

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
34097—
2017

Добавки пищевые
ЖЕЛЕЗА ЛАКТАТ E585

Технические условия

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2017

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

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

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 1 июля 2017 г. № 51)

За принятие проголосовали:

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

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 июля 2017 г. № 651-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34097—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2018 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартиформ, 2017

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	5
4 Требования безопасности	5
5 Правила приемки	5
6 Методы контроля	6
6.1 Отбор и подготовка проб	6
6.2 Определение органолептических показателей	7
6.3 Тест на лактат-ионы	8
6.4 Тест на ионы железа (II)	8
6.5 Определение pH водного раствора пищевого лактата железа массовой долей 1 %	9
6.6 Определение массовой доли потерь при высушивании	10
6.7 Определение массовой доли железа (III)	11
6.8 Определение массовой доли основного вещества в пищевом лактате железа	12
6.9 Определение массовой доли сульфатов	14
6.10 Определение массовой доли хлоридов	15
6.11 Определение токсичных элементов	16
7 Транспортирование и хранение	16
Библиография	17

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Добавки пищевые

ЖЕЛЕЗА ЛАКТАТ E585

Технические условия

Food additives. Ferrous lactate E585. Specifications

Дата введения — 2018—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку лактат железа E585 (далее — пищевой лактат железа), предназначенную для применения в пищевой промышленности как фиксатор окраски пищевых продуктов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные 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 12.0.004—2015 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

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

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

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

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

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

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

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

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

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

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 490—2006 Добавки пищевые. Кислота молочная E270. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

Издание официальное

1

- ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
- ГОСТ 2874—82 Вода питьевая. Гигиенические требования и контроль за качеством*
- ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 4108—72 Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия
- ГОСТ 4148—78 Реактивы. Железо (II) сернокислородное 7-водное. Технические условия
- ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4206—75 Реактивы. Калий железосинеродистый. Технические условия
- ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия
- ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
- ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
- ГОСТ 4517—2016 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе
- ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 6825—91 (МЭК 81—84) Лампы люминесцентные трубчатые для общего освещения
- ГОСТ 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия
- ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия
- ГОСТ 11078—78 Натр едкий очищенный. Технические условия
- ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
- ГОСТ 13511—2006 Ящики из гофрированного картона для пищевых продуктов, спичек, табачных изделий и моющих средств. 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 Шпалы. Технические условия
- ГОСТ 19360—74 Мешки-вкладыши пленочные. Общие технические условия
- ГОСТ 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. 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 26927—86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения ртути
- ГОСТ 26930—86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения мышьяка
- ГОСТ 26932—86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения свинца
- ГОСТ 26933—86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения кадмия
- ГОСТ 27068—86 Реактивы. Натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия
- ГОСТ 27752—88 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия
- ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний
- ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
- ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования
- ГОСТ 30090—93 Мешки и мешочные ткани. Общие технические условия
- ГОСТ 30178—96 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения токсичных элементов
- ГОСТ 30538—97 Продукты пищевые. Методика определения токсичных элементов атомно-эмиссионным методом

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 51232—98 «Вода питьевая. Общие требования к организации и методам контроля качества».

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

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

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 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 Пищевая добавка лактат железа E585 представляет собой соль двухвалентного железа и молочной кислоты.

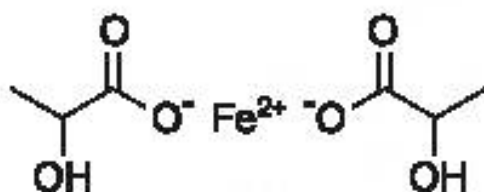
Химическое наименование — железа (II) лактат, 2-гидроксипропионат железа (II).

Формулы:

- эмпирическая:

$C_6H_{10}O_8Fe \cdot xH_2O$, ($x = 2$ для L-формы; $x = 3$ для DL-формы);

- структурная:



Молекулярная масса:

- дигидрата (L-форма) — 270,02 а. е. м;

- тригидрата (DL-форма) — 288,03 а. е. м.

3.1.2 Пищевой лактат железа изготавливают в соответствии с требованиями технических регламентов [1], [2] и настоящего стандарта, применяют в пищевых продуктах в соответствии с требованиями технического регламента [1] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.1.3 Пищевой лактат железа умеренно растворим в дистиллированной воде (для растворения 1 г лактата железа при температуре $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ необходимо 99 мл дистиллированной воды), практически нерастворим в этаноле (для растворения 1 г лактата железа при температуре $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ необходимо более 10000 мл этанола), негигроскопичен.

3.1.4 По органолептическим показателям пищевой лактат железа должен соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 — Органолептические показатели

Наименование показателя	Характеристика показателя
Внешний вид и цвет	Зеленовато-белые кристаллы или светло-зеленый порошок
Запах	Слабый характерный
Вкус	Слабый металлический привкус

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 51766—2001 «Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка».

