
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
54537—
2011

Добавки пищевые
КАЛЬЦИЯ АЦЕТАТ E263
Технические условия

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2013

Предисловие

Цели и принципы стандартизации Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт пищевых ароматизаторов, кислот и красителей» Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ «ВНИИПАК» Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 154 «Пищевые добавки и ароматизаторы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 ноября 2011 г. № 616-ст

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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартинформ, 2013

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

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Технические требования	3
3.1 Характеристики	3
3.2 Требования к сырью	3
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 (Ca^{++})	7
6.4 Тест на ацетат-ион (CH_3CO_2^-)	8
6.5 Определение массовой доли основного вещества	8
6.6 Определение массовой доли потерь при высушивании	10
6.7 Определение pH водного раствора пищевого ацетата кальция с массовой долей 10 %	11
6.8 Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ	11
6.9 Тест на муравьиную кислоту и окисляющиеся примеси	12
6.10 Тест на альдегиды	13
6.11 Определение токсичных элементов	14
7 Транспортирование и хранение	14
Библиография	15

Добавки пищевые

КАЛЬЦИЯ АЦЕТАТ E263

Технические условия

Food additives. Calcium acetate E263. Specifications

Дата введения — 2013—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку кальция ацетат E263 (далее — пищевой ацетат кальция), предназначенную для использования в пищевой промышленности.

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 2859-1—2007 Статистические методы. Процедуры выборочного контроля по альтернативному признаку. Часть 1. Планы выборочного контроля последовательных партий на основе приемлемого уровня качества

ГОСТ Р 51232—98 Вода питьевая. Общие требования к организации и методам контроля качества

ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

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

ГОСТ Р 53361—2009 Мешки из бумаги и комбинированных материалов. Общие технические условия

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

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

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

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

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

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

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773—72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

- ГОСТ 4147—74 Реактивы. Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия
- ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия
- ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия
- ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия
- ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
- ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе
- ГОСТ 4530—76 Реактивы. Кальций углекислый. Технические условия
- 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 6968—76 Кислота уксусная лесохимическая. Технические условия
- ГОСТ 8253—79 Мел химически осажденный. Технические условия
- ГОСТ 8677—76 Реактивы. Кальций оксид. Технические условия
- ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
- ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия
- ГОСТ 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия
- ГОСТ 13512—91 Ящики из гофрированного картона для кондитерских изделий. Технические условия
- ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов
- ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
- ГОСТ 14961—91 Нитки льняные и льняные с химическими волокнами. Технические условия
- ГОСТ 15846—2002 Продукция, отправляемая в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение
- ГОСТ 17308—88 Шпагаты. Технические условия
- ГОСТ 18389—73 Проволока из платины и ее сплавов. Технические условия
- ГОСТ 18481—81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия
- ГОСТ 19360—74 Мешки-вкладыши пленочные. Общие 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 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного 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

П р и м е ч а н и е — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Технические требования

3.1 Характеристики

3.1.1 Пищевой ацетат кальция Е263 представляет собой кальциевую соль уксусной кислоты.

Эмпирические формулы ацетата кальция:

безводного $C_4H_6CaO_4$;

гидратов: $C_4H_6CaO_4 \cdot nH_2O$;

$C_4H_6CaO_4 \cdot xH_2O$ ($x < 1$).

Химическое название — кальций уксуснокислый.

Молекулярная масса ацетата кальция, а. е. м:

безводного — 158,17;

моногидрата — 176,18.

3.1.2 Пищевой ацетат кальция вырабатывают в соответствии с требованиями настоящего стандарта и применяют в соответствии с нормативными правовыми актами Российской Федерации*.

3.1.3 Пищевой ацетат кальция гигроскопичен, хорошо растворим в воде, нерастворим в этаноле.

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

Т а б л и ц а 1 — Органолептические показатели

Наименование показателя	Характеристика
Внешний вид	Крупные кристаллы; моногидрат может быть в виде игл, гранул или порошка
Цвет	Белый
Запах	Без запаха или со слабым запахом уксусной кислоты

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

Т а б л и ц а 2 — Физико-химические показатели

Наименование показателя	Норма
Тест на кальций-ион	Выдерживает испытание
Тест на ацетат-ион	Выдерживает испытание
Массовая доля основного вещества (безводная форма), %, не менее	98,0
Массовая доля потерь при высушивании, %, не более	11,0
рН водного раствора пищевого ацетата кальция с массовой долей 10 %, ед. рН	От 6,0 до 9,0 включ.
Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,3
Тест на муравьиную кислоту и окисляющиеся примеси	Выдерживает испытание
Тест на альдегиды	Выдерживает испытание

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

3.2 Требования к сырью

3.2.1 Для производства пищевого ацетата кальция используют следующее сырье:

- кислоту уксусную по ГОСТ 6968 или ГОСТ 61;
- мел химически осажденный по ГОСТ 8253;
- кальций углекислый по ГОСТ 4530;

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

- кальций оксид по ГОСТ 8677;
- воду питьевую по ГОСТ Р 51232 и [2].

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

3.3 Упаковка

3.3.1 Пищевой ацетат кальция упаковывают в продуктовые мешки из мешочных тканей по ГОСТ 30090, бумажные мешки открытые марки НМ и ПМ по ГОСТ Р 53361, ящики из гофрированного картона для пищевых продуктов по ГОСТ 13512. Внутри продуктовых мешков из мешочных тканей, бумажных мешков марки НМ, ящиков из гофрированного картона должны вставляться мешки-вкладыши по ГОСТ 19360 из пищевой полиэтиленовой нестабилизированной пленки марки Н, толщиной не менее 0,08 мм по ГОСТ 10354.

Тип и размеры мешков, предельную массу упаковываемого пищевого ацетата 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, так, чтобы была обеспечена герметичность упаковки.

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

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

3.3.5 Отрицательное отклонение массы нетто от номинальной массы каждой упаковочной единицы должно соответствовать требованиям ГОСТ 8.579.

3.3.6 Пищевой ацетат 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 ацетатом 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 годности по 7.3;
- условий хранения по 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 ацетата кальция — по ГОСТ 12.3.002.

4.2 Пищевой ацетат кальция нетоксичен, пожаро- и взрывобезопасен.

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

4.4 Работу с пищевым ацетатом 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 ацетатом кальция, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.

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

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

5 Правила приемки

5.1 Пищевой ацетат кальция принимают партиями.

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

5.2 Документ, удостоверяющий качество и безопасность продукта, должен содержать следующую информацию:

- наименование пищевой добавки и ее Е-номер;
- наименование и местонахождение (юридический адрес) изготовителя;
- номер партии;
- дату изготовления;
- массу нетто продукта;
- срок годности;
- органолептические и физико-химические показатели качества фактические и согласно настоящему стандарту;

- показатели безопасности согласно настоящему стандарту и определенные в соответствии с 5.9;
- обозначение настоящего стандарта;
- номер и дату выдачи удостоверения.

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

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

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

Т а б л и ц а 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

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

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

5.7 Приемка партии пищевого ацетата 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 ацетата кальция, меньше или равно приемочному числу (см. таблицу 3).

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

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

5.8 Приемка партии пищевого ацетата 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 3, 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 получении неудовлетворительных результатов при повторном контроле партию бракуют.

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

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

6 Методы контроля

6.1 Отбор проб

6.1.1 Для составления суммарной пробы пищевого ацетата 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 ацетатом 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.

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. 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 суммарной пробы отбрасывают, а две оставшиеся соединяют, перемешивают и вновь делят на четыре треугольника. Деление повторяют необходимое число раз.

6.1.3 Подготовленную суммарную пробу делят на две части и каждую часть помещают в сухую чистую 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 ацетата 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 проб;
- обозначение настоящего стандарта.

6.2 Определение органолептических показателей

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

6.2.1 Средства измерений, посуда, материалы

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

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения температур 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

Помещение для проведения испытаний должно быть обеспечено приточно-вытяжной вентиляцией.

При проведении испытаний должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающего воздуха от 18 °С до 25 °С;

относительная влажность воздуха от 40 % до 75 %.

Все испытания следует проводить в вытяжном шкафу.

6.2.4 Проведение анализа

6.2.4.1 Внешний вид и цвет пищевого ацетата кальция определяют просмотром анализируемой пробы массой 50 г, 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. Рассматриваемый продукт должен представлять собой кристаллы, гранулы или порошок белого цвета.

6.2.4.2 Для определения запаха стаканчик для взвешивания заполняют на половину его вместимости пищевым ацетатом кальция, 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. Запах не ощущается или ощущается слабый запах уксусной 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, посуда, вспомогательные устройства, реактивы

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

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

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

Пипетки 1—2—2—1, 1—2—2—5 по ГОСТ 29227.

Горелка газовая.

Проволока из платины по ГОСТ 18389.

Полочка стеклянная.

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 испытаний — 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. Анализируемую пробу массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 50 см³ и растворяют в 10 см³ дистиллированной воды, добавляют 0,5 см³ раствора соляной кислоты по 6.3.4.2, 5 см³ раствора

щавелевокислого аммония по 6.3.4.1 и перемешивают. Образование мелкокристаллического осадка белого цвета, практически нерастворимого в воде, свидетельствует о наличии в пробе кальций-иона.

Способ 2. Петлю из платиновой проволоки, впаянную в стеклянную палочку, нагревают в пламени горелки и быстро вносят в пробу пищевого ацетата кальция, растертого в порошок. Анализируемое вещество, прилипшее к раскаленной проволоке, спекают в пламени горелки, затем на мгновение окунают в концентрированную соляную кислоту. Образующиеся при этом летучие хлористые соединения кальция окрашивают бесцветное пламя в характерный кирпично-красный цвет.

6.4 Тест на ацетат-ион (CH_3CO_2^-)

Способ 1. Метод основан на взаимодействии ацетат-ионов и этилового спирта (группа C_2H_5^-) в присутствии серной кислоты с образованием этилацетата (уксусноэтилового эфира), обнаруживаемого по характерному запаху.

Способ 2. Метод основан на взаимодействии ацетат-ионов и ионов железа (III) с образованием диоксиацетата железа, окрашивающего раствор в ярко-красный цвет.

6.4.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

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

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Стакан В(Н)-1—25(150) ТС (ТХС) по ГОСТ 25336.

Пипетки 1—2—2—1, 1—2—2—2 по ГОСТ 29227.

Пробирка П1(2)-14—120 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—100—1 по ГОСТ 1770.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ Р 51652.

Железа (III) хлорид 6-водный по ГОСТ 4147, 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

Раствор хлорида железа (III) массовой долей 9 % готовят в стакане вместимостью 150 см³ растворением 9,0 г хлорида железа (III) в 91 см³ дистиллированной воды. Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа.

6.4.5 Проведение анализа

Способ 1. Анализируемую пробу массой от 2,0 до 2,5 г помещают в стакан вместимостью 150 см³ и растворяют в 100 см³ дистиллированной воды. К 2 см³ приготовленного раствора, внесенного в стакан вместимостью 25 см³, добавляют 0,5 см³ серной кислоты, 0,5 см³ этилового спирта и нагревают до температуры (70 ± 5) °С. Образование этилацетата, определяемого по характерному запаху, подтверждает присутствие ацетат-ионов в пробе.

Способ 2. Анализируемую пробу массой от 2,0 до 2,5 г помещают в стакан вместимостью 150 см³ и растворяют в 100 см³ дистиллированной воды. К 2 см³ приготовленного раствора, внесенного в стакан вместимостью 25 см³, добавляют 0,5 см³ раствора хлорида железа (III) по 6.4.4. Окрашивание раствора в ярко-красный цвет свидетельствует о наличии в пробе ацетат-ионов.

6.5 Определение массовой доли основного вещества

Метод основан на способности трилона Б (динатриевая соль этилендиамина — N, N, N', N' — тетрауксусной кислоты) образовывать в щелочной среде бесцветное прочное комплексное соединение с ионами кальция. Реакция осуществляется в присутствии индикатора, изменяющего цвет анализируемого раствора при полном связывании Ca^{2+} в комплекс.

6.5.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

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

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Цилиндры 1(3)—10—1, 1(3)—100—1, 1(3)—500—1 по ГОСТ 1770.

Пипетка 2—2—20 по ГОСТ 29169.

Пипетка 1—2—1—5 по ГОСТ 29227.

Стаканы В(Н)-1—50, В(Н)-1—250 по ГОСТ 25336.

Колба 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Бюретка I—1—2—25(50)—0,1 по ГОСТ 29251.

Ступка № 2(3) и пестик № 1 по ГОСТ 9147.

Ареометры общего назначения по ГОСТ 18481.

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

Стандарт-титр трилона Б концентрации $c(1/2 \text{ C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$.

Стандарт-титр магния сернокислого концентрации $c(1/2 \text{ MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, х. ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, х. ч.

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

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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 сернокислого магния молярной концентрации $c(1/2 \text{ MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ готовят из стандарт-титра по прилагаемой инструкции. Срок хранения раствора — один год.

6.5.4.2 Раствор аммиака массовой долей 20 % ($\rho^{20} = 0,923 \text{ г/см}^3$) готовят разбавлением 814,3 см³ раствора аммиака массовой долей 25 % ($\rho^{20} = 0,907 \text{ г/см}^3$), приготовленного по ГОСТ 4517 (пункт 2.5), дистиллированной водой до 1000 см³. Срок хранения раствора в плотно закрытой полиэтиленовой емкости — 6 мес.

6.5.4.3 Приготовление аммиачного буферного раствора

Хлористый аммоний массой 20 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, растворяют в 100 см³ дистиллированной воды и смешивают с 100 см³ раствора аммиака массовой долей 20 % по 6.5.4.2. Смесь количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, объем доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Срок хранения раствора в плотно закрытой полиэтиленовой емкости — 6 мес.

6.5.4.4 Индикаторную смесь готовят, смешивая индикатор эриохром черный Т и хлористый натрий в соотношении по массе (1:100). Смесь растирают в ступке до порошкообразного состояния. Срок хранения смеси в герметически закрытой темной емкости — один год.

6.5.4.5 Приготовление раствора трилона Б молярной концентрации $c(1/2 \text{ C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2 \times \text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$

Трилон Б массой 18,61 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в $(225 \pm 25) \text{ см}^3$ дистиллированной воды, затем раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, объем доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Срок хранения раствора — один год. Коэффициент поправки (K) проверяют один раз в 6 мес.

Коэффициент поправки (K) концентрации раствора трилона Б устанавливают следующим образом: в коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают 20 см³ раствора сернокислого магния по 6.5.4.1, дистиллированной воды от 70 до 100 см³, 10 см³ аммиачного буферного раствора по 6.5.4.3, индикаторную смесь по 6.5.4.4 (на кончике скальпеля) и титруют раствором трилона Б до изменения окраски раствора от красной до устойчивой синей. Значение K находят отношением объемов раствора трилона Б, израсходованного на титрование, и введенного раствора сернокислого магния.

Допускается использование стандарт-титра раствора трилона Б концентрации $c(1/2 \text{ C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$. Готовят раствор по прилагаемой инструкции. Коэффициент поправки (K) раствора трилона Б равен 1.

6.5.5 Проведение анализа

Анализируемую пробу, предварительно высушенную по 6.6, массой от 0,30 до 0,35 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в стакан вместимостью 50 см³, растворяют в $(45 \pm 5) \text{ см}^3$ дистиллированной воды температурой $(65 \pm 5) ^\circ\text{C}$ и количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³. К раствору добавляют 7 см³ аммиачного буферного раствора по 6.5.4.3, 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 до устойчивой синей.

6.5.6 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества X_1 , %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,007909K \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;
 0,007909 — масса безводного ацетата кальция, соответствующая 1 см³ раствора трилона Б молярной концентрации $c(1/2 \text{ C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³, г;
 K — коэффициент поправки раствора трилона Б;
 100 — коэффициент пересчета результата в проценты;
 m — масса пробы по 6.5.5, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{1\text{ср}}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при $P = 95$ %, не превышает предела повторяемости $r = 0,2$ %.

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

Границы абсолютной погрешности метода определения массовой доли основного вещества $\pm 0,3$ % при $P = 95$ %.

6.6 Определение массовой доли потерь при высушивании

Метод основан на способности пищевого ацетата кальция отделять летучие вещества при температуре 155 °С.

6.6.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда

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

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

Шкаф сушильный с максимальной рабочей температурой 200 °С, точностью автоматического регулирования температуры ± 2 °С.

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 Подготовка к анализу

Чистый пустой стаканчик для взвешивания сушат вместе с крышкой в открытом виде при температуре (155 ± 2) °С в сушильном шкафу в течение 30 мин, затем охлаждают в эксикаторе 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.

6.6.5 Проведение анализа

В стаканчике, подготовленном по 6.6.4, взвешивают анализируемую пробу массой 1—2 г с записью результата до третьего десятичного знака. Затем стаканчик с пробой помещают в открытом виде вместе с крышкой в сушильный шкаф и сушат при температуре (155 ± 2) °С в течение 4 ч. После этого стаканчик быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

6.6.6 Обработка результатов

Массовую долю потерь при высушивании пищевого ацетата 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 по 6.6.5 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 определений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{\text{ср}}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при $P = 95$ %, не превышает предела повторяемости $r = 0,3$ %.

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 $\pm 0,5$ % при $P = 95$ %.

6.7 Определение pH водного раствора пищевого ацетата кальция с массовой долей 10 %

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

6.7.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

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

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

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Стаканы В(Н)-1—50, В(Н)-1—250 по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная оплавленная.

Цилиндр 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

Анализируемую пробу массой 10 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 90 см³ дистиллированной воды при температуре (50 ± 5) °C. Затем полученный раствор, охлажденный до (20 ± 2) °C, помещают в стакан вместимостью 50 см³, погружают в него электроды pH-метра и измеряют pH.

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

6.7.5 Обработка результатов

Результаты измерений записывают до второго десятичного знака.

За окончательный результат определения pH принимают среднеарифметическое значение двух параллельных измерений, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при $P = 95$ %, не превышает предела повторяемости $r = 0,1$ ед. pH.

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

Границы абсолютной погрешности метода определения pH раствора пищевого ацетата кальция $\pm 0,1$ ед. pH при $P = 95$ %.

6.8 Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

Метод основан на количественном определении веществ, нерастворимых в водном растворе ацетата кальция определенной концентрации.

6.8.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности не более $\pm 0,00001$ г.

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

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

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

Стакан В(Н)-1—150 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—100—1 по ГОСТ 1770.

Тигель фильтрующий типа ТФ ПОР 16 по ГОСТ 25336.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712.

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 Фильтрующий тигель помещают в сушильный шкаф и высушивают до постоянной массы при температуре $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$. Масса тигля между последними двумя взвешиваниями не должна превышать 0,0002 г.

6.8.4.2 Раствор щавелевокислого аммония массовой долей 4 % готовят по 6.3.4.1.

6.8.5 Проведение анализа

Анализируемую пробу массой 10 г с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака помещают в стакан вместимостью 150 см³ и растворяют в 100 см³ дистиллированной воды при температуре $(65 \pm 5)^\circ\text{C}$. Раствор фильтруют через тигель, подготовленный по 6.8.4.1, нерастворимый остаток на фильтре промывают горячей водой до отрицательной реакции на Ca^{2+} в последних порциях промывной воды (контроль с использованием раствора щавелевокислого аммония по 6.8.4.2), высушивают в сушильном шкафу при температуре $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 2 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. При необходимости режим высушивания повторяют.

Разница между результатами двух последних взвешиваний не должна превышать 0,0002 г.

6.8.6 Обработка результатов

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

$$X_3 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}, \quad (3)$$

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

m_2 — масса сухого фильтрующего тигля, г;

m — масса пробы по 6.8.5, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты.

Вычисления проводят с записью результата до третьего десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{\text{ср}}$, %, округленное до второго десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при $P = 95\%$, не превышает предела повторяемости $r = 0,03\%$.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 95\%$, не превышает предела воспроизводимости $R = 0,05\%$.

Границы абсолютной погрешности метода определения массовой доли нерастворимых в воде веществ $\pm 0,04\%$ при $P = 95\%$.

6.9 Тест на муравьиную кислоту и окисляющиеся примеси

Метод основан на окислении муравьиной кислоты и других окисляющихся примесей бихроматом калия в присутствии серной кислоты и йодистого калия. Йодиды характеризуют процесс окисления с образованием свободного йода, окрашивающего анализируемый раствор в желто-коричневый цвет.

6.9.1 Средства измерений, посуда, реактивы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности не более $\pm 0,001$ г.

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

Цилиндры 1(3)—10—1, 1(3)—50—1 по ГОСТ 1770.

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

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

Колба 1(2)—100—2 по ГОСТ 1770.

Часы песочные на 1 мин или секундомер.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, 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

6.9.4.1 Раствор двуххромовокислого калия молярной концентрации $c(1/6K_2Cr_2O_7) = 0,1$ моль/дм³ готовят по ГОСТ 25794.2.

6.9.4.2 Приготовление раствора йодистого калия концентрацией 16,5 г на 100 см³ раствора

Йодистый калий массой 16,5 г с записью результата взвешивания до второго десятичного знака помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в (55 ± 5) см³ свежeproкипяченной дистиллированной воды, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят раствор дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа.

6.9.5 Проведение анализа

Анализируемую пробу пищевого ацетата кальция массой 1,0 г с записью результата взвешивания до второго десятичного знака помещают в стакан вместимостью 50 см³, растворяют в 5 см³ дистиллированной воды, добавляют 2,5 см³ раствора двуххромовокислого калия по 6.9.4.1, 6 см³ серной кислоты, перемешивают и оставляют в покое на 1 мин. Затем вносят 20 см³ дистиллированной воды, охлажденной до 15 °С, и 1 см³ раствора йодистого калия по 6.9.4.2.

Появление в тот же момент слабого желтого или коричневого окрашивания свидетельствует о присутствии муравьиной кислоты и других окисляющихся примесей не более чем в следовых количествах.

6.10 Тест на альдегиды

Метод основан на дистилляции (отгоне) альдегидов из раствора пищевого ацетата кальция и качественном их определении, основанном на окислительно-восстановительной реакции с окислением альдегидов до кислоты и одновременном восстановлении двухвалентной ртути Hg^{++} до одновалентной Hg^+ . Труднорастворимая хлористая ртуть (Hg_2Cl_2) в кислой среде выпадает в виде белого осадка, дающего мутность анализируемого раствора.

6.10.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности не более $\pm 0,001$ г.

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

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Колба К-1—25(50)—14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХШ-1—100—14/23 ХС или ХПТ-1—100—14/23 ХС по ГОСТ 25336.

Каплеуловитель с отводной трубкой КО-14/23—60 ХС или прямой КП-14/23 ХС по ГОСТ 25336.

Соединительные элементы по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1—10—1, 1—50—1, 1—100—1 по ГОСТ 1770.

Стакан В(Н)-1—100 ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Колбы 2—100—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Ареометры общего назначения по ГОСТ 18481.

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

Универсальная индикаторная бумага.

Ртуть хлорная, ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, 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 Установка для перегонки жидкости под атмосферным давлением, используемая для отгонки альдегидов, состоит из круглодонной дистилляционной колбы, холодильника с каплеуловителем, приемника дистиллята, градуированного по объему, соединительных элементов для обеспечения герметичности компонентов установки. Перегонка осуществляется при нагреве раствора анализируемой пробы.

6.10.4.2 Приготовление раствора хлорной ртути ($HgCl_2$)

Хлорную ртуть массой 6,5 г с записью результата взвешивания до второго десятичного знака помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в (65 ± 5) см³ дистиллированной воды при температуре (50 ± 5) °С, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора в емкости с притертой пробкой в защищенном от света месте — 1 мес.

6.10.4.3 Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 1$ моль/дм³ готовят по ГОСТ 25794.1.

6.10.4.4 Раствор серной кислоты молярной концентрации $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 2$ моль/дм³ готовят по ГОСТ 25794.1 в колбе вместимостью 1000 см³ разбавлением 58,0 см³ серной кислоты плотностью 1,830 г/см³ или 57,2 см³ плотностью 1,835 г/см³ дистиллированной водой до объема 1000 см³ или из стандарт-титра концентрации $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ моль/дм³, переводя количественно содержимое двух ампул в мерную колбу вместимостью 100 см³ и добавляя дистиллированную воду до метки.

6.10.5 Проведение анализа

Анализируемую пробу массой 2,0 г с записью результата взвешивания до второго десятичного знака вносят в дистилляционную колбу установки по 6.10.4.1, добавляют 10 см³ дистиллированной воды для растворения пробы и 2—3 кусочка пористого стекла. Полученный раствор нагревают до кипения и осуществляют отгон альдегидов в приемник дистиллята.

К первым 5 см³ отгона добавляют 10 см³ хлорной ртути по 6.10.4.2 и раствора гидроокиси натрия по 6.10.4.3 до щелочной среды. Раствор оставляют в покое на 5 мин и подкисляют раствором серной кислоты по 6.10.4.4.

Появление слабой мутности раствора свидетельствует о содержании альдегидов в пищевом ацетате кальция не более, чем в следовых количествах.

6.11 Определение токсичных элементов

Метод основан на определении свинца на атомно-абсорбционном спектрофотометре в пламени ацетилен-воздух с настройкой прибора на резонансную (наиболее чувствительную) линию поглощения элемента с длиной волны 283,3 или 217,0 нм.

6.11.1 Отбор проб — по 6.1.

6.11.2 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

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

7 Транспортирование и хранение

7.1 Пищевой ацетат кальция транспортируют всеми видами транспортных средств в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на соответствующих видах транспорта.

7.2 Пищевой ацетат кальция хранят в упаковке изготовителя в сухом прохладном месте в крытых складских помещениях при температуре от минус 20 °С до плюс 35 °С и относительной влажности воздуха не более 70 %.

7.3 Срок годности и условия хранения устанавливает изготовитель.

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

Библиография

- [1] СанПиН 2.3.2.1293—2003 Гигиенические требования по применению пищевых добавок
- [2] СанПиН 2.1.4.1074—2001 Санитарно-эпидемиологические правила и нормативы. Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества

УДК 663.05:006.354

ОКС 67.220.20

Н91

ОКП 91 5423

Ключевые слова: пищевая добавка, кальциевая соль уксусной кислоты (ацетат кальция), показатели качества и безопасности, упаковка, маркировка, правила приемки, методы испытаний, транспортирование и хранение

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 04.12.2012. Подписано в печать 23.01.2013. Формат 60 × 84 $\frac{1}{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,05. Тираж 175 экз. Зак. 67.

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

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.