ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54980— 2012

Добавки пищевые

МЕТОДЫ ИДЕНТИФИКАЦИИ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ КАЛЬЦИЙСОДЕРЖАЩЕГО ИНГРЕДИЕНТА В ЛАКТАТСОДЕРЖАЩИХ ПИЩЕВЫХ ДОБАВКАХ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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 10 сентября 2012 г. № 285-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2019 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2012, 2019

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 Отбор проб 2
4 Требования безопасности 3
5 Условия проведения анализа 3
6 Методы идентификации кальций-иона (Ca^{2+}) 3
6.1 Метод образования труднорастворимого кальциевого соединения 3
6.2 Метод окрашивания пламени 4
7 Перманганатометрический метод качественного определения лактат-иона ($C_3H_5O_3^-$) 4
8 Трилонометрический метод определения массовой доли иона кальция 5

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Добавки пищевые

МЕТОДЫ ИДЕНТИФИКАЦИИ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ КАЛЬЦИЙСОДЕРЖАЩЕГО ИНГРЕДИЕНТА В ЛАКТАТСОДЕРЖАЩИХ ПИЩЕВЫХ ДОБАВКАХ

Food additives. Methods for identification and determination of mass fraction of calcium-containing ingredient in the lactate-containing food additives

Дата введения — 2013—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на комплексные пищевые добавки на основе молочной кислоты (Е270) и соединений кальция (далее — лактатсодержащие пищевые добавки) и устанавливает методы идентификации лактат- и кальций-ионов и определения массовой доли кальций-ионов в диапазоне измерений от 1,0 % до 3,0 %.

Требования к показателю массовой доли кальция, определяемой по настоящему стандарту, устанавливаются в нормативных документах на конкретные лактатсодержащие пищевые добавки.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

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

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

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

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

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

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

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

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

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

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4517—87[1)] Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

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

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

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

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

ГОСТ 18389 Проволока из платины и сплавов на ее основе. Технические условия

ГОСТ 20490 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

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

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

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

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

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

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

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Отбор проб

3.1 Для составления суммарной пробы из каждой единицы выборки потребительской тары после тщательного перемешивания отбирают мгновенные пробы равными порциями из верхнего, нижнего и среднего слоев.

3.2 Для отбора проб используют пробоотборники, изготовленные из материала, не реагирующего с данным продуктом. Точечные пробы помещают в чистую стеклянную емкость и тщательно перемешивают.

3.3 Объем полученной объединенной пробы должен быть не менее 0,5 $дм^3$.

3.4 Объединенную пробу делят на две части и помещают в чистые сухие, плотно закрывающиеся стеклянные емкости.

3.5 Пробу в одной емкости опечатывают, пломбируют и оставляют для повторного анализа в случае возникновения разногласий в оценке величины массовой доли иона кальция в пищевой добавке.

3.6 Пробу во второй емкости передают на анализ.

3.7 Емкости с пробой снабжают этикетками, на которых должно быть указано:

- наименование продукта;
- наименование предприятия-изготовителя;

[1)] Действует ГОСТ 4517—2016.

- товарный знак изготовителя (при наличии), его адрес;
- номер партии;
- масса нетто партии;
- количество мест в партии;
- дата выработки;
- дата и место отбора проб;
- фамилии лиц, отбиравших пробу.

4 Требования безопасности

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

4.2 Помещение, где проводят работы с реактивами, должно быть оснащено приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

4.3 Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.1.019 и ГОСТ 12.2.007.0.

4.4 Организация обучения работающих безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

4.5 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

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

5 Условия проведения анализа

При подготовке и проведении анализа должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающего воздуха . . . . . от 20 °С до 25 °С;

относительная влажность . . . . . от 40 % до 90 %;

напряжение в электросети. . . . . 220 В;

частота тока в электросети . . . . . от 49 до 51 Гц.

Все операции с реактивами проводят в вытяжном шкафу.

6 Методы идентификации кальций-иона (Ca^{2+})

6.1 Метод образования труднорастворимого кальциевого соединения

Метод основан на взаимодействии иона кальция и оксалат-иона в слабокислой среде с образованием труднорастворимого осадка оксалата кальция.