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

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

Наименование показателя	Норма
Тест на лактат-ионы	Выдерживает испытание
Тест на ионы железа (II)	Выдерживает испытание
pH водного раствора лактата железа массовой долей 1 %, ед. pH	От 5,0 до 6,0 включ.
Массовая доля потерь при высушивании, %, не более	18
Массовая доля железа (III), %, не более	0,6
Массовая доля сульфатов, %, не более	0,1
Массовая доля хлоридов, %, не более	0,1

3.1.6 Массовая доля основного вещества в высушенном пищевом лактате железа должна соответствовать требованиям технического регламента [1] или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

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

3.2 Требования к сырью

3.2.1 Для производства пищевого лактата железа используют следующее сырье:

- кислоту молочную пищевую по ГОСТ 490;
- натр едкий очищенный марки А по ГОСТ 11078;
- сульфат железа по ГОСТ 4148;

- карбонат железа по нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт;

- воду питьевую по ГОСТ 2874.

3.2.2 Допускается применение аналогичного сырья, обеспечивающего получение пищевого лактата железа в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

3.3 Упаковка

3.3.1 Пищевой лактат железа упаковывают в продуктовые мешки из мешочных тканей по ГОСТ 30090, бумажные открытые мешки марок НМ и ПМ по нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт, ящики из гофрированного картона для пищевых продуктов по ГОСТ 13511. Внутрь продуктовых мешков из мешочных тканей, бумажных мешков марки НМ, ящиков из гофрированного картона должны вставляться мешки-вкладыши по ГОСТ 19360 из полиэтиленовой нестабилизированной пленки марки Н толщиной не менее 0,08 мм по ГОСТ 10354.

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

3.3.2 Полимерные 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 упаковки, обеспечивающих сохранность пищевого лактата железа при хранении и транспортировании и изготовленных из материалов, соответствующих требованиям, установленным техническим регламентом [3] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.3.5 Отрицательное отклонение массы нетто от номинальной массы каждой упаковочной единицы должно соответствовать требованиям ГОСТ 8.579 (таблицы А.1 и А.2).

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

3.4 Маркировка

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

3.4.2 Маркировка транспортной упаковки должна соответствовать требованиям, установленным техническим регламентом [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 Требования безопасности

4.1 По степени воздействия на организм человека пищевой лактат железа в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относится к умеренно опасным веществам — третий класс опасности. Он оказывает раздражающее действие на слизистые оболочки глаз и верхних дыхательных путей.

4.2 Пищевой лактат железа пожаро- и взрывобезопасен.

4.3 При работе с пищевым лактатом железа необходимо использовать спецодежду, средства индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.011 и соблюдать правила личной гигиены.

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

4.5 Организация обучения работающих безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

4.6 Помещения, в которых проводят работы с пищевым лактатом железа, и помещения, в которых проводят работы с реактивами, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

4.7 Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.2.007.0.

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

4.9 При работе с пищевым лактатом железа контроль воздуха рабочей зоны должен осуществляться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

5 Правила приемки

5.1 Пищевой лактат железа принимают партиями.

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

5.2 Для проверки соответствия пищевого лактата железа требованиям настоящего стандарта проводят приемо-сдаточные испытания по качеству упаковки, правильности нанесенной маркировки, массе нетто, органолептическим и физико-химическим показателям и периодические испытания по показателям, обеспечивающим безопасность.

5.3 При проведении приемо-сдаточных испытаний применяют одноступенчатый выборочный план при нормальном контроле со специальным уровнем контроля S-4 и пределом приемлемого качества AQL, равным 6,5 по стандарту [5].

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

Таблица 3

Количество 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

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

5.5 Контроль массы нетто пищевого лактата железа 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 железа в каждой упаковочной единице — по 3.3.5.

5.6 Приемка партии пищевого лактата железа по массе нетто, качеству упаковки и правильности нанесенной маркировки упаковочных единиц

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

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

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

5.7 Приемка партии пищевого лактата железа по органолептическим и физико-химическим показателям

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

5.7.2 При получении неудовлетворительных результатов хотя бы по одному из органолептических или физико-химических показателей проводят повторные испытания по этому показателю на удвоенном объеме выборки от этой же партии.

Результаты повторных испытаний являются окончательными и распространяются на всю партию.

При повторном получении неудовлетворительных результатов испытаний партию бракуют.

5.7.3 Органолептические и физико-химические показатели пищевого лактата железа в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты испытаний распространяют только на пищевой лактат железа в этой упаковке.

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

6 Методы контроля

6.1 Отбор и подготовка проб

6.1.1 Для составления суммарной пробы пищевого лактата железа из разных мест каждой упаковочной единицы, отобранной по 5.3, отбирают мгновенные пробы с использованием пробоотборника (щупа), погружая его не менее чем на 3/4 глубины.

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.

6.1.2 Мгновенные пробы помещают в сухую чистую стеклянную или полимерную емкость и тщательно перемешивают.

Рекомендуемая масса суммарной пробы должна быть не менее 500 г.

6.1.3 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, используя деревянные планки со скошенными ребрами, ее ссыпают с двух противоположных сторон на середину так, чтобы образовался валик. Суммарную пробу с концов валика также ссыпают на середину, снова разравнивают в виде квадрата толщиной слоя от 1 до 1,5 см и планкой делят по диагонали на четыре треугольника. Две противоположные части пробы отбрасывают, а две оставшиеся — соединяют, перемешивают и вновь делят на четыре треугольника. Операцию повторяют необходимое число раз, при этом продолжительность процедуры квартования должна быть минимальной.

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

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

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

Рекомендуемый срок хранения пробы при температуре от 18 °С до 25 °С и относительной влажности воздуха от 40 % до 75 % — не более двух лет.

6.1.5 Емкости с пробами снабжают этикетками, на которых указывают:

- полное наименование пищевой добавки и ее Е-номер;
- наименование и местонахождение изготовителя;
- номер партии;
- массу нетто партии;
- число упаковочных единиц в партии;
- дату изготовления;
- дату отбора проб;
- срок хранения пробы;
- фамилии лиц, проводивших отбор данной пробы;
- обозначение настоящего стандарта;
- место отбора проб (цех, участок и т. п.);
- фамилии и должности присутствующих лиц при отборе.

6.2 Определение органолептических показателей

6.2.1 Сущность метода

Метод основан на органолептической оценке внешнего вида, цвета, запаха и вкуса пищевого лактата железа.

6.2.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда и материалы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 высокого (II) класса точности ($e = 0,01$ г) и с пределами допускаемой абсолютной погрешности в эксплуатации $\pm 0,02$ г.

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

Лампы люминесцентные типа ЛД по ГОСТ 6825.

Стакан В (Н)-1-250 ТС (ТХС) по ГОСТ 25336.

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

Цилиндр 1 (3)-100-1 по ГОСТ 1770.

Ложка чайная пластиковая.

Бумага белая.

Пластика стеклянная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, материалов и посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения.

6.2.3 Отбор проб — по 6.1.

6.2.4 Условия проведения анализа

При проведении анализов должны быть соблюдены следующие условия:

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

При работе с реактивами все анализы следует проводить в вытяжном шкафу.

6.2.5 Требования к квалификации оператора

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

6.2.6 Проведение анализа

6.2.6.1 Внешний вид и цвет пищевого лактата железа определяют просмотром анализируемой пробы массой 50,0 г, помещенной на лист белой бумаги или стеклянную пластинку, при рассеянном дневном свете или освещении люминесцентными лампами. Освещенность поверхности рабочего стола должна быть не менее 500 лк.

6.2.6.2 Для определения запаха готовят раствор пищевого лактата железа массовой долей 1 %. Для этого растворяют 1,0 г анализируемой пробы в 99 см³ дистиллированной воды в стакане вместимостью 250 см³. Чистый, без постороннего запаха стаканчик заполняют на 1/2 объема приготовленным раствором. Стаканчик закрывают крышкой и выдерживают в течение 1 ч при температуре воздуха по 6.2.4. Запах определяют органолептически на уровне края стаканчика сразу же после открывания крышки.

6.2.6.3 Для определения вкуса часть раствора, приготовленного по 6.2.6.2, отбирают чайной ложкой и пробуют кончиком языка на вкус.

6.3 Тест на лактат-ионы

6.3.1 Сущность метода

Метод основан на окислении лактатсодержащих соединений марганцовокислым калием в кислой среде с образованием уксусного альдегида, определяемого по характерному запаху.

6.3.2 Средства измерений, вспомогательное устройство, посуда, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 высокого (II) класса точности ($e = 0,01$ г) и с пределами допускаемой абсолютной погрешности в эксплуатации $\pm 0,02$ г.

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Стакан В (Н)-1–100 (250) ТС (ТХС) по ГОСТ 25336.

Пипетка 1–2–1–5 по ГОСТ 29227.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., ч. д. а.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, х. ч., ч. д. а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.3.3 Отбор проб — по 6.1.

6.3.4 Условия проведения анализа — по 6.2.4.

6.3.5 Требования к квалификации оператора — по 6.2.5.

6.3.6 Подготовка к анализу

Раствор марганцовокислого калия массовой долей 1 % готовят растворением в стакане вместимостью 250 см³ 1,0 г марганцовокислого калия в 99 см³ дистиллированной воды.

Раствор хранят в закрытой емкости в условиях по 6.2.4 не более 1 мес.

6.3.7 Проведение анализа

В стакан вместимостью 100 см³ вносят 0,2 г анализируемой пробы пищевого лактата железа, добавляют 10 см³ раствора марганцовокислого калия по 6.3.6 и 2 см³ серной кислоты. Смесь перемешивают и нагревают до температуры от 50 °С до 55 °С.

Запах выделяющегося уксусного альдегида свидетельствует о наличии в пробе лактат-ионов.

6.4 Тест на ионы железа (II)

6.4.1 Сущность метода

Метод основан на качественном определении ионов железа (II) по реакции с феррицианидом калия или по образованию с гидроокисью натрия зеленовато-белого осадка гидроокиси железа (II).

6.4.2 Средства измерений, посуда, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 высокого (II) класса точности ($e = 0,01$ г) и с пределами допускаемой абсолютной погрешности в эксплуатации $\pm 0,02$ г.

Стакан В (Н)-1–50 ТС (ТХС) по ГОСТ 25336.

Пипетка 1–2–1–2 (10) по ГОСТ 29227.

Палочка стеклянная.

Калий железосинеродистый по ГОСТ 4206, х. ч., ч. д. а.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч., ч. д. а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., ч. д. а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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.

6.4.3 Отбор проб — по 6.1.

6.4.4 Условия проведения анализа — по 6.2.4.

6.4.5 Требования к квалификации оператора — по 6.2.5.

6.4.6 Подготовка к анализу

6.4.6.1 Раствор железосинеродистого калия готовят растворением в стакане вместимостью 50 см³ 1,0 г железосинеродистого калия $[\text{K}_2\text{Fe}(\text{CN})_6]$ в 10 см³ дистиллированной воды.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.4.6.2 Раствор гидроксида натрия молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 1$ моль/дм³ (1 н.) готовят по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.2).

Срок хранения раствора в закрытой емкости в условиях по 6.2.4 — не более 6 мес.

6.4.6.3 Раствор соляной кислоты молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 0,5$ моль/дм³ (0,5 н.) готовят по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.1).

Срок хранения раствора в закрытой емкости в условиях по 6.2.4 — не более двух лет.

6.4.7 Проведение анализа

6.4.7.1 **Способ 1.** В стакане вместимостью 50 см³ к 10 см³ раствора пищевого лактата железа по 6.2.6.2 приливают 2 см³ раствора феррицианида калия по 6.4.6.1.

Образование темно-синего осадка, нерастворимого в соляной кислоте по 6.4.6.3 и разлагающегося в растворе гидроксида натрия по 6.4.6.2, свидетельствует о присутствии в растворе ионов железа (II).

6.4.7.2 **Способ 2.** В стакане вместимостью 50 см³ к 10 см³ раствора пищевого лактата железа по 6.2.6.2 приливают 5 см³ раствора гидроксида натрия по 6.4.6.2.

Образование зеленовато-бурого осадка гидроксида железа (II), быстро изменяющего цвет при контакте с кислородом воздуха на зеленый, а затем на коричневый при встряхивании, свидетельствует о присутствии в растворе ионов железа (II).

6.5 Определение pH водного раствора пищевого лактата железа массовой долей 1 %

6.5.1 Сущность метода

Метод основан на прямом измерении активной кислотности в растворе пищевого лактата железа.

6.5.2 Средства измерений, посуда

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

pH-метр диапазоном измерения от 0 до 14 ед. pH с пределом допускаемой абсолютной погрешности измерений $\pm 0,05$ ед. pH.

Стакан В (Н)-1–250 ТС (ТХС) по ГОСТ 25336.

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

6.5.3 Отбор проб — по 6.1.

6.5.4 Условия проведения измерения — по 6.2.4.

6.5.5 Требования к квалификации оператора — по 6.2.5.

6.5.6 Проведение измерения

В стакане вместимостью 250 см³ при температуре 20 °С в соответствии с инструкцией к прибору измеряют pH свежеприготовленного раствора лактата железа по 6.2.6.2.

6.5.7 Обработка результатов

За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\bar{X}_1$ (ед. pH), округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по 6.5.8.1.

6.5.8 Метрологические характеристики метода

6.5.8.1 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при доверительной вероятности $P = 95$ %, не превышает предела повторяемости $r = 0,10$ ед. pH.

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

6.5.8.3 Границы абсолютной погрешности определения pH водного раствора пищевого лактата железа массовой долей 1 % $\Delta_1 = \pm 0,1$ ед. pH при $P = 95$ %.

6.5.9 Оформление результатов

Результат определения pH водного раствора пищевого лактата железа массовой долей 1 % представляют в виде $(\bar{X}_1 \pm \Delta_1)$ ед. pH при $P = 95 \%$.

6.6 Определение массовой доли потерь при высушивании

6.6.1 Сущность метода

Метод основан на гравиметрическом определении разности массы пищевого лактата железа до и после высушивания под вакуумом.

6.6.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы

Весы утвержденного типа, поверенные в установленном порядке, с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,2$ мг.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Насос вакуумный, обеспечивающий остаточное давление не более 7 кПа.

Шкаф сушильный вакуумный, обеспечивающий поддержание температуры сушки от 20 °С до 150 °С с погрешностью ± 2 °С.

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

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

Рукавицы тканевые или держатели для стаканчика.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

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

6.6.3 Отбор проб — по 6.1.

6.6.4 Условия проведения анализа — по 6.2.4.

6.6.5 Требования к квалификации оператора — по 6.2.5.

6.6.6 Подготовка к анализу

Чистый пустой стаканчик для взвешивания вместе с крышкой помещают в вакуумный сушильный шкаф. Затем откачивают воздух и выдерживают при температуре (100 ± 3) °С в течение 1 ч. После этого сбрасывают вакуум, закрывают стаканчик крышкой, охлаждают в эксикаторе над обезвоженным хлористым кальцием от 40 до 60 мин и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака.

Высушивание стаканчика с крышкой повторяют при тех же условиях до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний составит не более 0,001 г.

6.6.7 Проведение анализа

В подготовленный по 6.6.6 стаканчик для взвешивания вносят от 2,5 до 3,0 г пищевого лактата железа. Анализируемую пробу распределяют равномерным слоем и взвешивают стаканчик с крышкой с записью результата до третьего десятичного знака. Открытый стаканчик вместе с крышкой помещают в вакуумный сушильный шкаф. Затем откачивают воздух и выдерживают при температуре (100 ± 3) °С в течение 5 ч. После этого сбрасывают вакуум, закрывают стаканчик крышкой, охлаждают в эксикаторе над обезвоженным хлористым кальцием от 40 до 60 мин и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака.

6.6.8 Обработка результатов

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

$$X_2 = \frac{(m - m_1)100}{m - m_2}, \quad (1)$$

где m — масса стаканчика с анализируемой пробой до высушивания, г;

m_1 — масса стаканчика с анализируемой пробой после высушивания, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m_2 — масса пустого стаканчика после высушивания, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\bar{X}_2$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по 6.6.9.1.

6.6.9 Метрологические характеристики метода

6.6.9.1 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при $P = 95\%$, не превышает предела повторяемости $r = 0,30\%$.

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

6.6.9.3 Границы абсолютной погрешности определений массовой доли потерь при высушивании $\Delta_2 = \pm 0,4\%$ при $P = 95\%$.

6.6.10 Оформление результатов

Результат определения массовой доли потерь при высушивании пищевого лактата железа представляют в виде $(X_2 \pm \Delta_2)\%$ при $P = 95\%$.

6.7 Определение массовой доли железа (III)

6.7.1 Сущность метода

Метод основан на взаимодействии железа (III) с йодистым калием и титровании выделившегося йода серноватистокислым натрием. Диапазон измерений массовой доли железа (III) — от 0 % до 2 %.

6.7.2 Средства измерений, вспомогательное устройство, посуда, реактивы

Весы утвержденного типа, поверенные в установленном порядке, с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,2$ мг.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Бюретка I–1–2–25–0,1 по ГОСТ 29251.

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

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

Колба 2а–250 (1000)–2 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1 (3)–25 (100)–1 по ГОСТ 1770.

Пипетка 1–1–1–1 по ГОСТ 29227.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., ч. д. а.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х. ч., ч. д. а.

Натрий серноватистокислый 5-водный по ГОСТ 27068, х. ч., ч. д. а.

Стандарт-титр (фиксанал) натрий серноватистокислый 5-водный молярной концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, х. ч., ч. д. а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.7.3 Отбор проб — по 6.1.

6.7.4 Условия проведения анализа — по 6.2.4.

6.7.5 Требования к квалификации оператора — по 6.2.5.

6.7.6 Подготовка к анализу

6.7.6.1 Дистиллированную воду, не содержащую кислород, готовят по ГОСТ 4517 (пункт 2.37) и используют свежеприготовленную.

6.7.6.2 Приготовление анализируемого раствора пищевого лактата железа

Предварительно высушенную по 6.6.7 анализируемую пробу пищевого лактата железа массой от 1,9 до 2,3 г, взвешенную с точностью до третьего десятичного знака, помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 100 см³ дистиллированной воды по 6.7.6.1, 25 см³ соляной кислоты и перемешивают до растворения, доводят объем дистиллированной водой до метки.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.7.6.3 Раствор серноватистокислого натрия молярной концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.) готовят по ГОСТ 25794.2 (пункт 2.11) или из стандарт-титра, для этого содержимое одной ампулы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и добавляют дистиллированную воду, не содержащую кислорода, до метки.

Срок хранения раствора в склянке из темного стекла с притертой пробкой в условиях по 6.2.4 — не более 3 мес.

Коэффициент поправки устанавливают по ГОСТ 25794.2 не реже одного раза в 10 сут.

6.7.6.4 Раствора крахмала с массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4517 (пункт 2.90).

Срок хранения раствора в закрытой емкости в условиях по 6.2.4 — не более 1 мес.

6.7.7 Проведение анализа

В коническую колбу с притертой пробкой помещают 50 см³ анализируемого раствора по 6.7.6.2, прибавляют 3,5 г йодистого калия, перемешивают, закрывают колбу пробкой и оставляют стоять в темном месте в течение 10 мин. Затем раствор разбавляют до 100 см³ дистиллированной водой по 6.7.6.1 и титруют выделившийся йод раствором серноватистокислого натрия по 6.7.6.3, прибавляя в конце титрования от 0,5 до 1,0 см³ раствора крахмала по 6.7.6.4 в качестве индикатора. Титруют до обесцвечивания раствора.

Одновременно в таких же условиях титруют контрольный раствор, для этого в коническую колбу с притертой пробкой прибавляют 46 см³ дистиллированной воды по 6.7.6.1, 5 см³ соляной кислоты и 3,5 г йодистого калия, перемешивают, закрывают колбу пробкой и оставляют стоять в темном месте в течение 10 мин. Затем раствор разбавляют до 100 см³ дистиллированной водой по 6.7.6.1 и титруют выделившийся йод раствором серноватистокислого натрия по 6.7.6.3, прибавляя в конце титрования от 0,5 до 1,0 см³ раствора крахмала по 6.7.6.4 в качестве индикатора. Титруют до обесцвечивания раствора.

6.7.8 Обработка результатов

Массовую долю железа (III) в пищевом лактате железа X_3 , %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V - V_1) 0,00558 \cdot 100 \cdot 250}{m 50}, \quad (2)$$

где V — объем раствора серноватистокислого натрия молярной концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³, израсходованный на титрование раствора анализируемой пробы, см³;

V_1 — объем раствора серноватистокислого натрия молярной концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³, израсходованный на титрование контрольного раствора, см³;

0,00558 — количество железа (III), соответствующее 1 см³ раствора серноватистокислого натрия молярной концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³, г/см³;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

250 — объем раствора лактата железа, см³;

m — масса анализируемой пробы по 6.7.6.2, г;

50 — объем раствора лактата железа, взятый на титрование, см³.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\bar{X}_3$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по 6.7.9.1.

6.7.9 Метрологические характеристики метода при массовой доле железа (III) в диапазоне измерений от 0 % до 2 %

6.7.9.1 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при $P = 95$ %, не превышает предела повторяемости $r = 0,15$ %.

6.7.9.2 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 95$ %, не превышает предела воспроизводимости $R = 0,30$ %.

6.7.9.3 Границы абсолютной погрешности определений массовой доли железа (III) $\Delta_3 = \pm 0,2$ % при $P = 95$ %.

6.7.10 Оформление результатов

Результат определения массовой доли железа (III) представляют в виде $(X_3 \pm \Delta_3)$ % при $P = 95$ %.

6.8 Определение массовой доли основного вещества в пищевом лактате железа

6.8.1 Сущность метода

Метод основан на окислении железа (II) в лактате железа до трехвалентного состояния, взаимодействия железа (III) с йодистым калием и титровании выделившегося йода серноватистокислым натрием.

6.8.2 Средства измерений, вспомогательное устройство, посуда, реактивы

Весы утвержденного типа, поверенные в установленном порядке, с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,2$ мг.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Бюретка 1–1–2–25–0,1 по ГОСТ 29251.

Пипетка 1–2–1–2 (10) по ГОСТ 29227.

Пипетка 1–1–1–1 по ГОСТ 29227.

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

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

Колба 2а–1000–2 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1 (3)–25 (100)–1 по ГОСТ 1770.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., ч. д. а.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х. ч., ч. д. а.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч., ч. д. а.

Натрий серноватистокислый 5-водный по ГОСТ 27068, х. ч., ч. д. а.

Стандарт-титр (фиксанал) натрий серноватистокислый 5-водный молярной концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, х. ч., ч. д. а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.8.3 Отбор проб — по 6.1.

6.8.4 Условия проведения анализа — по 6.2.4.

6.8.5 Требования к квалификации оператора — по 6.2.5.

6.8.6 Подготовка к анализу — по 6.7.6.

6.8.7 Проведение анализа

В коническую колбу с притертой пробкой и меткой на 50 см³ помещают 50 см³ анализируемого раствора пищевого лактата железа по 6.7.6.2, прибавляют 2 см³ азотной кислоты и кипятят 20 мин на электроплитке. Затем раствор охлаждают, доводят объем дистиллированной водой по 6.7.6.1 до метки, прибавляют 3,5 г йодистого калия, перемешивают, закрывают колбу пробкой и оставляют стоять в темном месте в течение 10 мин. Затем раствор разбавляют до 100 см³ дистиллированной водой по 6.7.6.1 и титруют выделившийся йод раствором серноватистокислого натрия по 6.7.6.3, прибавляя в конце титрования от 0,5 до 1,0 см³ раствора крахмала по 6.7.6.4 в качестве индикатора. Титруют до обесцвечивания раствора.

Одновременно в таких же условиях титруют контрольный раствор, для этого в коническую колбу с притертой пробкой и меткой на 50 см³ прибавляют 46 см³ дистиллированной воды по 6.7.6.1, 5 см³ соляной кислоты, 2 см³ азотной кислоты и кипятят 20 мин на электроплитке. Затем раствор охлаждают, доводят объем дистиллированной водой по 6.7.6.1 до метки, прибавляют 3,5 г йодистого калия, перемешивают, закрывают колбу пробкой и оставляют стоять в темном месте в течение 10 мин. Затем раствор разбавляют до 100 см³ дистиллированной водой по 6.7.6.1 и титруют выделившийся йод раствором серноватистокислого натрия по 6.7.6.3, прибавляя в конце титрования от 0,5 до 1,0 см³ раствора крахмала по 6.7.6.4 в качестве индикатора. Титруют до обесцвечивания раствора.

6.8.8 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества пищевого лактата железа X_4 , %, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(V - V_1) 0,0234 \cdot 100 \cdot 250}{m 50}, \quad (3)$$

где V — объем раствора серноватистокислого натрия молярной концентрации

$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$, израсходованный на титрование раствора анализируемой пробы, см³;

V_1 — объем раствора серноватистокислого натрия молярной концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$, израсходованный на титрование контрольного раствора, см³;

0,0234 — количество пищевого лактата железа, соответствующее 1 см³ раствора серноватистокислого натрия молярной концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$, г/см³;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

250 — объем раствора лактата железа, см³;

m — масса анализируемой пробы по 6.7.6.2, г;

50 — объем раствора лактата железа, взятый на титрование, см³.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\bar{X}_4$ (%), округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по 6.8.9.1.

6.8.9 Метрологические характеристики метода при массовой доле основного вещества в диапазоне измерений от 80 % до 100 %

6.8.9.1 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при $P = 95 \%$, не превышает предела повторяемости $r = 0,30 \%$.

6.8.9.2 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 95 \%$, не превышает предела воспроизводимости $R = 0,60 \%$.

6.8.9.3 Границы абсолютной погрешности определений массовой доли основного вещества пищевого лактата железа $\Delta_4 = \pm 0,4 \%$ при $P = 95 \%$.

6.8.10 Оформление результатов

Результат определения массовой доли основного вещества пищевого лактата железа представляют в виде $(\bar{X}_4 \pm \Delta_4) \%$ при $P = 95 \%$.

6.9 Определение массовой доли сульфатов

6.9.1 Сущность метода

Метод основан на визуальном сравнении степени помутнения раствора анализируемой пробы и раствора сравнения в результате взаимодействия сульфат-ионов с ионами бария.

6.9.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 специального (I) класса точности ($e = 0,001$ г) и с пределами допускаемой абсолютной погрешности в эксплуатации $\pm 0,001$ г.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Лампы люминесцентные типа ЛД по ГОСТ 6825.

Колба 2а–100 (1000)–2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 1–1–1–2 по ГОСТ 29227.

Пробирка П1–25–200 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (3)–50 (100)–1 по ГОСТ 1770.

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

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., ч. д. а.

Стандарт-титр (фиксанал) для приготовления раствора серной кислоты молярной концентрации $c(1/2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.).

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., ч. д. а.

Бария хлорид 2-водный по ГОСТ 4108, х. ч., ч. д. а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.9.3 Отбор проб — по 6.1.

6.9.4 Условия проведения анализа — по 6.2.4.

6.9.5 Требования к квалификации оператора — по 6.2.5.

6.9.6 Подготовка к анализу

6.9.6.1 Приготовление раствора соляной кислоты массовой долей 10 %.

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 50 см³ дистиллированной воды, затем прибавляют 26,6 см³ соляной кислоты по 6.9.2, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора в закрытой емкости в условиях по 6.2.4 — не более двух лет.

6.9.6.2 Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации $c(1/2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,01$ моль/дм³ (0,01 н.).

Готовят раствор серной кислоты молярной концентрации $c(1/2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.) по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.1) или из стандарт-титра (фиксанала). Затем 100 см³ этого раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и разбавляют дистиллированной водой до метки.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.9.6.3 Раствор хлорида бария с массовой долей 20 % готовят по ГОСТ 4517 (пункт 2.28).

Срок хранения раствора в закрытой емкости в условиях по 6.2.4 — не более 1 мес.

6.9.7 Проведение анализа

В пробирку помещают анализируемую пробу пищевого лактата железа массой 0,50 г, растворяют в 30 см³ дистиллированной воды, прибавляют 1 см³ соляной кислоты по 6.9.6.1 и разбавляют до 50 см³ дистиллированной водой.

В другой пробирке готовят раствор сравнения, соответствующий массовой доле сульфатов 0,1 %. Для этого в пробирку помещают 1 см³ серной кислоты по 6.9.6.2, прибавляют 1 см³ соляной кислоты по 6.9.6.1 и разбавляют до 50 см³ дистиллированной водой (раствор сравнения).

Если раствор, содержащий анализируемую пробу пищевого лактата железа, не чистый, фильтруют оба раствора при одинаковых условиях.

В обе пробирки одновременно прибавляют по 2 см³ раствора хлорида бария по 6.9.6.3, перемешивают и оставляют в покое на 10 мин. Затем визуально сравнивают мутность двух растворов, наблюдая пробирки сбоку и сверху на черном фоне при рассеянном дневном свете или освещении люминесцентными лампами. Проводят два параллельных определения.

Если мутность раствора анализируемой пробы пищевого лактата железа не превышает мутность раствора сравнения, то массовая доля сульфатов в растворе анализируемой пробы не будет превышать 0,1 %.

6.10 Определение массовой доли хлоридов

6.10.1 Сущность метода

Метод основан на визуальном сравнении степени помутнения раствора анализируемой пробы и раствора сравнения в результате взаимодействия ионов хлора и серебра.

6.10.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 специального (I) класса точности ($e = 0,001$ г) и с пределами допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,001$ г.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Лампы люминесцентные типа ЛД по ГОСТ 6825.

Колба 2а–100 (1000)–2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1–1–1–2 (20) по ГОСТ 29227.

Пробирка П1–25–200 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (3)–50 (100)–1 по ГОСТ 1770.

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

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч., ч. д. а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., ч. д. а.

Стандарт-титр (фиксанал) для приготовления раствора соляной кислоты молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х. ч., ч. д. а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.10.3 Отбор проб — по 6.1.

6.10.4 Условия проведения анализа — по 6.2.4.

6.10.5 Требования к квалификации оператора — по 6.2.5.

6.10.6 Подготовка к анализу

6.10.6.1 Приготовление раствора азотной кислоты массовой долей 10 %.

Пипеткой отбирают 60 см³ дистиллированной воды, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, затем прибавляют в мерную колбу отобранные пипеткой 10,5 см³ азотной кислоты по 6.10.2, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора в закрытой емкости в условиях по 6.2.4 — не более двух лет.

6.10.6.2 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 0,01$ моль/дм³ (0,01 н.).

Готовят раствор соляной кислоты молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.) по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.1) или из стандарт-титра (фиксанала). Затем 100 см³ этого раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и разбавляют дистиллированной водой до метки.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.10.6.3 Приготовление раствора азотнокислого серебра с массовой долей 4,2 % (0,25 н.).

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 4,25 г азотнокислого серебра, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора в плотно закрытой стеклянной посуде из темного стекла в защищенном от света месте в условиях по 6.2.4 — не более 6 мес.

6.10.7 Проведение анализа

В пробирку помещают 0,50 г анализируемой пробы пищевого лактата железа, растворяют в 30 см³ дистиллированной воды, прибавляют 6 см³ азотной кислоты по 6.10.6.1 и разбавляют до 50 см³ дистиллированной водой.

В другой пробирке готовят раствор сравнения, соответствующий массовой доле хлоридов 0,1 %. Для этого в пробирку помещают 1,4 см³ соляной кислоты по 6.10.6.2, прибавляют 6 см³ азотной кислоты по 6.10.6.1 и разбавляют до 50 см³ дистиллированной водой.

Если раствор, содержащий анализируемую пробу пищевого лактата железа, не чистый, фильтруют оба раствора при одинаковых условиях.

В обе пробирки одновременно прибавляют по 2 см³ раствора азотнокислого серебра по 6.10.6.3, перемешивают и оставляют в покое на 10 мин. Затем визуально сравнивают мутность двух растворов, наблюдая пробирки сбоку и сверху на черном фоне при рассеянном дневном свете или освещении люминесцентными лампами. Проводят два параллельных определения.

Если мутность раствора анализируемой пробы пищевого лактата железа не превышает мутность раствора сравнения, то массовая доля хлоридов в растворе анализируемой пробы не будет превышать 0,1 %.

6.11 Определение токсичных элементов

6.11.1 Отбор проб — по 6.1.

6.11.2 Условия проведения определения — по 6.2.4.

6.11.3 Требования к квалификации оператора — 6.2.5.

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

6.11.5 Массовую долю свинца определяют по ГОСТ 26932, ГОСТ 30178 или ГОСТ 30538.

6.11.6 Массовую долю ртути определяют по ГОСТ 26927.

6.11.7 Массовую долю кадмия определяют по ГОСТ 26933.

7 Транспортирование и хранение

7.1 Пищевой лактат железа транспортируют в крытых транспортных средствах всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на соответствующих видах транспорта.

7.2 Пищевой лактат железа хранят в упаковке изготовителя в сухих отапливаемых складских помещениях при температуре от 10 °С до 30 °С на деревянных стеллажах или поддонах при относительной влажности воздуха не более 70 %.

7.3 Срок годности пищевого лактата железа устанавливается изготовителем или нормативными документами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

Библиография

- [1] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 029/2012 Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов и технологических вспомогательных средств
- [2] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 021/2011 О безопасности пищевой продукции
- [3] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 005/2011 О безопасности упаковки
- [4] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 022/2011 Пищевая продукция в части ее маркировки
- [5] ИСО 2859-1:1999 Процедуры выборочного контроля по качественным признакам. Часть 1. Планы выборочного контроля с указанием приемлемого уровня качества (AQL) для последовательного контроля партий

БЗ 7—2017/68

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 10.07.2017. Подписано в печать 25.07.2017. Формат 60×84 $\frac{1}{8}$ Гарнитура Ариал.
Усл. печ. п. 2,79. Уч.-изд. п. 2,51. Тираж 28 экз. Зак. 1205.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru