная оплавленная.

Платиновая проволока по ГОСТ 18389.

Аммоний щавелевокислый 1-водный по ГОСТ 5712, х. ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, х. ч., массовой долей 25 %.

Метиловый красный (индикатор).

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.3.2 Отбор проб — по 6.1.

6.3.3 Подготовка к анализу

6.3.3.1 Приготовление раствора щавелевокислого аммония

Щавелевокислый аммоний массой 4,0 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 96 см^3 дистиллированной воды. Раствор хранят в плотно закрытой емкости. Срок хранения — не более 6 мес.

6.3.3.2 Раствор соляной кислоты массовой долей 10 % готовят по ГОСТ 4517.

6.3.3.3 Раствор метилового красного готовят по ГОСТ 4919.1.

6.3.3.4 Приготовление раствора аммиака

В стакан вместимостью 250 см^3 вносят 20 см^3 аммиака массовой долей 25 % и 200 см^3 дистиллированной воды и перемешивают. Раствор хранят в плотно закрытой емкости. Срок хранения — не более 6 мес.

6.3.4 Проведение анализа

Способ 1. Метод основан на образовании белого осадка оксалата кальция при действии на кальций щавелевокислого аммония.

Анализируемую пробу массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют в 5 см^3 соляной кислоты, приготовленной по 6.3.3.2, добавляют 50 см^3 дистиллированной воды и перемешивают. В пробирку помещают 5 см^3 полученного раствора, добавляют одну-две капли индикатора метилового красного (см. 6.3.3.3), нейтрализуют раствор аммиаком, приготовленным по 6.3.3.4, до изменения окраски раствора от красного цвета к желтому, затем вносят 2 см^3 раствора щавелевокислого аммония (см. 6.3.3.1) и перемешивают. Образование белого мелкокристаллического осадка подтверждает присутствие ионов кальция.

Способ 2. Метод основан на окрашивании в присутствии ионов кальция бесцветного пламени в желтовато-красный цвет.

Анализируемую пробу массой 2 г смачивают концентрированной соляной кислотой. Платиновую проволоку, впаянную в стеклянную палочку, нагревают в пламени горелки и быстро вносят в пробу пищевого цитрата кальция, а затем снова в пламя горелки. Бесцветное пламя должно окраситься в желтовато-красный цвет.

6.4 Тест на цитрат-ионы

Метод основан на образовании белого кристаллического осадка цитрата кальция из растворов при кипячении.

6.4.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,01 г.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Стакан В(Н)-1(2)–100 (250) ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1–50(100)–1 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2–2–1–5(10), по ГОСТ 29227.

Кальций хлористый по ГОСТ 450, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, х. ч.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч.

Метиловый красный (индикатор).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

6.4.2 Отбор проб — по 6.1.

6.4.3 Подготовка к анализу

6.4.3.1 Раствор соляной кислоты и раствор аммиака готовят соответственно по 6.3.3.2 и 6.3.3.4.

6.4.3.2 Приготовление раствора хлористого кальция

Хлористый кальций массой 5,0 г растворяют в 95 см^3 дистиллированной воды в стакане вместимостью 250 см^3. Раствор хранят в закрытой емкости. Срок хранения — не более 6 мес.

6.4.4 Проведение анализа

Анализируемую пробу массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют в 5 см^3 соляной кислоты, добавляют 50 см^3 дистиллированной воды и перемешивают. В пробирку помещают 5 см^3 полученного раствора, прибавляют одну-две капли индикатора метилового красного, нейтрализуют раствор по 6.3.4 (способ 1), вносят 2 см^3 хлористого кальция (см. 6.4.3.2) и раствор нагревают до кипения при перемешивании. Образование белого кристаллического осадка, нерастворимого в гидроокиси натрия, но растворимого в уксусной и соляной кислотах, свидетельствует о присутствии в растворе цитрат-ионов.

6.5 Определение массовой доли основного вещества

Метод основан на комплексонометрическом определении соединений кальция при титровании раствором трилона Б в присутствии индикатора эриохрома черного.

Массовую долю основного вещества определяют на высушенной основе анализируемой пробы.

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

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,0001 г.

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

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Эксикатор 2–250 по ГОСТ 25336.

Бюретки I–1–2–50–0,1 по ГОСТ 29251.

Колба 2–1000–1 по ГОСТ 1770.

Колба Кн–1–250–34 ТХС по ГОСТ 25336.

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

Воронка В–36–80 ХС по ГОСТ 25336.

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

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

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

Рукавицы тканевые или держатели для стаканчика.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Стакан В(Н)–1–100(250) по ГОСТ 25336.

Пипетки 1–2–1–10(20) по ГОСТ 29227.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Ступка 2(3) и пестик 1 по ГОСТ 9147.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, х. ч.

Магний сернокислый (фиксанал).

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, х. ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, х. ч., массовой долей 25 %.

Метиловый красный (индикатор).

Эриохром черный Т (индикатор).

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.5.2 Отбор проб — по 6.1.

6.5.3 Подготовка к анализу

6.5.3.1 Приготовление аммиачного буферного раствора

Хлористый аммоний массой 20 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды и смешивают с 100 см^3 раствора аммиака массовой долей 25 %. Смесь количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, объем доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в плотно закрытой емкости. Срок хранения — не более 6 мес.

6.5.3.2 Раствор сернокислого магния молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 готовят, используя стандарт-титр (фиксанал) в ампулах.

6.5.3.3 Приготовление индикаторной смеси

Смесь из 1 г индикатора эриохром черного Т и 100 г хлористого натрия растирают в ступке до порошкообразного состояния. Хранят в герметически закрытой темной емкости. Срок хранения — 6 мес.

6.5.3.4 Раствор соляной кислоты массовой долей 10 % готовят по ГОСТ 4517.

6.5.3.5 Приготовление раствора трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/дм^3

Трилон Б массой 18,62 г растворяют в 200 см^3 дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, объем доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Раствор хранят в полиэтиленовых или стеклянных парафинированных изнутри сосудах. Срок хранения — не более 6 мес.

6.5.3.6 Раствор индикатора метилового красного готовят по ГОСТ 4919.1.

6.5.3.7 Раствор аммиака готовят по 6.3.3.4.

6.5.4 Проведение анализа

В сухом стаканчике взвешивают 0,4 г анализируемой пробы с записью результата до третьего десятичного знака и сушат в открытом стаканчике вместе с крышкой (см. 6.6.3). Высушенную пробу растворяют в 5 см^3 соляной кислоты (см. 6.5.3.4) и количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, вносят 50 см^3 дистиллированной воды, перемешивают, добавляют две-три капли раствора метилового красного (см. 6.5.3.6) и нейтрализуют раствором аммиака по 6.5.3.7 до появления слабого желтого окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин. К раствору добавляют 7 см^3 аммиачного буферного раствора по 6.5.3.1 около 10 мг индикаторной смеси по 6.5.3.3, перемешивают и титруют раствором трилона Б по 6.5.3.5 до перехода окраски от красновато-фиолетовой в устойчивую синюю.

6.5.5 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 0{,}0083K \cdot 100}{m}, \qquad (1)$$

где V — объем раствора трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование пробы, см^3;

0,0083 — масса цитрата кальция безводного, соответствующая 1 см^3 раствора трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/дм^3, г;

K — коэффициент поправки раствора трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/дм^3;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m — масса сухой пробы, г, вычисляемая по формуле

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

где m_2 — масса сухого стаканчика с крышкой и анализируемой пробой после высушивания, г;

m_1 — масса сухого стаканчика с крышкой, г.

Коэффициент поправки (K) для раствора трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/дм^3 определяют следующим образом: в коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают 20 см^3 раствора сернокислого магния, 100 см^3 дистиллированной воды, 10 см^3 аммиачного буферного раствора, индикатора эриохром черного Т (на кончике скальпеля) и титруют раствором трилона Б до изменения окраски раствора от красновато-фиолетовой до устойчивой синей. Значение K определяют как отношение объема раствора сернокислого магния к объему раствора трилона Б массовой концентрацией 0,05 моль/дм^3, израсходованному на титрование.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

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

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,4 %.

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли основного вещества пищевого цитрата кальция ± 0,3 % при P = 95 %.

6.6 Определение массовой доли потерь при высушивании

Метод основан на термогравиметрическом определении потерь при высушивании цитрата кальция до постоянной массы.

6.6.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и устройства, посуда и реактивы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,0001 г.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного режима сушки до 200 °С с погрешностью ± 2 °С.

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Эксикатор 2–250 по ГОСТ 25336 с хлористым кальцием, предварительно обезвоженным при температуре (300 ± 50) °С в течение 2 ч.

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

Рукавицы тканевые или держатели для стаканчика.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

6.6.2 Отбор проб — по 6.1.

6.6.3 Подготовка к анализу

Открытый стеклянный стаканчик вместе с крышкой помещают в сушильный шкаф, нагретый до температуры 150 °С, и выдерживают в течение 0,5 ч. Затем стаканчик закрывают крышкой и помещают в эксикатор, на 1/3 объема заполненный обезвоженным хлористым кальцием. После охлаждения до температуры (20 ± 2) °С стаканчик взвешивают с записью результата 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.

6.6.4 Проведение анализа

В подготовленный стаканчик вносят 2—3 г анализируемой пробы, стаканчик закрывают крышкой и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака. Пробу распределяют равномерным

слоем постукиванием по стаканчику и сушат в открытом стаканчике вместе с крышкой в течение 4 ч при температуре 150 °С.

После этого стаканчик с высушенной пробой быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе над обезвоженным хлористым кальцием до температуры (20 ± 2) °С и взвешивают с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака.

Высушивание стаканчика с пробой повторяют с продолжительностью сушки от 1 до 2 ч до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний составит не более 0,001 г.

6.6.5 Обработка результатов

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

$$X_2 = \frac{(m - m_2) \cdot 100}{m - m_1}, \quad (3)$$

где m — масса стаканчика с крышкой и анализируемой пробой по 6.6.4 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 второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, $X_{2ср}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,3 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не должно превышать предела воспроизводимости R = 0,5 %.

Границы относительной погрешности определения массовой доли потерь при высушивании пищевого цитрата кальция ± 0,3 % отн. при P = 95 %.

6.7 Тест на кислотность и щелочность

Метод основан на определении ионов H^+ и OH^- в пищевом цитрате кальция с использованием кислотно-основного индикатора.

6.7.1 Средства измерений, посуда и реактивы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,01 г.

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

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

Цилиндры 1–50(100)–1 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2–2–1–5(10) по ГОСТ 29227.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Фенолфталеин (индикатор).

6.7.2 Отбор проб — по 6.1.

6.7.3 Подготовка к анализу

Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ готовят по ГОСТ 25794.1.

Раствор фенолфталеина готовят по ГОСТ 4919.1.

6.7.4 Проведение анализа

Анализируемую пробу массой 1,0 г помещают в стакан вместимостью 50 см³, вносят 15 см³ дистиллированной воды, выдерживают в течение 1 мин, прибавляют две-три капли фенолфталеина. Бесцветная окраска раствора не должна измениться. При внесении 0,5 см³ гидроокиси натрия раствор должен окраситься в розовый цвет.

6.8 Тест на оксалаты

Метод основан на визуальном определении труднорастворимого оксалата кальция при осаждении.

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

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,01 г.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

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

Цилиндры мерные 1–25(100)–1 по ГОСТ 1770.

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

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

Пипетки 2–1–2–2(10) по ГОСТ 29227.

Фильтры обеззоленные «синяя лента».

Палочка стеклянная оплавленная.

Фильтр «синяя лента».

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

6.8.2 Отбор проб — по 6.1.

6.8.3 Подготовка к анализу

6.8.3.1 Приготовление раствора уксуснокислого натрия массовой долей 20 %

Взвешивают 20 г уксуснокислого натрия и растворяют в стакане вместимостью 250 см^3 в 80 см^3 дистиллированной воды. Раствор хранят не более 6 мес.

6.8.3.2 Раствор соляной кислоты массовой долей 10 % готовят по ГОСТ 4517.

6.8.4 Проведение анализа

Анализируемую пробу массой 1,0 г растворяют в 5 см^3 соляной кислоты (см. 6.8.3.2) при перемешивании в стакане вместимостью 50 см^3. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента». Затем к раствору прибавляют 10 см^3 уксуснокислого натрия по 6.8.3.1.

По истечении 1 ч не должно наблюдаться помутнение раствора и образование осадка.

6.9 Определение массовой доли фторидов

Метод основан на потенциометрическом измерении концентрации фторид-ионов с использованием ион-селективного электрода.

6.9.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и устройства, посуда и реактивы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,0001 г.

РН-метр-милливольтметр с погрешностью измерения не более 0,01 ед. pH/0,25 мВ.

Электрод фторидселективный типа ХС-F-01 с нижним пределом обнаружения ионов фтора 0,02 мг/дм^3 или другой аналогичный.

Электрод стеклянный лабораторынй ЭСЛ-43-07 или другой аналогичный.

Электрод сравнения хлорсеребряный ЭВЛ-1 М3 или другой аналогичный.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание режима сушки до 250 °С с погрешностью ± 2 °С.

Мешалка магнитная.

Цилиндры 1–10–1, 1–50–1, 1–250–1 по ГОСТ 1770.

Стаканы В(Н)-1–150 (500, 1000) ТС по ГОСТ 25336.

Стаканы пластмассовые вместимостью 100, 150, 500 см^3.

Емкость полиэтиленовая вместимостью 1000 см^3.

Колбы 2–100–2, 2–1000–2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1–2–2–1, 1–2–2–5, 1–2–2–10 по ГОСТ 29227.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463, х. ч.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Натрий лимоннокислый 5,5-водный по ГОСТ 22280, х. ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.9.2 Отбор проб — по 6.1.

6.9.3 Подготовка к анализу

6.9.3.1 Приготовление раствора трилона Б

Трилон Б массой 74,4 г помещают в стакан вместимостью 500 см^3 и растворяют в 300—400 см^3 дистиллированной воды. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, объем доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Срок хранения — не более 6 мес.

6.9.3.2 Приготовление раствора лимоннокислого натрия

Лимоннокислый натрий массой 357 г помещают в стакан вместимостью 1000 см³ и растворяют в 500—600 см³ дистиллированной воды. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, объем доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Срок хранения — не более 6 мес.

6.9.3.3 Раствор соляной кислоты массовой долей 10 % готовят по ГОСТ 4517.

6.9.3.4 Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 2 моль/дм³ готовят по ГОСТ 4517.

6.9.3.5 Приготовление стандартного раствора фтористого натрия с содержанием 1 мг фторида в 1 см³ (стандартный раствор I).

Фтористый натрий высушивают в сушильном шкафу при температуре (200 ± 2) °С в течение 4 ч. Высушенный фтористый натрий массой 2,21 г помещают в пластмассовый стакан вместимостью 500 см³, добавляют 200 см³ дистиллированной воды и перемешивают до растворения. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой емкости с плотно закрытой пробкой. Срок хранения — не более 6 мес.

6.9.3.6 Приготовление стандартного раствора фтористого натрия с содержанием $5 \cdot 10^{-3}$ мг фторида в 1 см³ (стандартный раствор II).

Стандартный раствор фтористого натрия (I) по 6.9.3.5 в объеме 5 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют дистиллированной водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор II готовят в день построения и проверки градуировочного графика.

6.9.3.7 Построение калибровочного графика

Подготавливают электроды и pH-метр-милливольтметр-иономер в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

Для построения калибровочного графика в шесть пластмассовых стаканов вместимостью 150 см³ вносят соответственно 1; 2; 3; 5; 10; 15 см³ свежеприготовленного стандартного раствора фтористого натрия (II) по 6.9.3.6, добавляют по 50 см³ дистиллированной воды, 5 см³ раствора соляной кислоты, 10 см³ раствора лимоннокислого натрия, 10 см³ раствора трилона Б и перемешивают. Растворы количественно переносят в шесть мерных колб вместимостью каждая 100 см³, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученные растворы содержат $0{,}5 \cdot 10^{-4}$; $1 \cdot 10^{-4}$; $1{,}5 \cdot 10^{-4}$; $2{,}5 \cdot 10^{-4}$; $5 \cdot 10^{-4}$; $7{,}5 \cdot 10^{-4}$ мг фторида в 1 см³ соответственно. Затем измеряют электродный потенциал приготовленных растворов с использованием ион-селективного электрода, помещая по 50 см³ каждого раствора в пластмассовый стакан вместимостью 100 см³.

В ходе измерений растворы постоянно перемешивают, используя магнитную мешалку. Показания милливольтметра регистрируют через 3 мин после погружения электродов. Перед каждым измерением электроды тщательно промывают дистиллированной водой и осторожно высушивают впитывающей бумагой. Все измерения проводят при температуре растворов (25 ± 1) °С.

На основании полученных результатов строят калибровочный график, откладывая в логарифмическом масштабе на оси абсцисс концентрации фторид-ионов (мг/см³) в растворах, а на оси ординат значения потенциала в милливольтах.

Калибровочный график необходимо проверять каждый раз перед работой не менее чем по двум стандартным растворам (II).

6.9.4 Проведение анализа

Анализируемую пробу массой 1 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в стакан вместимостью 150 см³, растворяют в 5 см³ раствора соляной кислоты по 6.9.3.3, перемешивают до полного растворения цитрата кальция, затем добавляют 50 см³ дистиллированной воды, 10 см³ раствора лимоннокислого натрия по 6.9.3.2, 10 см³ раствора трилона Б по 6.9.3.1 и перемешивают.

Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Определяют значение pH полученного раствора. При отклонении от требуемого значения pH (5,5 ± 0,1) ед. pH проводят корректировку добавлением раствора гидроокиси натрия.

В пластмассовый стакан вместимостью 100 см³ помещают 50 см³ данного раствора и измеряют электродный потенциал, как описано в 6.9.3.7. По калибровочному графику находят концентрацию фторид-ионов в растворе (мг/см³).

6.9.5 Обработка результатов

Массовую долю фторидов X_3, мг/кг, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{CV \cdot 1000}{m}, \quad (4)$$

где C — концентрация фторидов в анализируемом растворе, найденная по калибровочному графику, мг/см^3;

V — вместимость мерной колбы, см^3;

1000 — коэффициент пересчета граммов в килограммы;

m — масса навески пробы по 6.9.4, г.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

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

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученное в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,5 мг/кг.

Границы абсолютной погрешности метода определения массовой доли фторидов ± 0,3 мг/кг при P = 95 %.

6.10 Определение токсичных элементов

6.10.1 Отбор проб — по 6.1.

6.10.2 Массовую долю свинца определяют по ГОСТ 26932 или ГОСТ 30178. В случае возникновения разногласий используют арбитражный метод по ГОСТ 30178.

7 Транспортирование и хранение

7.1 Пищевой цитрат кальция перевозят в крытых транспортных средствах всеми видами транспорта в соответствии с правилами транспортирования грузов, действующими на соответствующих видах транспорта.

7.2 Пищевой цитрат кальция хранят в упаковке изготовителя в сухих отапливаемых складских помещениях на деревянных стеллажах или поддонах при относительной влажности воздуха не более 70 %.

7.3 Срок годности и условия хранения устанавливает изготовитель.

7.4 Рекомендуемый срок годности пищевого цитрата кальция два года со дня изготовления.

Библиография

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

УДК 663.05:006.354 ОКС 67.220.20 Н91 ОКП 91 1230

Ключевые слова: пищевая добавка, цитрат кальция, технические требования и требования безопасности, упаковка, маркировка, правила приемки, методы контроля, транспортирование и хранение

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 04.12.2012. Подписано в печать 30.01.2013. Формат 60x84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,95. Тираж 175 экз. Зак. 88.

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