6.1.1 Средства измерений, посуда, реактивы

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

Цилиндр 1—10—1, 1—100—1 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1—2—1, 1—2—5 по ГОСТ 29169.

Стаканы В(Н)-1—50 по ГОСТ 25336.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.1.2 Подготовка к анализу

6.1.2.1 Раствор щавелевокислого аммония массовой долей 4 % готовят по ГОСТ 4517—87 (пункт 2.15).

Срок хранения — 6 мес при температуре (20 ± 2) °С.

6.1.2.2 Раствор соляной кислоты массовой долей 10 % готовят по ГОСТ 4517—87 (пункт 2.89).

Срок хранения — 6 мес при температуре (20 ± 2) °С.

6.1.3 Проведение анализа

0,5—0,7 г пробы помещают в стакан вместимостью 50 $см^3$, добавляют 0,5 $см^3$ раствора соляной кислоты по 6.1.2.2, 5 $см^3$ раствора щавелевокислого аммония по 6.1.2.1 и перемешивают. Образование мелкокристаллического осадка белого цвета, практически нерастворимого в воде, свидетельствует о наличии в пробе кальций-иона.

6.2 Метод окрашивания пламени

Метод основан на способности летучих соединений кальция окрашивать бесцветное пламя в кирпично-красный цвет.

6.2.1 Вспомогательные устройства, реактивы

Горелка газовая.

Проволока из платины по ГОСТ 18389.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

6.2.2 Проведение анализа

Петлю из платиновой проволоки, впаянную в стеклянную палочку, нагревают в пламени горелки и быстро вносят в пробу лактатсодержащей пищевой добавки. Анализируемое вещество, прилипшее к раскаленной проволоке, спекают в пламени горелки, затем на мгновение окунают в концентрированную соляную кислоту. Образующиеся при этом летучие хлористые соединения кальция окрашивают бесцветное пламя в характерный кирпично-красный цвет.

7 Перманганатометрический метод качественного определения лактат-иона ($C_3H_5O_3^-$)

Метод основан на окислении лактат-иона марганцовокислым калием в кислой среде с образованием уксусного альдегида, обнаруживаемого по резкому характерному запаху. Реакция проходит в сернокислой среде при нагревании и сопровождается восстановлением MnO_4^- до Mn^{2+} (обесцвечивание реакционной среды).

7.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда, реактивы

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

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Стакан В(Н)-1—50, В(Н)-1—100 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—100—1 по ГОСТ 1770.

Колбы 2—100—2, 2-1000—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 1—2—1—5 по ГОСТ 29227.

Стандарт-титр серной кислоты молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.2 Подготовка к анализу

7.2.1 Раствор марганцовокислого калия с массовой долей 1 % готовят в стакане растворением 1 г марганцовокислого калия в 99 см^3 дистиллированной воды. Хранят в емкости из темного стекла. Используют свежеприготовленный раствор.

7.2.2 Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 2 моль/дм^3:

Способ 1 — по ГОСТ 25794.1.

Способ 2 — из стандарт-титра молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3. Содержимое двух ампул стандарт-титра серной кислоты переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и добавляют дистиллированную воду до метки.

7.3 Проведение анализа

9—10 г пробы помещают в стакан вместимостью 50 см^3, добавляют 5 см^3 раствора серной кислоты, подготовленной по 7.2.2, и 2 см^3 раствора марганцовокислого калия по 7.2.1, перемешивают и нагревают до температуры (55 ± 5) °С.

Реакционная смесь обесцвечивается. Запах выделяющегося уксусного альдегида свидетельствует о наличии в пробе лактат-иона.

8 Трилонометрический метод определения массовой доли иона кальция

Метод основан на способности трилона Б (динатриевая соль этилендиамин — N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты) образовывать в щелочной среде бесцветное прочное комплексное соединение с ионами кальция. Реакция осуществляется в присутствии индикатора, изменяющего цвет анализируемого раствора при полном связывании Ca^{2+} в комплекс. Дополнительное внесение соединения магния обеспечивает более четкий переход окраски от красной к синей.

8.1 Средства измерений, посуда, вспомогательные устройства, реактивы

Весы со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,3 мг, и погрешностью от нелинейности не более ± 0,6 мг.

Цилиндр 1—100—1 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2—2—5, 2—2—20 по ГОСТ 29169.

Пипетка 1—2—2—5 по ГОСТ 29227.

Стаканы В-1—50, В-1—100 по ГОСТ 25336.

Колбы 2—100—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Колба $К_н$-1—250—34 по ГОСТ 25336.

Бюретка I—1(3)2—25—0,1 по ГОСТ 29251.

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.

Стандарт-титр 2-водной динатриевой соли этилендиамин — N, N, N', N'тетрауксусной кислоты (трилон Б) молярной концентрации c (1/2 $C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,1 моль/дм^3.

Стандарт-титр магния сернокислого молярной концентрации c (1/2 $MgSO_4 \cdot 7H_2O$) = 0.1 моль/дм^3.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, х. ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, х. ч.

Эриохром черный Т (хромоген черный, специальный ЕТ-00), индикатор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

8.2 Подготовка к анализу

8.2.1 Раствор аммиака с массовой долей 20 % (ρ^{20} = 0,923 г/см^3) готовят в колбе вместимостью 1000 см^3 разбавлением 814,3 см^3 раствора аммиака с массовой долей 25 % (ρ^{20} = 0,907 г/см^3) дистиллированной водой до 1000 см^3.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 2) °С в плотно закрытой полимерной емкости — не более 6 мес.

8.2.2 Раствор сернокислого магния молярной концентрации c (1/2 $MgSO_4$ $7H_2O$) = 0,01 моль/дм^3 готовят из стандарт-титра молярной концентрации c (1/2 $MgSO_4 \cdot 7H_2O$) = 0,1 моль/дм^3 разбавлением дистиллированной водой в 10 раз.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 2) °С — не более 1 мес.

8.2.3 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 со 100 см^3 раствора аммиака по 8.2.1. Смесь количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, объем доводят водой до метки и перемешивают.

Срок хранения смеси при температуре (20 ± 2) °С в плотно закрытой полимерной емкости — не более 6 мес.

8.2.4 Индикаторную смесь готовят, смешивая индикатор эриохром черный Т и хлористый натрий в соотношении 1:100. Смесь растирают в ступке до порошкообразного состояния.

Срок хранения смеси при температуре (20 ± 2) °С в герметически закрытой темной стеклянной емкости — не более 6 мес.

8.2.5 Приготовление раствора трилона Б молярной концентрации c (1/2 $C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = = 0,01 моль/дм^3

Трилон Б массой 1,861 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, растворяют в 50—70 см^3 дистиллированной воды, раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, объем доводят водой до метки и перемешивают.

Коэффициент поправки ($К$) молярной концентрации раствора трилона Б устанавливают следующим образом: в коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают 20 см^3 раствора сернокислого

магния по 8.2.2, дистиллированной воды от 80 до 100 см^3, 10 см^3 аммиачного буферного раствора по 8.2.3, индикаторной смеси по 8.2.4 20 мг — 30 мг и титруют раствором трилона Б до изменения окраски раствора от красной до устойчивой синей. Значение K находят отношением объемов раствора трилона Б, израсходованного на титрование, и введенного раствора сернокислого магния.

Срок хранения приготовленного раствора трилона Б — не более одного года.

Коэффициент поправки (K) молярной концентрации раствора проверяют один раз в шесть месяцев.

Допускается использование стандарт-титра раствора трилона Б молярной концентрации c (1/2 $C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,1 моль/дм^3. Для получения раствора трилона Б молярной концентрации c (1/2 $C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,01 моль/дм^3 исходный раствор разбавляют дистиллированной водой в 10 раз.

8.3 Проведение анализа

Анализируемую пробу лактатсодержащей пищевой добавки массой от 2,0 до 2,5 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в стакан вместимостью 50 см^3, добавляют дистиллированную воду от 20 до 30 см^3, раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, объем доводят водой до метки и перемешивают.

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 вносят 5 см^3 разбавленного раствора лактатсодержащей пищевой добавки, 5 см^3 раствора сернокислого магния по 8.2.2, 5 см^3 аммиачного буферного раствора по 8.2.3, от 70 до 80 см^3 дистиллированной воды, индикаторную смесь эриохрома черного Т по 8.2.4 массой от 20 до 30 мг и при постоянном перемешивании титруют раствором трилона Б по 8.2.5 до изменения окраски раствора от красной до устойчивой синей.

Параллельно проводят титрование 5 см^3 раствора сернокислого магния по 8.2.2 раствором трилона Б по 8.2.5 в присутствии 5 см^3 аммиачного буферного раствора по 8.2.3 и индикаторной смеси по 8.2.4 массой от 20 до 30 мг до изменения окраски раствора от красной до устойчивой синей.

8.4 Обработка результатов

8.4.1 Массовую долю иона кальция X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1)0{,}0002004KV_2}{mV_3}100, \quad (1)$$

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование пробы разбавленного раствора лактатсодержащей пищевой добавки, см^3;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование введенного раствора сернокислого магния, см^3;

0,0002004 — масса иона кальция (Ca^{2+}), соответствующая 1 см^3 раствора трилона Б молярной концентрации c (1/2 $C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,01 моль/дм^3, г;

K — коэффициент поправки молярной концентрации раствора трилона Б по 8.2.5;

V_2 — вместимость мерной колбы, используемый при разбавлении пробы, см^3;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

V_3 — объем разбавленного раствора, взятый на титрование, см^3;

m — масса анализируемой пробы по 8.3, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

8.4.2 За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений массовой доли иона кальция $X_{ср.}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости при P = 95 %

$$\frac{|X_1 - X_2|}{X_{ср.}}100 \le r, \quad (2)$$

где X_1, X_2 — значения массовой доли иона кальция в лактатсодержащей пище вой добавке, полученное в результате двух параллельных определений, %;

$X_{ср.}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений массовой доли иона кальция, %;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

r — значение повторяемости (сходимости), % отн., приведенное в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерения массовой доли кальций-ионов, %	Предел повторяемости (сходимости) r, % отн. при P = 95 %	Предел воспроизводимости R, % отн. при P = 95 %	Границы относительной погрешности ± δ, % при P = 95 %
1,0—3,0	6,0	8,0	6,0

Контроль повторяемости (сходимости) проводят при сравнении результатов двух параллельных определений массовой доли ионов кальция в одной и той же пробе лактатсодержащей пищевой добавки, выполненных одним и тем же исполнителем на одном и том же оборудовании.

8.4.3 Результат определения представляют в виде

$$X_{ср.} \pm \delta X_{ср} \quad \text{при } P = 95\ \%, \tag{3}$$

где $X_{ср.}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений массовой доли иона кальция, признанных приемлемыми (8.4.2), %;

δ — границы относительной погрешности измерений (показатель точ ности), % (таблица 1).

Числовые значения результата измерений и границ, в которых находится абсолютная погрешность измерений, должны оканчиваться цифрой одного и того же разряда, при этом числовое значение абсолютной погрешности должно содержать не более двух значащих цифр.

8.4.4 Расхождение между результатами двух определений массовой доли иона кальция, выполненных в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не должно превышать предела воспроизводимости R

$$\frac{|X_1 - X_2|}{X_{ср.}} 100 \le R, \tag{4}$$

где X_1, X_2 — результаты определений массовой доли иона кальция в лактатсодержащей пищевой добавке, выполненных в двух разных лабораториях, %;

$X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух определений массовой доли иона кальция, выполненных в двух разных лабораториях, %;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

R — значение предела воспроизводимости, % отн. (таблица 1).

УДК 663.05:006.354 ОКС 67.220.20

Ключевые слова: комплексная пищевая добавка, методы идентификации и определения массовой доли кальцийсодержащего ингредиента, оксалатный метод, метод по окрашиванию пламени, перманганатометрический метод, трилонометрический метод

Редактор *Е.И. Мосур*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 05.11.2019. Подписано в печать 18.11.2019 Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,95.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru