МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
33334—
2015**

ДОБАВКИ ПИЩЕВЫЕ

Комплексонометрический метод определения массовой доли основного вещества в пищевой добавке глюконат кальция Е578

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт пищевых добавок» (ФГБНУ ВНИИПД)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 18 июня 2015 г. № 47-2015)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 июля 2015 г. № 996-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33334—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартинформ, 2016

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Требования безопасности 2
4 Сущность метода 2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование и устройства, посуда, материалы и реактивы 2
6 Отбор проб 3
7 Условия проведения анализа 4
8 Требования к квалификации оператора 4
9 Подготовка к анализу 5
9.1 Приготовление вспомогательных растворов 5
9.2 Подготовка пробы 5
10 Проведение анализа 5
11 Обработка результатов 6
12 Метрологические характеристики метода 6
13 Оформление результатов 6

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ДОБАВКИ ПИЩЕВЫЕ

Комплексонометрический метод определения массовой доли основного вещества в пищевой добавке глюконат кальция Е578

Food additives. Complexonometric method for determination the content of basic matter in food additive the calcium gluconate E578

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку глюконат кальция Е578 (далее — пищевой глюконат кальция) и устанавливает комплексонометрический метод определения массовой доли основного вещества.

Диапазон измеряемой массовой доли основного вещества комплексонометрическим методом составляет от 90 % до 103 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

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

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

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

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

Издание официальное

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

ГОСТ 24147—80 Аммиак водный особой чистоты. Технические условия

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

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

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

3 Требования безопасности

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

3.2 Помещение, в котором проводят анализы, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

3.3 Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.2.007.0.

3.4 Организация обучения работающих безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

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

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

4 Сущность метода

Метод комплексонометрического определения массовой доли основного вещества в пищевом глюконате кальция основан на способности ионов кальция образовывать малодиссоциированные комплексные соединения с двунатриевой солью этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилон Б).

Реакция между ионом кальция и трилоном Б может быть записана в следующем виде

$$Ca^{2+} + H_2Y^{2-} \leftrightarrow CaY^{2-} + 2H^+ \quad (1)$$

В результате реакции (1) образуются комплексы только одного состава с соотношением металл : лиганд равным, 1:1 (комплексонаты); при этом комплексонаты бесцветны, хорошо растворимы в воде и обладают высокой устойчивостью, так как центральный атом металла прочно связан полидентатным хелатным лигандом. Конечную точку титрования устанавливают с помощью металлохромных индикаторов, которые представляют собой органические вещества (красители), образующие с ионами металлов окрашенные комплексные соединения, менее устойчивые по сравнению с их комплексонатами. Образующиеся комплексы отличаются по цвету от свободных ионов или молекул индикатора.

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

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

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0005 г.

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

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

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

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

Рукавицы тканевые или держатели для стаканчика.

Стаканчик для взвешивания СН-34/12(45/13) по ГОСТ 25336.

Стакан В(Н)-1–150 ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Бюретка I-1–2–25–0,1 по ГОСТ 29251.

Колба мерная 1–1000–2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2–250-34 ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные 1(3)–50–1 и 2(4)–25–1 по ГОСТ 1770.

Палочка стеклянная с оплавленным концом.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

Стандарт-титр трилона Б (динатриевая соль этилендиамин — N, N, N^1, N^1-тетрауксусной кислоты 2-водная) для приготовления раствора молярной концентрации c (1/2 $C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$) = = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н).

Аммиак водный особой чистоты ГОСТ 24147, марки ос. ч. 23—5.

Метилтимоловый синий (индикаторная смесь).

Мурексид (индикатор).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6 Отбор проб

6.1 Пробы для анализа пищевого глюконата кальция отбирают из каждой упаковочной единицы партии пищевой добавки, попавшей в выборку по 6.2.

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

6.2 Выборку упаковочных единиц из партии осуществляют методом случайного отбора в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

Количество упаковочных единиц в партии, шт.	Объем выборки, шт.
От 2 до 15 включ.	2
» 16 » 25 »	3
» 26 » 90 »	5
» 91 » 150 »	8
» 151 » 500 »	13
» 501 » 1200	20

6.3 Из разных мест каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку в соответствии с таблицей 1, отбирают мгновенные пробы с помощью пробоотборника (щупа), погружая его не менее, чем на 3/4 глубины.

Масса мгновенной пробы должна быть не более 10 г.

Количество и масса мгновенных проб от каждой упаковочной единицы должны быть одинаковыми.

6.4 Составляют суммарную пробу, для этого мгновенные пробы, отобранные по 6.2, помещают в сухую чистую емкость из стекла или полимерных материалов и тщательно перемешивают.

Рекомендуемая масса суммарной пробы должна быть не менее 50 г.

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

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

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

Емкость со второй частью пробы опечатывают, пломбируют и хранят для повторного контроля в случае возникновения разногласий в оценке качества и безопасности пищевого глюконата кальция. Срок хранения пробы при температуре (20 ± 5) °С и относительной влажности не более 60 % — до окончания срока годности пищевого глюконата кальция.

6.7 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;
- количество упаковочных единиц в партии;
- дата изготовления;
- дата отбора проб;
- срок хранения пробы;
- фамилии лиц, проводивших отбор данной пробы.

7 Условия проведения анализа

При подготовке и проведении анализа должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха ..... от 18 °С до 25 °С;
- относительная влажность ..... от 40 % до 90 %;
- напряжение в электросети ..... $220^{+10\ \%}_{-15\ \%}$ В;
- частота тока в электросети ..... от 49 до 51 Гц;
- температура анализируемой среды ..... от 18 °С до 70 °С;
- работы с аммиаком выполняются в вытяжном шкафу.

8 Требования к квалификации оператора

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

9 Подготовка к анализу

9.1 Приготовление вспомогательных растворов

9.1.1 Приготовление раствора трилона Б молярной концентрации *c* (1/2 $C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н)

Раствор трилона Б молярной концентрации *c* (1/2 $C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,1 моль/дм^3 готовят из стандарт-титра, для этого содержимое одной ампулы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и добавляют дистиллированную воду до метки.

Срок хранения раствора в плотно закрытой емкости в условиях согласно разделу 7 — не более 3 мес.

9.1.2 Подготовка индикаторной смеси метилтимолового синего

Индикаторную смесь метилтимолового синего готовят по ГОСТ 4919.1 (табл. 5, № 6).

Смесь хранят в герметично закрытой банке из темного стекла в условиях согласно разделу 7 — не более трех лет.

9.1.3 Подготовка индикатора мурексида

Мурексид готовят по ГОСТ 4919.1 (таблица 5, № 7).

Индикатор хранят в герметично закрытой банке из темного стекла в условиях согласно разделу 7 — не более трех лет.

9.1.4 Приготовление раствора сравнения (при использовании в качестве индикатора мурексида)

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 прибавляют из бюретки 1 см^3 раствора трилона Б по 9.1.1, 70 см^3 дистиллированной воды, 20 см^3 раствора аммиака водного особой чистоты (см. раздел 5), 0,1 г мурексида по 9.1.3 и перемешивают до полного растворения индикатора. Колбу с фиолетовым раствором закрывают пробкой.

Раствор сравнения используют свежеприготовленным. При снижении интенсивности окраски в раствор добавляют мурексид по 9.1.3.

9.2 Подготовка пробы

В открытый стаканчик для взвешивания вносят от 2,0 до 3,0 г анализируемой пробы пищевого глюконата кальция. Анализируемую пробу распределяют равномерным слоем и сушат в открытом стаканчике вместе с крышкой в течение 1 ч в сушильном шкафу при температуре (90 ± 2) °С. После этого стаканчик с высушенной анализируемой пробой быстро закрывают крышкой и охлаждают в эксикаторе над обезвоженным хлористым кальцием до температуры, не превышающей более чем на 3 °С температуру окружающего воздуха (см. раздел 7).

Срок хранения высушенного пищевого глюконата кальция в условиях согласно разделу 7 — не более 10 дней.

10 Проведение анализа

В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 150 см^3 взвешивают с записью результата до четвертого десятичного знака от 0,48 до 0,52 г высушенной по 9.2 анализируемой пробы пищевого глюконата кальция. Прибавляют 50 см^3 дистиллированной воды и растворяют анализируемую пробу при температуре (60 ± 10) °С в течение 5 мин на водяной бане. Стакан с раствором охлаждают до температуры в интервале от 20 °С до 25 °С и количественно переносят раствор анализируемой пробы в коническую колбу вместимостью 250 см^3. Прибавляют 20 см^3 раствора аммиака водного особой чистоты (см. раздел 5), 0,1 г индикаторной смеси метилтимолового синего по 9.1.2 или 0,1 г индикатора мурексида по 9.1.3 и перемешивают до полного растворения индикатора. Титруют из бюретки раствором трилона Б по 9.1.1 до перехода синей окраски в серую (при использовании индикаторной смеси метилтимолового синего) или до перехода малиновой окраски в фиолетовую (при использовании индикатора мурексида). При титровании с мурексидом для более точного определения конечной точки титрования используют раствор сравнения по 9.1.4.

11 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества в анализируемой пробе пищевого глюконата кальция X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V\,M\,100}{m}, \qquad (2)$$

где V — объем раствора трилона Б молярной концентрации c (1/2 $C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

M — количество пищевого глюконата кальция, соответствующее 1 см^3 раствора трилона Б молярной концентрации c (1/2 $C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,1 моль/дм^3 (0,02152 г/см^3 для пищевого глюконата кальция безводного и 0,02242 г/см^3 для ищевого глюконата кальция моногидрата);

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m — масса анализируемой пробы (см. раздел 10), г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $\overline{X}$, %, округленное до целого числа, если выполняются условия приемлемости, представленные в графе 2 таблицы 2.

12 Метрологические характеристики метода

Таблица 2

Диапазон измерений массовой доли основного вещества в глюконате кальция, %	Предел повторяемости r, % абс, при P = 0,95, n = 2	Предел воспроизводимости R, % абс, при P = 0,95, m = 2	Границы абсолютной погрешности Δ, %, при P = 0,95
90—103	0,4	0,6	0,4

13 Оформление результатов

Результат определения массовой доли основного вещества в пищевом глюконате кальция представляют в виде ($\overline{X} \pm \Delta$) %.

УДК 663.05:006.354 МКС 67.220.20 Н91

Ключевые слова: пищевая добавка, глюконат кальция, Е578, массовая доля основного вещества, комплексонометрическое титрование

Редактор *А.Э. Попова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 40 экз. Зак. 3820.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

gost.e-ecolog.ru