ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55582— 2013

Добавки пищевые

КАЛЬЦИЯ ПРОПИОНАТ Е282

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт 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 6 сентября 2013 г. № 857-ст

4 В настоящем стандарте учтены требования Единого стандарта на пищевые добавки Комиссии Кодекса Алиментариус CODEX STAN 192—1995 «General Standard for Food Additives» (пункт 3.4) в части Спецификации на пищевую добавку Е282 Единого свода спецификаций пищевых добавок Объединенного экспертного комитета по пищевым добавкам ФАО/ВОЗ «Combined compendium of food additive specification JECFA. Volume 4»

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). 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.ru)

© Стандартинформ, 2014

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 3
4 Требования безопасности 5
5 Правила приемки 5
6 Методы контроля 6
7 Транспортирование и хранение 17
Библиография 18

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Добавки пищевые

КАЛЬЦИЯ ПРОПИОНАТ Е282

Технические условия

Food additives.
Calcium propionate E282.
Specifications

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку Е282, представляющую собой кальциевую соль пропионовой кислоты (далее — пищевой пропионат кальция) и предназначенную для использования в пищевой промышленности как консервант пищевых продуктов.

Требования, обеспечивающие безопасность пищевого пропионата кальция для жизни и здоровья людей, 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 8.135—2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов — рабочих эталонов pH 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определения

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Издание официальное

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 4109—79 Реактивы. Бром. Технические условия

ГОСТ 4145—74 Реактивы. Калий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4463—76 Реактивы. Натрий фтористый. Технические условия

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

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

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 8677—76 Реактивы. Кальция оксид. 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 10398—76 Реактивы и особо чистые вещества. Комплексонометрический метод определения содержания основного вещества

ГОСТ 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). 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 20478—75 Реактивы. Аммоний надсернокислый. 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 26927—86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения ртути

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

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

ГОСТ 27067—86 Реактивы. Аммоний роданистый. Технические условия

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

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

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

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

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

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

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

ГОСТ Р 12.1.019—2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

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

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 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 Технические требования

3.1 Характеристики

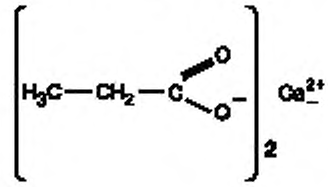
3.1.1 Пищевая добавка Е282 представляет собой кальциевую соль пропионовой кислоты.

Химическое название — кальций пропионовокислый.

Формулы:

эмпирическая $C_6H_{10}CaO_4$

структурная



Молекулярная масса — 186,22 а. е. м.

3.1.2 Пищевой пропионат кальция вырабатывают в соответствии с требованиями [1] и настоящего стандарта и применяют в пищевых продуктах в соответствии с [1], [2].

3.1.3 Пищевой пропионат кальция хорошо растворим в воде, растворим в этиловом спирте.

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

Таблица 1 — Органолептические показатели

Наименование показателя	Характеристика
Внешний вид	Белые кристаллы, порошок или гранулы
Запах	Слабый запах пропионовой кислоты

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

3.1.6 Содержание токсичных элементов (свинца, мышьяка, ртути) в пищевом пропионате кальция не должно превышать норм, установленных [1].

Таблица 2 — Физико-химические показатели

Наименование показателя	Характеристика
Тест на кальций-ион	Выдерживает испытание
Тест на пропионат-ион	Выдерживает испытание
Тест на щелочную реакцию зольного остатка	Выдерживает испытание
Массовая доля основного вещества в высушенном пропионате кальция, %, не менее	99,0
Массовая доля потерь при высушивании, %, не более	4,0
pH водного раствора с массовой долей пищевого пропионата кальция 10 %, ед. pH	От 7,5 до 10,5 включ.
Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,3
Массовая (содержание) доля фторидов, млн$^{-1}$ (мг/кг), не более	30
Тест на содержание железа, млн$^{-1}$ (мг/кг), не более	50

3.2 Требования к сырью

3.2.1 Для производства пищевого пропионата кальция используют следующее сырье:
- кислоту пропионовую массовой долей основного вещества не менее 99,5 %;
- кальция хлорид массовой долей основного вещества не менее 97 %;
- кальция гидроокись по ГОСТ 9262;
- кальция оксид по ГОСТ 8677.

3.2.2 Допускается применение аналогичного сырья, обеспечивающего получение пищевого пропионата кальция в соответствии с требованиями настоящего стандарта и разрешенного к применению в пищевой промышленности.

3.3 Упаковка

3.3.1 Пищевой пропионат 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 пропионата кальция устанавливает изготовитель.

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.

3.3.3 Верхние швы тканевых и бумажных мешков должны быть зашиты машинным способом льняными нитками по ГОСТ 14961.

3.3.4 Допускается применение других видов потребительской и транспортной упаковки, изготовленных из материалов, использование которых в контакте с пищевым пропионатом кальция обеспечивает сохранение его качества и безопасности в соответствии с [3].

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

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

3.4 Маркировка

3.4.1 Маркировка должна соответствовать требованиям, установленным [1] и [4].

3.4.2 Транспортная маркировка должна соответствовать требованиям, установленным [4], с нанесением манипуляционных знаков, указывающих на способ обращения с грузами, — по ГОСТ 14192.

4 Требования безопасности

4.1 Пищевой пропионат кальция нетоксичен, пожаро- и взрывобезопасен.

4.2 По степени воздействия на организм человека пищевой пропионат кальция в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относится к четвертому классу опасности.

4.3 Пищевой пропионат кальция действует раздражающе на кожу, слизистые оболочки глаз и дыхательные пути. При работе с пищевым пропионатом кальция необходимо пользоваться средствами индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.011 и соблюдать правила личной гигиены.

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

4.5 Организация обучения работающих безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

4.6 Производственные помещения, в которых проводят работы с пищевым пропионатом кальция, и помещения, где проводят работы с реактивами, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

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

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

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

5 Правила приемки

5.1 Пищевой пропионат кальция принимают партиями.

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

5.2 Для проверки соответствия пищевого пропионата 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.

5.3 При проведении приемо-сдаточных испытаний применяют одноступенчатый выборочный план при нормальном контроле, специальном уровне контроля S-4, при 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 — Выборка упаковочных единиц

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

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

5.5 Контроль массы нетто пищевого пропионата 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 пропионата кальция в каждой упаковочной единице — по 3.3.5.

5.6 Приемка партии пищевого пропионата кальция по массе нетто, качеству упаковки и правильности маркировки упаковочных единиц

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

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

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

5.7 Приемка партии пищевого пропионата кальция по органолептическим и физико-химическим показателям

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

5.7.2 При получении неудовлетворительных результатов хотя бы по одному органолептическому и физико-химическому показателю проводят повторный контроль по этому показателю на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Результаты повторных испытаний являются окончательными и распространяются на всю партию.

При повторном получении неудовлетворительных результатов испытаний партию бракуют.

5.7.3 Органолептические и физико-химические показатели пищевого пропионата кальция в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты контроля распространяют только на пищевой пропионат кальция в этой упаковке.

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

6 Методы контроля

6.1 Отбор проб

6.1.1 Для составления суммарной пробы пищевого пропионата кальция из разных мест каждой упаковочной единицы, отобранной по 5.3, отбирают мгновенные пробы. Масса мгновенной пробы должна быть не более 100 г.

Масса мгновенной пробы и число мгновенных проб от каждой упаковочной единицы должны быть одинаковыми.

Мгновенные пробы отбирают с помощью пробоотборников или металлических трубок, изготовленных из материала, инертного к пищевому пропионату кальция, погружая пробоотборник в продукт не менее, чем на 3/4 глубины.

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

Рекомендуемая масса суммарной пробы — не менее 500 г.

6.1.2 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 продукт 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 слоем от 1,0 до 1,5 см в виде квадрата и планкой делят по диагонали на четыре треугольника. Две противоположные части пробы отбрасывают, а две оставшиеся соединяют, перемешивают и вновь делят на четыре треугольника. Деление повторяют необходимое число раз, при этом продолжительность процедуры квартования должна быть минимальной.

6.1.3 Подготовленную суммарную пробу делят на две части, каждую из которых помещают в сухую чистую, плотно закрывающуюся стеклянную или полимерную 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 пищевого пропионата кальция.

Рекомендуемый срок хранения пробы пищевого пропионата кальция при температуре не более 18 °С и относительной влажности не более 40 % — два года.

6.1.4 Емкости с пробами снабжают этикетками, на которых должно быть указано:

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

6.2 Определение органолептических показателей

Метод основан на органолептическом определении внешнего вида, цвета и запаха пищевого пропионата кальция.

6.2.1 Средства измерений, посуда, материалы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности однократного взвешивания ± 0,1 г.

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

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Стаканчик СВ 34/12 по ГОСТ 25336.

Пластинка стеклянная.

Бумага белая.

6.2.2 Отбор проб — по 6.1.

6.2.3 Условия проведения анализа

Помещение для проведения анализов должно быть обеспечено приточно-вытяжной вентиляцией. При проведении анализов должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха ..... от 18 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха ..... от 40 % до 75 %.

Все анализы следует проводить в вытяжном шкафу.

6.2.4 Проведение анализа

6.2.4.1 Внешний вид и цвет пищевого пропионата кальция определяют просмотром 50 г, помещенных на лист 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 люкс. Рассматриваемый продукт должен представлять собой кристаллы, гранулы или порошок белого цвета.

6.2.4.2 Для определения запаха пищевого пропионата кальция чистый стаканчик заполняют анализируемой пробой на 2/3 объема, закрывают крышкой и выдерживают в течение 1 ч при температуре воздуха (20 ± 5) °С.

Запах определяют органолептически на уровне края стаканчика сразу после открывания крышки. Ощущается слабый раздражающий запах пропионовой кислоты.

6.3 Тест на кальций-ион (Ca^{++})

Способ 1. Метод основан на взаимодействии иона кальция и оксалат-иона в слабокислой среде с образованием труднорастворимого оксалата кальция.

Способ 2. Метод основан на способности летучих соединений кальция окрашивать бесцветное пламя в кирпично-красный цвет.

6.3.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда, реактивы

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

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

Горелка газовая.

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

Цилиндры 1-10-1, 1-100-1 по ГОСТ 1770.

Пипетка 1-2-1-5 по ГОСТ 29227.

Проволока из платины по ГОСТ 18389.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.3.2 Отбор проб — по 6.1.

6.3.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.3.4 Подготовка к анализу

6.3.4.1 Раствор щавелевокислого аммония массовой долей 4 % готовят по ГОСТ 4517.

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

6.3.5 Проведение анализа

Способ 1. 0,5 г анализируемой пробы пищевого пропионата кальция помещают в стакан вместимостью 50 $см^3$, растворяют в 10 $см^3$ дистиллированной воды, добавляют 0,5 $см^3$ раствора соляной кислоты по 6.3.4.2, 5 $см^3$ раствора щавелевокислого аммония по 6.3.4.1 и перемешивают. Образовавшийся белый мелкокристаллический осадок оксалата кальция свидетельствует о наличии в пробе иона кальция.

Способ 2. Платиновую проволоку, впаянную в стеклянную палочку, нагревают в пламени горелки и быстро вносят в пробу пищевого пропионата кальция. Анализируемое вещество прилипает к раскаленной проволоке и сплавляется в пламени горелки. В петле проволоки образуется сплав, который на мгновение окунают в концентрированную соляную кислоту и вновь помещают в пламя. Образующиеся при этом летучие хлористые соединения кальция окрашивают бесцветное пламя в характерный кирпично-красный цвет.

6.4 Тест на пропионат-ион (CH_3-CH_2COO^-)

Метод основан на взаимодействии пропионата кальция с серной кислотой и качественном определении образующейся пропионовой кислоты по ее характерному запаху.

6.4.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Цилиндр 1(3)-10-1 по ГОСТ 1770.

Пипетка 1-2-2-1 по ГОСТ 29227.

Стакан В(Н)-1-50 по ГОСТ 25336.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, ч. д. а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.4.2 Отбор проб — по 6.1.

6.4.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.4.4 Проведение анализа

1,0 г анализируемой пробы пищевого пропионата кальция помещают в стакан вместимостью 50 $см^3$, растворяют в 10 $см^3$ дистиллированной воды, вносят пипеткой 0,5 $см^3$ концентрированной серной кислоты и осторожно нагревают до кипения. Образование пропионовой кислоты, определяемой по характерному раздражающему запаху, указывает на присутствие пропионат-ионов в пробе.

6.5 Тест на щелочную реакцию зольного остатка

Метод основан на озолении пищевого пропионата кальция и обработке полученной золы кислотой, сопровождающейся образованием газообразного соединения.

6.5.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

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

Электропечь камерная с диапазоном автоматического регулирования рабочей температуры от 400 °С до 1100 °С.

Электроплитка по ГОСТ 14919.
Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.
Пипетка 1-2-1-1 по ГОСТ 29227.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.
6.5.2 Отбор проб — по 6.1.
6.5.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.5.4 Проведение анализа

От 1,5 г до 2,0 г анализируемой пробы пищевого пропионата кальция помещают в фарфоровый тигель, предварительно прокаленный при температуре (650 ± 50) °С, осторожно обугливают на электроплитке до прекращения выделения дыма. Тигель с остатком помещают в электропечь при температуре 250 °С и озоляют, постепенно поднимая температуру до 700 °С. Минерализацию считают законченной, когда зола станет белой или слегка окрашенной, без обугленных частиц. После охлаждения золу в тигле обрабатывают концентрированной соляной кислотой в объеме 0,5 $см^3$.

Вспенивание зольного остатка свидетельствует о присутствии в нем щелочного или щелочноземельного металла.

6.6 Определение массовой доли основного вещества

Метод основан на комплексонометрическом определении иона кальция с использованием трилона Б (динатриевая соль этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная) и смешанного индикатора (мурексид в сочетании с нафтоловым зеленым).

С ионами кальция в щелочной среде (pH = 12 ед. pH) трилон Б образует бесцветное прочное комплексное соединение, а смешанный индикатор — менее прочный комплекс, окрашенный в красно-коричневый цвет.

При трилонометрическом титровании в момент полного связывания кальция в прочный комплекс (эквивалентная точка) цвет раствора меняется от красно-коричневого до синего (цвет свободного индикатора).

6.6.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

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

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.
Стаканы В(Н)-1-50, В(Н)-1-250, В(Н)-1-500 по ГОСТ 25336.
Колбы 2-250-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.
Колба Кн-2-500 по ГОСТ 25336.
Цилиндры 1(3)-25-1, 1(3)-100-1, 1(3)-500-1, 1(3)-1000-1 по ГОСТ 1770.
Пипетка 1-2-1-5 по ГОСТ 29227.
Пипетка 2-2-50 по ГОСТ 29169.
Бюретка I-1-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.
Ступка 2(3) по ГОСТ 9147.
Пестик 1 по ГОСТ 9147.
Шпатель 1 ГОСТ 9147.
Трилон Б (соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная) по ГОСТ 10652, х. ч.
Стандарт-титр (фиксанал) трилона Б молярной концентрации c (1/2 $C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = = 0,1 моль/$дм^3$.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.
Мурексид (индикатор).
Калий сернокислый по ГОСТ 4145, ч. д. а.
Нафтол зеленый (кислотный краситель).
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
6.6.2 Отбор проб — по 6.1.
6.6.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.6.4 Подготовка к анализу

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

6.6.4.2 Раствор гидроокиси натрия массовой долей 4,3 % готовят растворением 4,3 г гидроокиси натрия в 95,7 $см^3$ дистиллированной воды.

Срок хранения раствора в закрытой емкости в условиях по 6.2.3 — не более 12 мес.

6.6.4.3 Раствор трилона Б молярной концентрации c (1/2 $C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,1 моль/$дм^3$ готовят из фиксанала (стандарт-титр). Коэффициент поправки концентрации раствора (K) равен 1.

Срок хранения раствора в полимерной емкости в условиях по 6.2.3 — не более 6 мес.

Раствор трилона Б молярной концентрации c (1/2 $C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \quad 2H_2O$) = 0,1 моль/$дм^3$ можно также готовить растворением трилона Б массой 18,62 г в 1 $дм^3$ дистиллированной воды. Коэффициент поправки концентрации раствора (K) определяют по ГОСТ 10398 (пункты 3.1.1 и 3.1.2) один раз в шесть месяцев.

6.6.4.4 Раствор нафтола зеленого массовой долей 0,05 % готовят растворением в дистиллированной воде нафтол зеленого из расчета 50 мг на 100 г раствора.

Срок хранения раствора в герметически закрытой емкости из темного стекла в условиях по 6.2.3 — не более 1 мес.

6.6.4.5 Индикаторную смесь готовят смешиванием 0,4 г индикатора мурексида и 40 г сернокислого калия. Смесь растирают в ступке до порошкообразного состояния.

Срок хранения раствора в герметически закрытой емкости из темного стекла в условиях по 6.2.3 — не более одного года.

6.6.5 Проведение анализа

2,5 г анализируемой пробы пищевого пропионата кальция с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака, предварительно высушенной по 6.7.5, помещают в стакан вместимостью 50 $см^3$, добавляют 5 $см^3$ раствора соляной кислоты по 6.6.4.1, предварительно нагретой до температуры (55 ± 5) °С, и растворяют при перемешивании. Полученный раствор охлаждают до комнатной температуры по 6.2.3, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, разбавляют дистиллированной водой до метки и перемешивают. Разбавленный раствор в объеме 50 $см^3$ пипеткой с одной отметкой переносят в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$, прибавляют 100 $см^3$ дистиллированной воды, 25 $см^3$ гидроокиси натрия по 6.6.4.2, 40 мг (на кончике шпателя) индикаторной смеси по 6.6.4.5, 3 $см^3$ раствора нафтол зеленого по 6.6.4.4 и титруют раствором трилона Б по 6.6.4.3 до устойчивой синей окраски.

6.6.6 Обработка результатов

6.6.6.1 Массовую долю основного вещества пищевого пропионата кальция X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V\,K\,0{,}009311\,250\,100}{m\,50} \qquad (1)$$

где V — объем раствора трилона Б молярной концентрации c (1/2 $C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = = 0,1 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование, $см^3$;

K — коэффициент поправки раствора трилона Б молярной концентрации c (1/2 $C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,1 моль/$дм^3$ (при использовании фиксанала при приготовлении раствора трилона Б коэффициент K равен 1);

0,009311 — масса пищевого пропионата кальция, соответствующая 1 $см^3$ раствора трилона Б молярной концентрации c (1/2 $C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,1 моль/$дм^3$, г;

250 — объем раствора анализируемой пробы по 6.6.5, $см^3$;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса анализируемой пробы по 6.6.5, г;

50 — объем раствора анализируемой пробы, взятый для титрования, $см^3$.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $X_{1ср.}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при доверительной вероятности P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,30 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимых при доверительной вероятности P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,60 %.

Границы абсолютной погрешности метода определения массовой доли основного вещества ± 0,4 % при P = 95 %.

6.7 Определение массовой доли потерь при высушивании

Метод основан на отделении летучих веществ пищевого пропионата кальция при нагревании его в соответствии с заданным температурным режимом (105 ± 2) °С и продолжительностью процесса — 2 ч.

6.7.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

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

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

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

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

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336.

Стаканчик СН 45/13 по ГОСТ 25336.

Кальций хлористый обезвоженный, массовой долей основного вещества не менее 97,0 %, ч.

6.7.2 Отбор проб — по 6.1.

6.7.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.7.4 Подготовка к анализу

Чистый пустой стаканчик для взвешивания сушат вместе с крышкой в открытом виде при температуре (105 ± 2) °С в течение 2 ч, затем охлаждают в эксикаторе с обезвоженным хлористым кальцием и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака. Высушивание до постоянной массы проводят до тех пор, пока разница между результатами двух параллельных определений не превысит 0,001 г.

6.7.5 Проведение анализа

В стаканчик, подготовленный по 6.7.4, помещают от 1 до 2 г анализируемой пробы пищевого пропионата кальция с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака, распределяют равномерным слоем по дну постукиванием стаканчика, помещают в открытом виде вместе с крышкой в сушильный шкаф и сушат при температуре (105 ± 2) °С в течение 2 ч. Затем стаканчик быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака.

6.7.6 Обработка результатов

Массовую долю потерь при высушивании пищевого пропионата кальция X_2, %, вычисляют по формуле

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

где m — масса сухого стаканчика с анализируемой пробой по 6.7.5 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 с записью результата 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 приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при доверительной вероятности P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,20 %.

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

Границы абсолютной погрешности метода определения массовой доли потерь при высушивании ± 0,3 % при P = 95 %.

6.8 Определение pH водного раствора пищевого пропионата кальция массовой долей 10 %

Метод основан на потенциометрическом определении показателя активности ионов водорода (pH) раствора пищевого пропионата кальция.

6.8.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

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

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

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

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

Цилиндр 1-100-1 по ГОСТ 1770.

Палочка стеклянная.

Стандарт-титры для приготовления буферных растворов — рабочих эталонов с номинальными значениями 6,86; 9,18; 12,43 ед. pH по ГОСТ 8.135.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.8.2 Подготовка к анализу

6.8.2.1 Подготовка электродов и настройка pH-метра по стандартным буферным растворам проводится по инструкции, прилагаемой к прибору.

6.8.2.2 Приготовление раствора пищевого пропионата кальция массовой долей 10 %

10 г анализируемой пробы пищевого пропионата кальция помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и при перемешивании растворяют в 95 $см^3$ дистиллированной воды.

6.8.3 Проведение анализа

От 50 до 70 $см^3$ раствора пропионата кальция по 6.8.2.2 помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, погружают электроды pH-метра в раствор и измеряют pH раствора при температуре (20 ± 2) °С.

Показания pH-метра определяют в соответствии с инструкцией к прибору.

6.8.4 Обработка результатов

Результаты измерений записывают до второго десятичного знака.

За окончательный результат определения pH принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при доверительной вероятности P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,05 ед. pH.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,15 ед. pH.

Границы абсолютной погрешности метода определения pH раствора пищевого пропионата кальция ± 0,1 ед. pH при P = 95 %.

6.9 Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

Метод основан на растворении пищевого пропионата кальция в воде, последующем фильтровании и взвешивании сухого нерастворимого остатка.

6.9.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

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

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

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного режима температуры от 20 °С до 100 °С с погрешностью ± 1 °С.

Насос вакуумный или водоструйный.

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336.

Тигель фильтрующий типа ТФ с фильтром класса ПОР 10 или ПОР 16 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-100-1 по ГОСТ 1770.

Стакан В(Н)-1-100 ТС по ГОСТ 25336.

Стаканчик СВ 34/12 по ГОСТ 25336.

Кальций хлористый обезвоженный, массовой долей основного вещества не менее 97,0 %, ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.9.2 Отбор проб — по 6.1.

6.9.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.9.4 Подготовка к анализу

Фильтрующий тигель помещают в сушильный шкаф и высушивают до постоянной массы при температуре (60 ± 1) °С. Масса тигля между последними двумя взвешиваниями не должна превышать 0,0002 г.

6.9.5 Проведение анализа

5 г анализируемой пробы пищевого пропионата кальция с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды.

Раствор фильтруют под вакуумом через тигель, подготовленный по 6.9.4. Фильтр с нерастворимым остатком промывают 20 см^3 дистиллированной воды, высушивают в сушильном шкафу при температуре (60 ± 1) °С в течение 2 ч, охлаждают в эксикаторе с обезвоженным хлористым кальцием в течение 60 мин и взвешивают. При необходимости режим высушивания повторяют до тех пор, пока разница между результатами двух последних взвешиваний станет не более 0,0002 г.

6.9.6 Обработка результатов

Массовую долю нерастворимых в воде веществ пищевого пропионата кальция X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(m_1 \ m_2)100}{m}, \qquad (3)$$

где m_1 — масса фильтрующего тигля с остатком нерастворимых веществ после высушивания, г;

m_2 — масса сухого фильтрующего тигля, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m — масса анализируемой пробы по 6.9.5, г.

Вычисления проводят с записью результата до третьего десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $X_{3ср}$, %, округленное до второго десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости доверительной вероятности P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,020 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,040 %.

Границы абсолютной погрешности метода определения массовой доли нерастворимых в воде веществ ± 0,03 % при P = 95 %.

6.10 Определение массовой доли фторидов

Определение основано на применении ион-селективного электродного метода с использованием выбранного фторидного электрода. Метод включает потенциометрическое измерение электродного потенциала стандартных растворов фторида различной концентрации (для построения градуировочной кривой) и исследуемого раствора. Полученные данные являются основой для оценки содержания фторид-иона в растворе.

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

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

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

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

pH-метр-милливольтметр-иономер со стеклянным электродом диапазоном измерения от 1 до 14 ед. pH, абсолютной допускаемой погрешностью измерений не более 0,05 ед. pH/0,25 мВ.

Электрод фторидселективный с нижним пределом обнаружения иона фтора 0,02 мг/дм^3 и допустимым диапазоном измерения pH раствора от 5 до 7 ед. pH.

Шкаф сушильный с максимальной рабочей температурой 250 °С, точностью автоматического регулирования температуры ± 5 °С.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Мешалка магнитная.

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

Стаканы В(Н)-1-150 ТС, В(Н)-1-800 ТС по ГОСТ 25336.

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

Емкость полимерная вместимостью 1000 $см^3$.

Колбы 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2-2-5, 2-2-20 по ГОСТ 29169.

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

Бумага полулогарифмическая.

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 по ГОСТ 22280, х. ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.10.2 Отбор проб — по 6.1.

6.10.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.10.4 Подготовка к анализу

6.10.4.1 Фтористый натрий высушивают в сушильном шкафу при температуре (200 ± 5) °С в течение 4 ч.

6.10.4.2 Приготовление стандартного раствора фтористого натрия, содержащего 1 мг фторида (F^-) в 1 $см^3$

2,210 г фтористого натрия по 6.10.4.1 помещают в пластмассовый химический стакан вместимостью 500 $см^3$, добавляют 200 $см^3$ дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора в полимерной емкости плотно закрытой пробкой в условиях по 6.2.3 — не более 6 мес.

6.10.4.3 Приготовление рабочего раствора фтористого натрия, содержащего 5 мкг фторида (F^-) в 1 $см^3$

5 $см^3$ стандартного раствора фтористого натрия по 6.10.4.2, взятого пипеткой с одной отметкой, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, разбавляют дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленный.

6.10.4.4 Раствор соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 1 моль/$дм^3$ готовят по ГОСТ 25794.1.

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

6.10.4.6 Приготовление раствора трилона Б молярной концентрации c ($1/2\ C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,4 моль/$дм^3$

74,42 г трилона Б растворяют в объеме от 400 до 500 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, объем доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора в полимерной емкости в условиях по 6.2.3 — не более 6 мес.

6.10.4.7 Приготовление раствора лимоннокислого натрия молярной концентрации c ($Na_3C_6H_5O_7 \cdot 5{,}5H_2O$) = 1 моль/$дм^3$

357,0 г лимоннокислого натрия растворяют в объеме от 600 до 700 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, объем доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора в полимерной емкости в условиях по 6.2.3 — не более 6 мес.

6.10.5 Построение градуировочной кривой

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

Для построения градуировочной кривой в шесть пластмассовых химических стаканов вместимостью по 150 $см^3$ вносят 1, 2, 3, 5, 10, 15 $см^3$ свежеприготовленного стандартного раствора фтористого натрия по

6.10.4.3, добавляют по 50 см^3 дистиллированной воды, 5 см^3 раствора соляной кислоты по 6.10.4.4, 10 см^3 раствора лимоннокислого натрия по 6.10.4.7, 10 см^3 раствора трилона Б по 6.10.4.6 и перемешивают.

Каждый раствор количественно переносят в мерные колбы вместимостью 100 см^3, разбавляют дистиллированной водой до метки и перемешивают. В пластмассовые стаканы вместимостью 100 см^3 вносят по 50 см^3 каждого приготовленного раствора и замеряют потенциал растворов с использованием рекомендованного фторидселективного электрода.

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 влагу бумагой. Измерения проводят при температуре растворов (20 ± 1) °С. Замеры электродного потенциала каждого раствора выполняют не менее трех раз.

На основании полученных результатов строят градуировочную кривую, откладывая на оси абсцисс с логарифмическими делениями содержание фторид-иона (мг·10^{-3}), введенного со стандартным раствором по 6.10.4.3 в мерные колбы вместимостью 100 см^3, а на оси ординат значение электродного потенциала в милливольтах.

Градуировочную кривую необходимо проверять каждый раз перед работой по двум-трем градуировочным растворам.

6.10.6 Проведение анализа

1,5 г анализируемой пробы пищевого пропионата кальция с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в стеклянный химический стакан вместимостью 150 см^3, добавляют 10 см^3 дистиллированной воды, 20 см^3 раствора соляной кислоты по 6.10.4.4. Смесь перемешивают и быстро кипятят в течение 1 мин. Полученный раствор сразу же количественно переносят в пластмассовый химический стакан вместимостью 100 см^3 и охлаждают в ледяной воде. К охлажденному раствору добавляют 15 см^3 раствора лимоннокислого натрия по 6.10.4.7, 10 см^3 раствора трилона Б по 6.10.4.6 и перемешивают. Определяют значение pH полученного раствора на pH-метр-милливольтметр-иономере со стеклянным электродом. При отклонении от требуемого значения (5,5 ± 0,1) ед. pH проводят корректировку добавлением раствора соляной кислоты по 6.10.4.4 или раствора гидроокиси натрия по 6.10.4.5.

Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают. В пластмассовый химический стакан помещают 50 см^3 данного раствора и замеряют электродный потенциал, как описано в 6.10.5, на pH-метр-милливольтметр-иономере со фторидселективным электродом.

По градуировочной кривой находят содержание фторида (мг·10^{-3}) в растворе анализируемой пробы пищевого пропионата кальция в мерной колбе вместимостью 100 см^3.

6.10.7 Обработка результатов

Массовую долю фторида X_4, мг/кг, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{C\,1000}{m}, \qquad (4)$$

где C — содержание фторида в растворе пропионата кальция, определенное по градуировочной кривой (см. 6.10.5), мг·10^{-3};

1000 — коэффициент пересчета граммов в килограммы;

m — масса анализируемой пробы по 6.10.6, г.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $X_{4ср.}$, мг/кг, округленное до первого десятичного знака после, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при доверительной вероятности P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 2,00 мг/кг.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 4,00 мг/кг.

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

6.11 Тест на содержание железа

Метод основан на взаимодействии железа (III) с роданидом аммония и образованием окрашенного в красный цвет комплексного соединения роданида железа (III). Оценка содержания железа в пропионате кальция проводится визуальным сравнением окраски двух растворов одинакового объема: раствора, содержащего пробу пищевого пропионата кальция и раствора, содержащего заданное количество железа введением стандартного раствора по 6.11.4.5. Нормативный показатель содержания железа (III) в 1 кг пищевого пропионата кальция — не более 50 мг.

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

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336.

Стаканы В(Н)-1-50 ТХС, В(Н)-1-100 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-25-1,1-50-1, 1-100-1 по ГОСТ 1770.

Колба 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 1-2-2-5 по ГОСТ 29227.

Пипетка 2-2-10 по ГОСТ 29169.

Бром по ГОСТ 4109, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, х. ч.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, х. ч.

Квасцы железоаммонийные [$FeNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$], массовой долей основного вещества не менее 99,0 %, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.11.2 Отбор проб — по 6.1.

6.11.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.11.4 Подготовка к анализу

6.11.4.1 Насыщенный водный раствор брома (бромная вода) готовят по ГОСТ 4517 (пункт 2.32).

6.11.4.2 Водный раствор азотной кислоты с массовой долей 10 % готовят разбавлением концентрированной кислоты по ГОСТ 4517 (пункт 2.89).

6.11.4.3 Раствор роданистого аммония готовят растворением 7,6 г роданистого аммония в 92,4 $см^3$ дистиллированной воды.

Срок хранения раствора в емкости с притертой пробкой в условиях по 6.2.3 — не более 6 мес.

6.11.4.4 Приготовление стандартного раствора железа (III)

8,63 г железоаммонийных квасцов, предварительно высушенных в эксикаторе, помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$ и растворяют в 20 $см^3$ раствора азотной кислоты по 6.11.4.2.

Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают. 1 $см^3$ стандартного раствора содержит 1 мг железа (III).

Срок хранения раствора в плотно закрытой емкости из темного стекла в условиях по 6.2.3 — не более одного года.

6.11.4.5 Приготовление рабочего раствора железа (III)

10 $см^3$ стандартного раствора железа по 6.11.4.4 пипеткой с одной отметкой вносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, добавляют 20 $см^3$ раствора азотной кислоты по 6.11.4.2, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают. 1 $см^3$ рабочего раствора содержит 0,01 мг железа (III).

Раствор используют свежеприготовленный.

6.11.5 Проведение анализа

0,5 г анализируемой пробы пищевого пропионата кальция с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака помещают в стакан вместимостью 50 $см^3$, добавляют 2 $см^3$ соляной кислоты и выпаривают досуха на водяной бане. Сухой остаток растворяют в 2 $см^3$ соляной кислоты и 20 $см^3$ дистиллированной воды, добавляют несколько капель бромной воды по 6.11.4.1 и перемешивают. Затем раствор осторожно нагревают до кипения, кипятят до удаления паров брома и охлаждают.

Раствор количественно переносят в цилиндр с притертой пробкой вместимостью 50 $см^3$, добавляют дистиллированную воду до объема 25 $см^3$, 0,05 г аммония надсернокислого, 5 $см^3$ раствора роданистого аммония по 6.11.4.3 и перемешивают.

Для приготовления раствора сравнения проводят описанные выше операции с использованием вместо пробы пищевого пропионата кальция 2,5 $см^3$ рабочего раствора железа по 6.11.4.5.

Пищевой пропионат кальция выдерживает испытание на содержание железа не более 50 мг/кг, если окраска испытуемого раствора не интенсивнее окраски раствора сравнения.

6.12 Определение токсичных элементов

6.12.1 Отбор проб по — 6.1.

6.12.2 Определение массовой доли свинца — по ГОСТ 26932 и ГОСТ 30178.

6.12.3 Определение массовой доли мышьяка — по ГОСТ 26930.

6.12.4 Определение массовой доли ртути — по ГОСТ 26927.

7 Транспортирование и хранение

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

7.2 Пищевой пропионат кальция хранят в упаковке изготовителя при температуре не выше 30 °С и относительной влажности воздуха не более 40 % в крытых складских помещениях.

7.3 Срок годности пищевого пропионата кальция устанавливает изготовитель.

Рекомендуемый срок годности пищевого пропионата кальция — два года со дня изготовления.

Библиография

[1] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 029/2012 «Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов и технологических вспомогательных средств»
[2] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 021/2011 «О безопасности пищевой продукции»
[3] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 005/2011 «О безопасности упаковки»
[4] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 022/2011 «Пищевая продукция в части ее маркировки»

УДК 663.05:006.354 ОКС 67.220.20 Н91 ОКП 91 1230

Ключевые слова: пищевая добавка, кальция пропионат пищевой, показатели качества, требования безопасности, упаковка, маркировка, правила приемки, методы контроля, транспортирование и хранение

Редактор *М.Е. Никулина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 30.09.2014. Подписано в печать 17.10.2014. Формат 60×84¼. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,20. Тираж 41 экз. Зак. 4295.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru