МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31905—2012

Добавки пищевые

КАЛЬЦИЯ ЛАКТАТ Е327

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

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

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 9 ноября 2012 г. № 53-П)

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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 апреля 2013 г. № 44-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31905—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2014 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 53943—2010

6 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, 2014

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 Технические требования 3
3.1 Характеристики 3
3.2 Требования к сырью 4
3.3 Упаковка 4
3.4 Маркировка 4
4 Требования безопасности 4
5 Правила приемки 5
6 Методы контроля 6
6.1 Отбор проб 6
6.2 Определение органолептических показателей 7
6.3 Тест на кальций-ион 7
6.4 Тест на лактат-ион ($C_3H_5O_3^-$) 8
6.5 Определение массовой доли основного вещества 8
6.6 Определение массовой доли потерь при высушивании 10
6.7 Определение pH водного раствора лактата кальция 11
6.8 Тест на кислотность 12
6.9 Определение массовой доли магния и щелочных металлов в пересчете на сульфаты 12
6.10 Определение массовой доли фторидов 13
6.11 Определение массовой доли свинца 15
7 Транспортирование и хранение 15

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

КАЛЬЦИЯ ЛАКТАТ Е327

Технические условия

Food additives.
Calcium lactate E327.
Specifications

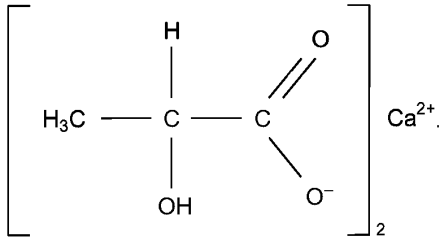
Дата введения — 2014—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку лактат кальция Е327, представляющую собой кальциевую соль молочной кислоты (далее — пищевой лактат кальция) и предназначенную для использования в пищевой промышленности.

Формулы: эмпирическая $C_6H_{10}CaO_6 \cdot xH_2O$ (x = 0 – 5)

структурная



Химическое название — дилактат кальция, гидрат дилактата кальция, кальциевая соль 2-гидроксипропионовой кислоты.

Молекулярная масса:

218,2 (безводная форма, x = 0);

308,2 (пентагидрат, x = 5).

Требования, обеспечивающие безопасность пищевого лактата кальция для здоровья людей, изложены в 3.1.5, требования к качеству — в 3.1.3 и 3.1.4, требования к маркировке — в 3.4.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

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

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

Издание официальное

ГОСТ 12.3.002—75 Система стандартов безопасности труда. Процессы производственные. Общие требования безопасности

ГОСТ 334—73 Бумага масштабно-координатная. Технические условия

ГОСТ 490—2006 Кислота молочная пищевая. Технические условия

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

ГОСТ ISO 2859-1—2009 Статистические методы. Процедуры выборочного контроля по альтернативному признаку. Часть 1. Планы выборочного контроля последовательных партий на основе приемлемого уровня качества

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773—72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4463—76 Реактивы. Натрий фтористый. Технические условия

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

ГОСТ 4523—77 Реактивы. Магний сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4530—76 Реактивы. Кальций углекислый. Технические условия

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

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 8253—79 Мел химически осажденный. Технические условия

ГОСТ 8677—76 Реактивы. Кальция оксид. Технические условия

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

ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

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

ГОСТ 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 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

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

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

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

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

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

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

ГОСТ 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

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 Технические требования

3.1 Характеристики

3.1.1 Пищевой лактат кальция вырабатывают в соответствии с требованиями настоящего стандарта, по технологическим регламентам или инструкциям, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

3.1.2 Пищевой лактат кальция растворим в воде, практически нерастворим в этаноле. Пентагидрат частично теряет кристаллизационную воду.

3.1.3 По органолептическим показателям пищевой лактат кальция должен соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Органолептические показатели

Наименование показателя	Характеристика
Внешний вид	Кристаллический порошок или гранулы
Цвет	От белого до кремового
Запах	Без запаха или со слабым специфическим, характерным для данного продукта

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

Таблица 2 — Физико-химические показатели

Наименование показателя	Характеристика и значение показателя
Тест на кальций-ион	Выдерживает испытание
Тест на лактат-ион	Выдерживает испытание
Массовая доля основного вещества по высушенной основе, %, не менее	98,0
Массовая доля потерь при высушивании, %, не более	30,0
pH водного раствора лактата кальция с массовой долей 5 %	От 6,0 до 8,0 включ.
Тест на кислотность	Выдерживает испытание
Массовая доля магния и щелочных металлов в пересчете на сульфаты, %, не более	1,0

3.1.5 По показателям безопасности пищевой лактат кальция должен соответствовать требованиям, указанным в таблице 3.

Таблица 3 — Показатели безопасности

Наименование показателя	Значение показателя
Массовая доля (содержание) фторидов, $млн^{-1}$ (мг/кг), не более	30,0
Массовая доля (содержание) свинца, $млн^{-1}$ (мг/кг), не более	2,0

3.2 Требования к сырью

3.2.1 Для производства пищевого лактата кальция используют следующее сырье:
- кислоту молочную пищевую по ГОСТ 490;
- мел химически осажденный по ГОСТ 8253;
- кальций углекислый по ГОСТ 4530;
- кальций оксид по ГОСТ 8677;
- воду питьевую.

3.2.2 Допускается применение аналогичного сырья, соответствующего требованиям действующих нормативных документов, обеспечивающих получение пищевого лактата кальция в соответствии с требованиями настоящего стандарта и разрешенных к применению в пищевой промышленности.

3.3 Упаковка

3.3.1 Пищевой лактат кальция упаковывают в бумажные трехслойные мешки марки ПМ 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 по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

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

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

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 тары и упаковочных материалов, изготовленных из материалов, использование которых в контакте с пищевым лактатом кальция обеспечивает сохранение его качества и безопасности.

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

3.4 Маркировка

3.4.1 На каждую упаковочную единицу с пищевым лактатом кальция наносят маркировку любым способом, обеспечивающим ее четкое обозначение, с указанием:
- наименования пищевой добавки и ее Е номера*;
- наименования и местонахождения (юридический адрес) изготовителя;
- товарного знака изготовителя (при наличии);
- массы нетто;
- массы брутто;
- номера партии;
- даты изготовления;
- срока и условий хранения по 7.3 и 7.2;
- обозначения настоящего стандарта.

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

4 Требования безопасности

4.1 Общие требования безопасности при производстве пищевого лактата кальция — по ГОСТ 12.3.002.

4.2 Пищевой лактат кальция нетоксичен.

4.3 По степени воздействия на организм человека пищевой лактат кальция в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относят к третьему классу опасности.

---

* Номер пищевой добавки в соответствии с Европейской системой кодификации.

4.4 Работу с пищевым лактатом кальция необходимо проводить с использованием средств индивидуальной защиты при соблюдении правил личной гигиены, установленных инструкциями.

4.5 Производственные помещения, в которых проводят работы с пищевым лактатом кальция, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.

4.6 Контроль воздуха рабочей зоны осуществляет изготовитель в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

5 Правила приемки

5.1 Пищевой лактат кальция принимают партиями.

Партией считают количество пищевого лактата кальция, полученное за технологический цикл, одной даты изготовления, в одинаковой упаковке, одновременно предъявленное на испытания и приемку, оформленное одним документом, удостоверяющим его качество и безопасность.

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

- наименование пищевой добавки и ее Е номер;
- номер и дату выдачи документа, удостоверяющего качество и безопасность;
- наименование и местонахождение (юридический адрес) изготовителя;
- номер партии;
- дату изготовления;
- массу нетто;
- срок хранения;
- органолептические и физико-химические показатели качества фактические и по настоящему стандарту;
- показатели безопасности фактические и по настоящему стандарту, определенные в соответствии с 5.9;
- обозначение настоящего стандарта.

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

5.4 При проведении приемо-сдаточных испытаний применяют одноступенчатый выборочный план при нормальном контроле и специальном уровне контроля S-4 и приемлемом уровне качества AQL, равном 6,5, по ГОСТ ISO 2859-1.

Выборку упаковочных единиц осуществляют методом случайного отбора в соответствии с таблицей 4.

Таблица 4 — 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

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

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

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

5.7.1 Партию принимают, если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто пищевого лактата кальция, меньше или равно приемочному числу (см. таблицу 4).

5.7.2 Если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто пищевого лактата кальция, больше или равно браковочному числу (см. таблицу 4), контроль проводят на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Партию принимают, если выполняются условия 5.7.1.

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

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

5.8.1 Для контроля органолептических и физико-химических показателей продукта от каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку в соответствии с требованиями таблицы 4, проводят отбор мгновенных проб и составляют суммарную пробу по 6.1.

5.8.2 При получении неудовлетворительных результатов по органолептическим и физико-химическим показателям хотя бы по одному из показателей проводят повторный контроль по этому показателю на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Результаты повторного контроля являются окончательными и распространяются на всю партию.

При повторном получении неудовлетворительных результатов контроля партию бракуют.

5.8.3 Органолептические и физико-химические показатели пищевого лактата кальция в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты контроля распространяют на пищевой лактат кальция только в этой упаковке.

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

6 Методы контроля

6.1 Отбор проб

6.1.1 Для составления суммарной пробы пищевого лактата кальция из разных мест каждой упаковочной единицы, отобранной по 5.4, отбирают мгновенные пробы. Масса мгновенной пробы должна быть не более 100 г.

Масса мгновенной пробы и число мгновенных проб от каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку, должны быть одинаковыми.

Мгновенные пробы отбирают с помощью пробоотборников или металлических трубок, изготовленных из материала, не реагирующего с пищевым лактатом кальция, погружая пробоотборник в продукт не менее чем на 3/4 глубины.

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

Масса суммарной пробы должна быть не менее 500 г.

6.1.2 Для уменьшения суммарной пробы до 500 г используют метод квартования. Для этого суммарную пробу высыпают на чистый стол и разравнивают тонким слоем в виде квадрата. Затем продукт деревянными планками со скошенными ребрами ссыпают с двух противоположных сторон на середину так, чтобы образовался валик. Продукт с концов валика также ссыпают на середину стола, 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 до тех пор, пока масса суммарной пробы не достигнет 500 г.

6.1.3 Подготовленную суммарную пробу делят на две части и каждую часть помещают в чистую сухую, плотно закрывающуюся стеклянную или полиэтиленовую емкость.

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

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

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;
- дата изготовления;
- дата отбора проб;
- фамилии лиц, проводивших отбор пробы;
- обозначение настоящего стандарта.

6.2 Определение органолептических показателей

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

6.2.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы

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

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

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Лампа люминесцентная трубчатая типа ЛД по ГОСТ 6825.

Стакан В(Н)-1-150 ТСХ по ГОСТ 25336.

Стаканчик СВ 34/12 по ГОСТ 25336.

Бумага белая.

6.2.2 Отбор проб — по 6.1.

6.2.3 Условия проведения анализа

Все анализы проводят в вытяжном шкафу.

6.2.4 Проведение анализа

6.2.4.1 Внешний вид и цвет пищевого лактата кальция, представляющего собой порошок или гранулы от белого до кремового цвета, определяют просмотром 50 г анализируемой пробы, помещенной на лист белой бумаги или на стеклянную пластинку при рассеянном дневном свете или освещении люминесцентной лампой. Освещенность поверхности рабочего стола должна быть не менее 500 люкс.

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

Сразу после открывания крышки запах на уровне края стаканчика не должен ощущаться или воспринимается как слабый специфический, характерный для данного продукта.

6.3 Тест на кальций-ион

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, вспомогательное оборудование, посуда, материалы, реактивы

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

Стаканы В(Н)-1-50(100) по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-10(100)-1 по ГОСТ 1770.

Пипетка 1-2-1-5 по ГОСТ 29227.

Горелка газовая.

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

Раствор щавелевокислого аммония массовой долей 4 % готовят растворением 4,0 г щавелевокислого аммония в 96 $см^3$ дистиллированной воды при соблюдении ГОСТ 4517 (пункты 1.1, 1.5 — 1.7).

6.3.5 Проведение анализа

Способ 1. 0,5 г пробы растворяют в 10 $см^3$ дистиллированной воды, добавляют 5 $см^3$ раствора щавелевокислого аммония по 6.3.4 и перемешивают. Образовавшийся белый мелкокристаллический осадок оксалата кальция свидетельствует о наличии в пробе кальций-иона.

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

6.4 Тест на лактат-ион ($C_3H_5O_3^-$)

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

6.4.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной 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.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Стакан В(Н)-1-100 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)-100-1 по ГОСТ 1770.

Колбы 2-100(1000)-2, по ГОСТ 1770.

Пипетка 1-2-1-5 по ГОСТ 29227.

Палочка стеклянная.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

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 Подготовка к анализу

6.4.4.1 Раствор марганцовокислого калия массовой долей 1 % готовят растворением 1 г марганцовокислого калия в 99 $см^3$ дистиллированной воды. Хранят в емкости из темного стекла в защищенном от света месте при соблюдении ГОСТ 4517 (пункты 1.1, 1.5 — 1.7).

6.4.4.2 Раствор серной кислоты молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 2 моль/$дм^3$ готовят по ГОСТ 25794.1 или из стандарт-титра молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,1 моль/$дм^3$, переводя количественно содержимое двух ампул в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и добавляя дистиллированную воду до метки при соблюдении ГОСТ 4517 (пункты 1.1, 1.5 — 1.7).

6.4.5 Проведение анализа

От 0,9 до 1,1 г пробы растворяют в 20 $см^3$ дистиллированной воды, добавляют 5 $см^3$ раствора серной кислоты по 6.4.4.2 и 2 $см^3$ раствора марганцово-кислого калия по 6.4.4.1. Смесь перемешивают и нагревают до температуры (55 ± 5) °С.

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

6.5 Определение массовой доли основного вещества

Метод основан на способности трилона Б (динатриевая соль этилендиамин — N, N, N', N' — тетрауксусной кислоты) образовывать в щелочной среде (от 9 до 12 ед. pH) бесцветное прочное комплексное соединение с ионами кальция. Применяемый в методике индикатор — эриохром черный Т образует с

ионами кальция окрашенный в красный цвет менее прочный комплекс. При титровании трилоном Б ионы кальция переходят в бесцветный комплекс с трилоном Б. Цвет раствора изменяется от красного до синего (цвет свободного индикатора).

6.5.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0001 г.

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Бюретка I-1-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

Стакан В(Н)-1-100 по ГОСТ 25336.

Колба 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 1-2-1-10 по ГОСТ 29227.

Пипетка 2-2-20 по ГОСТ 29169.

Колба Кн-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)-100-1 по ГОСТ 1770.

Ступка 2(3) и пестик 1 по ГОСТ 9147.

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

Магний сернокислый по ГОСТ 4523, х. ч.

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.

6.5.2 Отбор проб — по 6.1.

6.5.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.5.4 Подготовка к анализу

6.5.4.1 Раствор аммиака с массовой долей 20 % (ρ^{20} = 0,923 г/см^3) готовят разбавлением 814,3 см^3 раствора аммиака массовой долей 25 % (ρ^{20} = 0,907 г/см^3) дистиллированной водой до 1 дм^3.

Срок хранения раствора в полиэтиленовой емкости — не более 6 мес.

6.5.4.2 Приготовление аммиачного буферного раствора

20 г хлористого аммония растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды и смешивают с 100 см^3 раствора аммиака массовой долей 20 % по 6.5.4.1. Смесь количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, объем доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают при соблюдении ГОСТ 4517 (пункты 1.1, 1.5 — 1.7).

6.5.4.3 Раствор сернокислого магния молярной концентрации c (½$MgSO_4 \cdot 7H_2O$) = 0,1 моль/дм^3 готовят, используя стандарт-титр (фиксанал) в ампулах при соблюдении ГОСТ 4517 (пункты 1.1, 1.5 — 1.7).

6.5.4.4 Индикаторную смесь готовят, смешивая 1 г индикатора эриохром черного Т и 100 г хлористого натрия. Смесь растирают в ступке до порошкообразного состояния.

Срок хранения раствора в герметически закрытой темной емкости — не более 12 мес.

6.5.4.5 Приготовление раствора трилона Б молярной концентрации c (½$Na_2C_{10}H_{14}O_8N_2 \cdot 2H_2O$) = 0,1 моль/дм^3

Трилон Б массой 18,61 г растворяют в 200 см^3 — 250 см^3 дистиллированной воды, раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, объем доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Допускается использовать стандарт-титр раствора трилона Б молярной концентрации c (½$Na_2C_{10}H_{14}O_8N_2 \cdot 2H_2O$) = 0,1 моль/дм^3.

Коэффициент поправки (K) молярной концентрации раствора трилона Б определяют следующим образом: в коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают 20 см^3 раствора сернокислого магния по 6.5.4.3, от 70 до 100 см^3 дистиллированной воды, 10 см^3 аммиачного буферного раствора по 6.5.4.2, индикатора эриохром черного Т по 6.5.1 (на кончике скальпеля) и титруют раствором трилона Б по 6.5.4.5 до изменения окраски раствора от красной до устойчивой синей. Значение K находят отношением объемов растворов трилона Б, израсходованного на титрование, и введенного раствора сернокислого магния.

6.5.5 Проведение анализа

Взвешивают 0,45 г пробы пищевого лактата кальция, предварительно высушенного по 6.6, с записью результата до третьего знака после запятой, помещают в стакан вместимостью 100 см^3, растворяют в 50 см^3 — 70 см^3 дистиллированной воды температурой от 60 °С до 70 °С и количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3. К раствору добавляют 7 см^3 аммиачного буферного раствора по 6.5.4.2, около 30 мг (на кончике скальпеля) индикаторной смеси по 6.5.4.4, перемешивают и титруют раствором трилона Б по 6.5.4.5 до перехода окраски от красной в устойчивую синюю.

6.5.6 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 0{,}01091 \cdot K \cdot 100}{m}, \qquad (1)$$

где V — объем раствора трилона Б молярной концентрации c (½ $Na_2C_{10}H_{14}O_8N_2 \cdot 2H_2O$) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование пробы, см^3;

0,01091 — масса лактата кальция, соответствующая 1 см^3 раствора трилона Б молярной концентрации c (½ $Na_2C_{10}H_{14}O_8N_2 \cdot 2H_2O$) = 0,1 моль/дм^3, г;

K — коэффициент поправки раствора трилона Б молярной концентрации c (½ $Na_2C_{10}H_{14}O_8N_2 \cdot 2H_2O$) = 0,1 моль/дм^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса пробы по 6.5.5, г.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

За окончательный результат определений принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $X_{1ср}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия приемлемости:

абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,2 %.

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

Границы абсолютной погрешности метода определения массовой доли основного вещества — ± 0,3 % при P = 95 %.

6.6 Определение массовой доли потерь при высушивании

Метод основан на отделении летучих веществ пищевого лактата кальция при нагревании его в соответствии с заданными температурным режимом и продолжительностью процесса.

6.6.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0001 г.

Шкаф сушильный с максимальной рабочей температурой 150 °С, точностью автоматического регулирования температуры ± 2 °С.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения температуры от 0 °С до 150 °С, ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498.

Эксикатор 2-190 по ГОСТ 25336 с хлористым кальцием, предварительно прокаленным при температуре (300 ± 50) °С в течение 2 ч.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Стаканчик СН 34/12 по ГОСТ 25336.

6.6.2 Отбор проб — по 6.1.

6.6.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.6.4 Проведение анализа

Чистый пустой стаканчик для взвешивания сушат вместе с крышкой в открытом виде при температуре (120 ± 2) °С в сушильном шкафу в течение 30 мин, затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака. Высушивание до постоянной массы проводят до тех пор, пока разница между результатами двух параллельных определений не превысит 0,001 г.

Взвешивают в стаканчике от 1 до 2 г пробы с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака, помещают в открытом виде вместе с крышкой в сушильный шкаф и сушат при температуре (120 ± 2) °С в течение 4 ч. После этого стаканчик быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

6.6.5 Обработка результатов

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

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

где m — масса сухого стаканчика с пробой до высушивания, г;
m_1 — масса стаканчика с 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 определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $X_{2ср}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия приемлемости:

абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,3 %.

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

Границы абсолютной погрешности метода определения массовой доли потерь при высушивании — ± 0,5 % при P = 95 %.

6.7 Определение pH водного раствора лактата кальция

Метод основан на определении показателя активности ионов водорода раствора пищевого лактата кальция с массовой долей 5 % измерением pH потенциометрическим анализатором.

6.7.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,001 г.

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

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

Стакан В(Н)-1-250 ТС по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная оплавленная.

Цилиндр мерный 1-100-1 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.7.2 Отбор проб — по 6.1.

6.7.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.7.4 Проведение анализа

Взвешивают 5,0 г пробы с записью результата взвешивания до второго десятичного знака, помещают в стакан вместимостью 250 см^3, растворяют в 95 см^3 дистиллированной воды температурой (45 ± 5) °С и тщательно перемешивают.

Электроды pH-метра погружают в приготовленный раствор и измеряют pH раствора при (20 ± 2) °С.

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

6.7.5 Обработка результатов измерений

Результаты измерений записывают до второго десятичного знака.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений $X_{ср}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия приемлемости:

абсолютное значение разности между результатами двух параллельных измерений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,1 ед. pH.

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

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

6.8 Тест на кислотность

Метод основан на нейтрализации кислоты щелочью в присутствии кислотно-основного индикатора.

6.8.1 Средства измерения, посуда, реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0001 г.

Стакан В(Н)-1-50 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-50-1 по ГОСТ 1770.

Колба 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2-100-18 ТХС по ГОСТ 25336.

Бюретка I-1-2-2-0,01 по ГОСТ 29251.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Фенолфталеин (индикатор).

Спирт этиловый ректификованный.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.8.2 Отбор проб — по 6.1.

6.8.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.8.4 Подготовка к анализу

6.8.4.1 Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1.

6.8.4.2 Спиртовой раствор фенолфталеина готовят по ГОСТ 4919.1.

6.8.5 Проведение анализа

Взвешивают 1,0 г пробы с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака, помещают в стакан, растворяют в 20 — 30 см^3 дистиллированной воды, количественно переносят в коническую колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина по 6.8.4.2 и титруют раствором гидроокиси натрия по 6.8.4.1.

Проба выдерживает испытания, если объем израсходованного раствора гидроокиси натрия не превышает 0,5 см^3.

6.9 Определение массовой доли магния и щелочных металлов в пересчете на сульфаты

Метод основан на определении содержания магния и щелочных металлов в виде сульфатных солей в растворе пробы анализируемого продукта, предварительно освобожденного от кальция, в виде труднорастворимого оксалата кальция.

6.9.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0001 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.

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Стакан В(Н)-1-150 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-50-1 по ГОСТ 1770.

Воронка В-56-80 ХС по ГОСТ 25336.

Фильтр обеззоленный «синяя лента».

Тигель фарфоровый низкий по ГОСТ 9147.

Эксикатор 2-190 по ГОСТ 25336.

Пипетка 2-2-50 по ГОСТ 29169.

Пипетка 1-2-1-1 по ГОСТ 29227.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, х. ч.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. 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

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

6.9.5 Проведение анализа

Взвешивают 1,0 г анализируемой пробы с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака, помещают в стакан вместимостью 150 $см^3$ (с меткой объема 100 $см^3$), растворяют в 40 $см^3$ дистиллированной воды, добавляют 0,5 г хлористого аммония, смесь кипятят, вносят 20 $см^3$ раствора щавелевокислого аммония по 6.9.4 и перемешивают. Для формирования более крупных кристаллов оксалата кальция суспензию выдерживают на водяной бане с температурой (95 ± 5) °С в течение 1 ч, охлаждают, доводят объем смеси дистиллированной водой до 100 $см^3$ (метка на стакане) и фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента».

В тигель помещают 50 $см^3$ фильтрата, добавляют 0,5 $см^3$ серной кислоты и выпаривают до сухого состояния, осторожно нагревая на электроплитке или песочной бане.

Затем тигель с осадком прокаливают до постоянной массы в электропечи камерной при температуре (650 ± 50) °С. Масса полученного осадка должна быть не более 5 мг, что соответствует предельному содержанию магния и щелочных металлов в пересчете на сульфаты 1,0 % (10 г/кг).

6.10 Определение массовой доли фторидов

Ион-селективный электродный метод основан на прямом потенциометрическом измерении массовой концентрации фторид-иона с использованием фторидного электрода.

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

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0001 г.

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

pH-метр-милливольтметр-ионометр с погрешностью измерения не более 0,05 ед. pH/0,25 мВ.

Электрод фторидселективный с нижним пределом обнаружения иона-фтора не менее 0,02 мг/$дм^3$.

Электрод стеклянный лабораторный ЭСЛ-43-07 или аналогичный.

Электрод сравнения хлорсеребряный ЭВЛ-1 М3 или аналогичный.

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

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Мешалка магнитная.

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

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

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

Емкость полиэтиленовая вместимостью 1000 $см^3$.

Колбы 2-100(1000)-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2-2-5(20) по ГОСТ 29169.

Пипетки 1-2-2-1(5, 10) по ГОСТ 29227.

Бумага полулогарифмическая по ГОСТ 334.

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 $см^3$

2,21 г фтористого натрия помещают в пластмассовый химический стакан вместимостью 500 $см^3$, добавляют 200 $см^3$ дистиллированной воды и перемешивают до растворения. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора в полиэтиленовой емкости с плотно закрытой пробкой — не более 6 мес.

6.10.4.3 Приготовление стандартного раствора фтористого натрия, содержащего $5 \cdot 10^{-3}$ мг фторида (F^-) в 1 $см^3$

Стандартный раствор фтористого натрия по 6.10.4.2 в объеме 5 $см^3$ помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, разбавляют дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа.

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

74,4 г трилона Б растворяют в 400 $см^3$ — 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 — не более 6 мес.

6.10.4.7 Приготовление раствора лимоннокислого натрия

357 г лимоннокислого натрия растворяют в 600 — 700 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, объем доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают при соблюдении ГОСТ 4517 (пункты 1.1, 1.5 — 1.7).

6.10.5 Построение градуировочного графика

Электроды и pH-метр-милливольтметр-иономер подготавливают в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

Для построения градуировочного графика в шесть пластмассовых химических стаканов вместимостью 150 $см^3$ вносят соответственно по 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. Полученные растворы содержат $5{,}0 \cdot 10^{-5}$; $1{,}0 \cdot 10^{-4}$; $1{,}5 \cdot 10^{-4}$; $2{,}5 \cdot 10^{-4}$; $5{,}0 \cdot 10^{-4}$; $7{,}5 \cdot 10^{-4}$ мг фторида в 1 $см^3$ соответственно.

В пластмассовые стаканы вместимостью 100 $см^3$ вносят по 50 $см^3$ каждого приготовленного раствора и замеряют потенциал растворов с использованием рекомендованного ион-селективного 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 бумагой. Все измерения проводят при температуре растворов (25 ± 1) °С. Измерение электродного потенциала каждого раствора выполняют не менее трех раз. За результат принимают среднее значение электродного потенциала.

На основании полученных результатов строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс с логарифмическими делениями массовые концентрации фторид-иона (мг/$см^3$), а на оси ординат — значения потенциала в милливольтах.

Градуировочный график необходимо проверять каждый раз перед работой по двум-трем градуировочным растворам.

6.10.6 Проведение анализа

Взвешивают 1,5 г пробы пищевого лактата 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 постоянно перемешивают, затем 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. 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. По градуировочному графику находят массовую концентрацию фторид-иона в растворе (мг/см^3).

6.10.7 Обработка результатов

Массовую долю (содержание) фторида (F^-) X_3, млн$^{-1}$ (мг/кг), вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m}, \quad (3)$$

где C — массовая концентрация фторида в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мг/см^3;

V — вместимость мерной колбы, см^3 (100 см^3);

1000 — коэффициент пересчета граммов в килограммы;

m — масса пробы по 6.10.6, г.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $X_{3ср}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия приемлемости:

- абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 2 млн$^{-1}$ (мг/кг);
- абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 4 млн$^{-1}$ (мг/кг);
- границы абсолютной погрешности метода определения массовой доли фторида — ± 3 млн$^{-1}$ (мг/кг) при P = 95 %.

6.11 Определение массовой доли свинца

Метод заключается в определении свинца с использованием атомно-абсорбционного спектрофотометра в пламени ацетилен—воздух с настройкой прибора на резонансную линию 283,3 нм.

6.11.1 Отбор проб — по 6.1.

6.11.2 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.11.3 Проведение анализа — по ГОСТ 26932. В случае возникновения разногласий используют арбитражный метод по ГОСТ 30178.

7 Транспортирование и хранение

7.1 Пищевой лактат кальция транспортируют всеми видами транспортных средств в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на соответствующих видах транспорта, в условиях, обеспечивающих их сохранность.

7.2 Пищевой лактат кальция хранят в упаковке изготовителя в сухом прохладном месте в крытых складских помещениях.

7.3 Рекомендуемый срок хранения пищевого лактата кальция — 1 год со дня изготовления.

7.4 Срок годности пищевых лактатов кальция устанавливает изготовитель.

УДК 663.05:661.842.743:006.354 МКС 67.220.20 Н91

Ключевые слова: пищевая добавка, лактат кальция Е327, технические требования, требования безопасности, упаковка, маркировка, правила приемки, методы контроля, транспортирование и хранение

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

Сдано в набор 25.09.2014. Подписано в печать 12.11.2014. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,80. Тираж 55 экз. Зак. 4649.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Изменение № 1 ГОСТ 31905—2012 Добавки пищевые. Кальция лактат Е327. Технические условия

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 86-П от 29.03.2016)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 12103

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AM, KG, KZ [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Содержание. Заголовок пункта 6.11 изложить в новой редакции:

«6.11 Определение токсичных элементов»; дополнить элементом: «Библиография».

Раздел 1 изложить в новой редакции:

«Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку Е327 лактат кальция (далее — пищевой лактат кальция), предназначенную для использования в пищевой промышленности как вещество для обработки муки, регулятор кислотности пищевых продуктов».

Раздел 2. Ссылка на ГОСТ 490—2006. Наименование стандарта изложить в новой редакции: «Добавки пищевые. Кислота молочная Е270. Технические условия»;

ссылку на ГОСТ ISO 2859-1—2009 дополнить знаком сноски — *;

дополнить сноской *:

«* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 2859-1—2007»;

ссылку на ГОСТ 18389—73 и его наименование заменить на:

«ГОСТ 18389—2014 Проволока из платины и сплавов на ее основе. Технические условия»;

дополнить ссылками:

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

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

ГОСТ 26927—86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения ртути

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

ГОСТ 30538—97 Продукты пищевые. Методика определения токсичных элементов атомно-эмиссионным методом

ГОСТ 31266—2004** Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51766—2001.

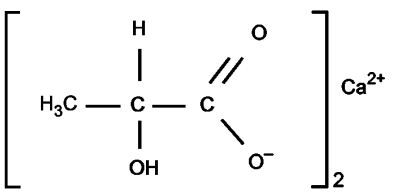
ГОСТ 31628—2012 Продукты пищевые и продовольственное сырье. Инверсионно-вольтамперометрический метод определения массовой концентрации мышьяка».

Пункт 3.1.1 изложить в новой редакции:

«3.1.1 а) Пищевая добавка Е327 представляет собой кальциевую соль молочной кислоты.

Формулы: эмпирическая $C_6H_{10}CaO_6 \cdot x\,H_2O$ ($x = 0 — 5$)

структурная



Химическое наименование — дилактат кальция, гидрат дилактата кальция, кальциевая соль 2-гидроксипропионовой кислоты.

---

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2017—01—01.

Молекулярная масса:

218,2 а. е. м. (безводная форма, $x = 0$);

308,2 а. е. м. (пентагидрат, $x = 5$).

3.1.1 б) Пищевой лактат кальция изготавливают в соответствии с требованиями [1], [2], настоящего стандарта и применяют в пищевых продуктах в соответствии с требованиями [1] или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего стандарт».

Пункт 3.1.4. Таблица 2. Исключить третью строку.

Пункт 3.1.5. Таблица 3. Исключить последнюю строку.

Подраздел 3.1 дополнить пунктами 3.1.6 и 3.1.7:

«3.1.6 Массовая доля основного вещества пищевого лактата кальция должна соответствовать требованиям [1] или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

3.1.7 Содержание токсичных элементов (свинец, мышьяк, ртуть) в пищевом лактате кальция не должно превышать норм, установленных [1] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт».

Пункт 3.2.1. Пятый абзац. Заменить слова: «кальций оксид» на «кальция оксид».

Пункты 3.2.2, 3.3.4, 3.4.1, 3.4.2 и 4.4 изложить в новой редакции:

«3.2.2 Допускается применение аналогичного сырья, по показателям безопасности соответствующего требованиям [1] или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего стандарт, обеспечивающего получение пищевого лактата кальция в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

3.3.4 Допускается применение других видов упаковки, обеспечивающих сохранность пищевого лактата кальция при хранении и транспортировании и изготовленных из материалов, соответствующих требованиям, установленным [3] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.4.1 Маркировка должна соответствовать требованиям, установленным [1] и [4] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.4.2 Маркировка транспортной упаковки должна соответствовать требованиям, установленным [4] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт, с нанесением манипуляционных знаков, указывающих на способ обращения с грузами по ГОСТ 14192.

4.4 При работе с пищевым лактатом кальция необходимо использовать спецодежду и средства индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.011 и соблюдать правила личной гигиены».

Раздел 4 дополнить пунктом 4.7:

«4.7 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007».

Пункт 5.1. Последний абзац изложить в новой редакции:

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

Пункт 5.2 исключить.

Пункт 5.4. Таблица 4. Графа «Число упаковочных единиц в партии, шт.». Заменить слово: «Число» на «Количество».

Пункт 5.9. Заменить слова: «и свинца» на «, свинца, мышьяка и ртути».

Пункт 6.1.3. Третий абзац дополнить словами: «до окончания его срока годности».

Пункт 6.1.4. Второй абзац изложить в новой редакции:

«- полное наименование пищевой добавки и ее Е-номер»;

дополнить абзацами:

«- количество упаковочных единиц в партии;

- срок годности пробы».

Пункт 6.2.1. Заголовок. Заменить слово: «**оборудование**» на «**устройство**»;

первый абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,1 г»;

дополнить абзацем:

«Допускается применение других средств измерений, вспомогательного устройства, материалов и посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения».

Пункт 6.2.3 изложить в новой редакции (кроме заголовка):

«6.2.3.1 При проведении испытаний должны соблюдаться параметры окружающего воздуха: температура — от 18°С до 25 °С, относительная влажность — от 40 % до 75 %.

Помещение для проведения испытаний должно быть обеспечено приточно-вытяжной вентиляцией. При работе с реактивами все испытания необходимо проводить в вытяжном шкафу.

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

Подпункт 6.2.4.1. Исключить слова: «, представляющего собой порошок или гранулы от белого до кремового цвета,».

Пункт 6.3.1. Заголовок. Заменить слово: «**оборудование**» на «**устройство**»;

первый абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,01 г»;

дополнить абзацем (после первого):

«Стаканчик для взвешивания СН-34/12 (45/13) по ГОСТ 25336»;

дополнить абзацем:

«Допускается применение других средств измерений, вспомогательного устройства, материалов и посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения».

Подраздел 6.4. Заголовок. Исключить формулу иона: «**($C_3H_5O_3^-$)**»;

первый абзац после слов «лактат-иона» дополнить формулой иона: «($C_3H_5O_3^-$)».

Пункт 6.4.1. Заголовок. Заменить слово: «**оборудование**» на «**устройство**»; дополнить словом: «**, материалы**»;

первый абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,01 г»;

второй абзац после слов «ценой деления» дополнить словом: «шкалы»;

дополнить абзацем (после третьего):

«Стаканчик для взвешивания СН-34/12 (45/13) по ГОСТ 25336»;

дополнить абзацем:

«Допускается применение других средств измерений, вспомогательного устройства, материалов и посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных».

Подпункт 6.4.4.2 после слов «стандарт-титра» дополнить словом: «(фиксанала)».

Пункт 6.5.1. Заголовок. Заменить слово: «**оборудование**» на «**устройство**»; дополнить словом: «**материалы**»;

первый абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0005 г»;

второй абзац после слов «ценой деления» дополнить словом: «шкалы»;

дополнить абзацем (после третьего):

«Стаканчик для взвешивания СН-34/12 (45/13) по ГОСТ 25336»;

дополнить абзацем:

«Допускается применение других средств измерений, вспомогательного устройства, материалов и посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных».

Подпункт 6.5.4.5. Третий абзац после слов «стандарт-титр» дополнить словом: «(фиксанал)».

Пункт 6.6.1. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г»;

третий абзац после слов «ценой деления» дополнить словом: «шкалы»;

дополнить абзацем:

«Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения».

Пункт 6.7.1. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г»;

третий абзац после слов «ценой деления» дополнить словом: «шкалы»;

дополнить абзацем (после третьего):

«Стаканчик для взвешивания СН-34/12 (45/13) по ГОСТ 25336»;

дополнить абзацем:

«Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения».

Пункт 6.8.1. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г»;

дополнить абзацем (после первого):

«Стаканчик для взвешивания СН-34/12 (45/13) по ГОСТ 25336»;

дополнить абзацем:

«Допускается применение других средств измерений и посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных».

Пункт 6.9.1. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0005 г»;

второй абзац после слов «ценой деления» дополнить словом: «шкалы»;

дополнить абзацем (после второго):

«Стаканчик для взвешивания СН-34/12 (45/13) по ГОСТ 25336»;

дополнить абзацем:

«Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения».

Пункт 6.10.1. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0005 г»;

второй абзац после слов «ценой деления» дополнить словом:«шкалы»;

дополнить абзацем:

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

Подраздел 6.11 изложить в новой редакции:

«**6.11 Определение токсичных элементов**

6.11.1 Отбор проб — по 6.1.

6.11.2 Массовую долю ртути определяют по ГОСТ 26927.

6.11.3 Массовую долю мышьяка определяют по ГОСТ 26930, ГОСТ 30538, ГОСТ 31628 или ГОСТ 31266**.

6.11.4 Массовую долю свинца определяют по ГОСТ 26932, ГОСТ 30178, ГОСТ 30538.

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51766—2001».

Пункт 7.3 исключить.

Пункт 7.4 после слова «изготовитель» дополнить словами: «в соответствии с нормативными документами, действующими на территории государств, принявших стандарт».

Стандарт дополнить элементом «Библиография»:

«Библиография

[1] ТР ТС 029/2012 Технический регламент Таможенного союза «Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов и технологических вспомогательных средств»

[2] ТР ТС 021/2011 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности пищевой продукции»

[3] ТР ТС 005/2011 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности упаковки»

[4] ТР ТС 022/2011 Технический регламент Таможенного союза «Пищевая продукция в части ее маркировки».

(ИУС № 9 2016 г.)