

---

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION  
(ISC)

---

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ

**ГОСТ**  
**33268—**  
**2015**

---

**Добавки пищевые**

**КАЛЬЦИЯ БЕНЗОАТ E213**

**Технические условия**

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2016

## Предисловие

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

### Сведения о стандарте

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

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

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

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

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 июля 2015 г. № 990-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33268—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

### 5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартиформ, 2016

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

## Содержание

1 Область применения . . . . .	1
2 Нормативные ссылки . . . . .	1
3 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 . . . . .	7
6.1 Отбор и подготовка проб . . . . .	7
6.2 Определение органолептических показателей . . . . .	7
6.3 Тест на кальций-ионы . . . . .	8
6.4 Тест на бензоат-ионы . . . . .	9
6.5 Определение массовой доли основного вещества . . . . .	10
6.6 Определение массовой доли потерь при высушивании . . . . .	12
6.7 Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ . . . . .	13
6.8 Определение массовой доли фторидов . . . . .	14
6.9 Определение массовой доли хлорорганических соединений . . . . .	17
6.10 Тест на кислотность и щелочность . . . . .	18
6.11 Тест на легкоокисляемые вещества . . . . .	19
6.12 Определение токсичных элементов . . . . .	20
7 Транспортирование и хранение . . . . .	20
Библиография . . . . .	21

---

**Добавки пищевые****КАЛЬЦИЯ БЕНЗОАТ E213****Технические условия**

Food additives. Calcium benzoate E213. Specifications

Дата введения — 2016—07—01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку бензоат кальция E213, представляющую собой кальциевую соль бензойной кислоты (далее — пищевой бензоат кальция) и предназначенную для использования в пищевой промышленности как консервант пищевых продуктов.

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

**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—90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

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

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

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

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

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

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

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

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

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

## ГОСТ 33268—2015

- ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия  
ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. 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 4145—74 Реактивы. Калий серноокислый. Технические условия  
ГОСТ 4147—74 Реактивы. Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия  
ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия  
ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия  
ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия  
ГОСТ 4463—76 Реактивы. Натрий фтористый. Технические условия  
ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе  
ГОСТ 4530—76 Реактивы. Кальций углекислый. Технические условия  
ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов  
ГОСТ 5712—78 Реактивы. Аммоний щавелевокислый 1-водный. Технические условия  
ГОСТ 6413—77 Кислота бензойная техническая. Технические условия  
ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия  
ГОСТ 6825—91 Лампы люминесцентные трубчатые для общего освещения  
ГОСТ 8253—79 Мел химически осажденный. Технические условия  
ГОСТ 8677—76 Реактивы. Кальция оксид. Технические условия  
ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия  
ГОСТ 9262—77 Реактивы. Кальция гидроокись. Технические условия  
ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия  
ГОСТ 10398—76 Реактивы и особо чистые вещества. Комплексометрический метод определения содержания основного вещества  
ГОСТ 10521—78 Реактивы. Кислота бензойная. Технические условия  
ГОСТ 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'- тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). 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, транспортировка и хранение  
ГОСТ 17308—88 Шпагаты. Технические условия  
ГОСТ 18300—87\* Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия  
ГОСТ 18389—73 Проволока из платины и ее сплавов. Технические условия  
ГОСТ 18995.4—73 Продукты химические органические. Методы определения интервала температуры плавления  
ГОСТ 19360—74 Мешки-вкладыши пленочные. Общие технические условия  
ГОСТ 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия  
ГОСТ 22280—76 Реактивы. Натрий лимоннокислый 5,5-водный. Технические условия  
ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры  
ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования  
ГОСТ 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

ГОСТ 25794.3—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов

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

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

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

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

**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 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 E213 представляет собой кальциевую соль бензойной кислоты.

Химическое название — кальций бензоинокислый.

Формулы:

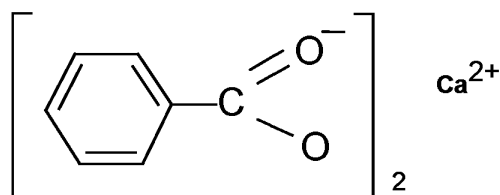
- эмпирическая:

$C_{14}H_{10}CaO_4$  (безводный);

$C_{14}H_{10}CaO_4 \cdot H_2O$  (моногидрат);

$C_{14}H_{10}CaO_4 \cdot 3H_2O$  (тригидрат);

- структурная:



(безводный)

Молекулярная масса — безводный: 282,31 а. е. м.;

моногидрат: 300,32 а. е. м.;

тригидрат: 336,36 а. е. м.

3.1.2 Пищевой бензоат кальция вырабатывают в соответствии с требованиями [1], [2] и настоящего стандарта, применяют в пищевых продуктах в соответствии с требованиями [1] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.1.3 Пищевой бензоат кальция мало (умеренно) растворим в воде (для растворения 1 г вещества при температуре  $(20 \pm 2)$  °С необходимо от 30 до 100 г растворителя).

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

Таблица 1 — Органолептические показатели

Наименование показателя	Характеристика показателя
Внешний вид и цвет	Бесцветные кристаллы или белый кристаллический порошок

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

Таблица 2 — Физико-химические показатели

Наименование показателя	Норма
Тест на кальций-ионы	Выдерживает испытание
Тест на бензоат-ионы	Выдерживает испытание
Массовая доля основного вещества в высушенном бензоате кальция, %, не менее	99,0*
Массовая доля потерь при высушивании, %, не более	17,5
Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,3
Массовая доля фторидов, $\text{млн}^{-1}$ (мг/кг), не более	10
Массовая доля хлорорганических соединений (как хлоридов), %, не более	0,07
Тест на кислотность и щелочность	Выдерживает испытание
Тест на легкоокисляемые вещества	Выдерживает испытание

\*В соответствии с [1] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт

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

### 3.2 Требования к сырью

3.2.1 Для производства пищевого бензоата кальция используют следующее сырье:

- кислоту бензойную по ГОСТ 6413 или ГОСТ 10521;
- кальция гидроксид по ГОСТ 9262;
- кальций углекислый по ГОСТ 4530;
- мел химически осажденный по ГОСТ 8253;
- кальция оксид по ГОСТ 8677.

3.2.2 Допускается применение аналогичного сырья, обеспечивающего получение пищевого бензоата кальция соответствующего требованиям настоящего стандарта и разрешенного к применению в пищевой промышленности на территории государства, принявшего стандарт.

### 3.3 Упаковка

3.3.1 Пищевой бензоат кальция упаковывают в продуктовые мешки из мешочных тканей по ГОСТ 30090, бумажные открытые мешки марки НМ и ПМ по нормативному документу, действующему

на территории государства принявшего стандарт, ящики из гофрированного картона для пищевых продуктов по ГОСТ 13511. Внутри 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 и толщиной не менее 0,08 мм по ГОСТ 10354.

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

3.3.2 Полимерные мешки-вкладыши после их заполнения для обеспечения герметичности упаковки заваривают или завязывают шпагатом из лубяных волокон по ГОСТ 17308 или двуниточным полированным шпагатом по документу, в соответствии с которым он изготовлен.

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

3.3.4 Допускается применение других видов упаковки, обеспечивающих сохранность пищевого бензоата кальция при хранении и транспортировании и изготовленных из материалов, соответствующих требованиям, установленным [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 бензоат кальция, отправляемый в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, упаковывают по ГОСТ 15846.

### 3.4 Маркировка

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

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

## 4 Требования безопасности

4.1 По степени воздействия на организм человека пищевой бензоат кальция в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относится к веществам умеренно опасным — третьему классу опасности. Оказывает раздражающее действие на кожу и слизистые оболочки глаз и верхних дыхательных путей.

4.2 Пищевой бензоат кальция — горючий продукт. Температура воспламенения 400 °С. Температура самовоспламенения аэрозвеси 535 °С. Нижний концентрационный предел распространения пламени 157 г/м<sup>3</sup>. Средство пожаротушения — вода со смачивателями, пена, порошок ПФ.

4.3 При работе с пищевым бензоатом кальция 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 бензоатом кальция, 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 бензоатом кальция контроль воздуха рабочей зоны должен осуществляться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

## 5 Правила приемки

5.1 Пищевой бензоат кальция принимают партиями.

Партией считают количество пищевого бензоата кальция, полученное за один технологический цикл, произведенное одним изготовителем по одному нормативному документу, в одинаковой упаковке,



сопровожаемое товаросопроводительной документацией, обеспечивающей прослеживаемость продукции.

5.2 Для проверки соответствия пищевого бензоата кальция 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, специальном уровне контроля S-4, приемлемом уровне качества AQL, равном 6,5, по [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 маркировки проводят внешним осмотром всех упаковочных единиц, попавших в выборку.

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

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

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

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

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

#### **5.7 Приемка партии пищевого бензоата кальция по органолептическим и физико-химическим показателям**

5.7.1 Для контроля органолептических и физико-химических показателей пищевого бензоата кальция 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 бензоата кальция в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты испытаний распространяют только на пищевой бензоат кальция в этой упаковке.

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

## 6 Методы контроля

### 6.1 Отбор и подготовка проб

6.1.1 Для составления суммарной пробы пищевого бензоата кальция из разных мест каждой упаковочной единицы, отобранной по 5.3, отбирают мгновенные пробы с помощью 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 ее деревянными планками со скошенными ребрами ссыпают с двух противоположных сторон на середину так, чтобы образовался валик. Суммарную пробу с концов валика также ссыпают на середину, снова разравнивают в виде квадрата толщиной слоя от 1 до 1,5 см и планкой делят по диагонали на четыре треугольника. Две противоположные части пробы отбрасывают, а две оставшиеся соединяют, перемешивают и вновь делят на четыре треугольника. 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 бензоата кальция.

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 должны быть указаны:

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

### 6.2 Определение органолептических показателей

Метод основан на органолептической оценке внешнего вида и цвета пищевого бензоата кальция.

#### 6.2.1 Средства измерений, вспомогательные устройства и материалы

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

Лампы люминесцентные типа ЛД по ГОСТ 6825.

Бумага белая.

Пластинка стеклянная.

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

6.2.2 Отбор проб — по 6.1.

#### 6.2.3 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.

#### 6.2.4 Требования к квалификации оператора

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

#### 6.2.5 Проведение анализа

Внешний вид и цвет пищевого бензоата кальция определяют просмотром анализируемой пробы массой 50 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.

### 6.3 Тест на кальций-ионы

Метод основан на качественном определении кальций-ионов по реакции с оксалатом аммония или по окрашиванию пламени в кирпично-красный цвет.

#### 6.3.1 Средства измерений, вспомогательные оборудование и устройства, посуда, материалы и реактивы

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

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Горелка газовая.

Стакан В(Н)-1–250(ТХС) по ГОСТ 25336.

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

Цилиндр 1–100–1 по ГОСТ 1770.

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

Палочка стеклянная.

Проволока из платины по ГОСТ 18389.

Аммоний щавелевокислый 1-водный по ГОСТ 5712, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.3.2 Отбор проб — по 6.1.

6.3.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.3.4 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

#### 6.3.5 Подготовка к анализу

Раствор щавелекислого аммония массовой долей 4 % готовят по ГОСТ 4517 (пункт 2.15).

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

#### 6.3.6 Проведение анализа

6.3.6.1 Способ 1. Анализируемую пробу массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании до температуры от 50 °С до 60 °С в 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Затем 2 см<sup>3</sup> раствора анализируемой пробы помещают в пробирку, добавляют пипеткой 2 см<sup>3</sup> раствора щавелекислого аммония по 6.3.5 и перемешивают. Образование белого мелкокристаллического осадка оксалата кальция подтверждает присутствие в растворе ионов кальция.

6.3.6.2 Способ 2. Платиновую проволоку нагревают в пламени горелки и быстро вносят в анализируемую пробу пищевого бензоата кальция. Затем прилипшие к раскаленной проволоке кристаллы осторожно сплавляют в пламени горелки, опускают в концентрированную соляную кислоту и снова помещают в пламя.

Окрашивание бесцветного пламени в кирпично-красный цвет подтверждает присутствие ионов кальция.

#### 6.4 Тест на бензоат-ионы

Метод основан на качественном определении бензоат-ионов по реакции с хлоридом железа (III) или на разложении бензоата кальция азотной кислотой и идентификации выпадающей в осадок кристаллической бензойной кислоты по температуре плавления.

##### 6.4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда, материалы, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности  $\pm 0,01$  г.

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Стаканы В(Н)-1–50 ТС(ТХС), В(Н)-1–250 ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

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

Пробирка П1(2)-14–150 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1–100–1 по ГОСТ 1770.

Воронка В-75–140 ХС по ГОСТ 25336.

Эксикатор 2–250 по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Железо (III) хлорид 6-водный по ГОСТ 4147, ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.

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 хуже вышеуказанных.

6.4.2 Отбор проб — по 6.1.

6.4.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.4.4 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

##### 6.4.5 Подготовка к анализу

6.4.5.1 Раствор хлорида железа (III) массовой долей 3 % готовят растворением 3,0 г хлорида железа (III) в 97 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.4.5.2 Водный раствор азотной кислоты массовой долей 30 % готовят разбавлением концентрированной азотной кислоты по ГОСТ 4517 (пункт 2.89).

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

##### 6.4.6 Проведение анализа

6.4.6.1 Способ 1. В пробирку пипеткой вносят 2 см<sup>3</sup> раствора анализируемой пробы, приготовленного по 6.3.6.1 и 0,5 см<sup>3</sup> раствора хлорида железа (III) по 6.4.5.1. Образование осадка розовато-желтого цвета подтверждает присутствие в растворе бензоат-ионов.

6.4.6.2 Способ 2. Анализируемую пробу массой 1 г помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании до температуры от 50 °С до 60 °С в 30 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Затем к раствору прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты по 6.4.5.2, перемешивают, выделившиеся белые кристаллы отфильтровывают, промывают дистиллированной водой и высушивают в эксикаторе над серной кислотой в течение 24 ч.

Температуру плавления полученной бензойной кислоты определяют по ГОСТ 18995.4. Нахождение температуры плавления в интервале от 121,5 °С до 123,5 °С подтверждает присутствие бензоат-ионов.

## 6.5 Определение массовой доли основного вещества

Комплексонометрический метод определения массовой доли основного вещества пищевого бензоата кальция основан на образовании в щелочной среде бесцветного малодиссоциированного, растворимого в воде комплексного соединения катиона кальция с этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислотой. При этом кальций реагирует с динатриевой солью этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты (трилон Б) в молярном соотношении (1 : 1).

Метод заключается в титровании пищевого бензоата кальция раствором трилона Б. Конечную точку титрования определяют с помощью индикаторов, представляющих собой органические красители, образующие с катионами кальция менее прочные окрашенные комплексные соединения, в момент полного связывания кальция в более прочный комплекс цвет анализируемого раствора изменяется на цвет раствора свободного индикатора.

Массовую долю основного вещества определяют на высушенной основе анализируемой пробы.

### 6.5.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности  $\pm 0,01$  г.

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

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

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

Колба 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2–250 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1(3)-25-1, 1(3)-50-1, 1(3)–100–1 по ГОСТ 1770.

Бюретка I–1–2–50–0,1 по ГОСТ 29251.

Пипетка 1–2–1–5 по ГОСТ 29227.

Палочка стеклянная.

Ступка 2(3) по ГОСТ 9147.

Пестик 1 по ГОСТ 9147.

Шпатель 1 по ГОСТ 9147.

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

Стандарт-титр (фиксанал) для приготовления раствора трилона Б молярной концентрации  $c(1/2 C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (0,1н).

Мурексид (индикатор).

Калий серноокислый по ГОСТ 4145, ч. д. а.

Нафтоловый зеленый В (кислотный краситель).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.5.2 Отбор проб — по 6.1.

6.5.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.5.4 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

### 6.5.5 Подготовка к анализу

6.5.5.1 Раствор гидроокиси натрия массовой долей 4,3 % готовят растворением 4,3 г гидроокиси натрия в 95,7 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

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

6.5.5.2 Раствор трилона Б (ди-Na-ЭДТА) молярной концентрации  $c(C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O) = 0,05$  моль/дм<sup>3</sup> готовят по ГОСТ 10398 (пункт 3.1.2) или из стандарт-титра (фиксанала) молярной концентрации  $c(1/2 C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>.

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

6.5.5.3 Коэффициент поправки ( $K$ ) раствора трилона Б молярной концентрации  $c$  ( $C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$ ) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup> определяют по ГОСТ 10398 (подпункты 3.1.1 и 3.1.2), проверяют коэффициент поправки один раз в месяц.

Коэффициент поправки ( $K$ ) раствора трилона Б молярной концентрации  $c$  ( $1/2 C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$ ) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup> равен единице ( $K = 1$ ).

6.5.5.4 Раствор красителя нафтолового зеленого массовой долей 0,05 % готовят растворением 0,05 г нафтолового зеленого в 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

Раствор используют свежеприготовленный.

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

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

#### 6.5.6 Проведение анализа

Анализируемую пробу, предварительно высушенную по 6.6.5, массой 0,6 г с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, прибавляют 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и растворяют при нагревании на водяной бане до температуры  $(50 \pm 5)$  °С. Полученный раствор охлаждают до комнатной температуры по 6.2.3 и количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, используют 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Затем к раствору прибавляют из бюретки 30 см<sup>3</sup> раствора трилона Б по 6.5.5.2, 15 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия по 6.5.5.1, 40 мг (на кончике шпателя) индикаторной смеси по 6.5.5.5, 3 см<sup>3</sup> раствора нафтолового зеленого по 6.5.5.4, перемешивают и дотитровывают тем же раствором трилона Б из бюретки до перехода красно-коричневой окраски раствора в синюю.

#### 6.5.7 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества пищевого бензоата кальция  $X_1$ , %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{VK \cdot 0,014116 \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где  $V$  — объем раствора трилона Б молярной концентрации  $c$  ( $C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$ ) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup> [или  $c$  ( $1/2 C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$ ) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$K$  — коэффициент поправки раствора трилона Б молярной концентрации  $c$  ( $C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$ ) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup> [или  $c$  ( $1/2 C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$ ) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], определенный по 6.5.5.3;

0,014116 — масса бензоата кальция, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора трилона Б молярной концентрации  $c$  ( $C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$ ) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup> [или  $c$  ( $1/2 C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$ ) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], г;

$m$  — масса анализируемой пробы по 6.5.6, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений  $\bar{X}_1$ , %, 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  $P = 95$  %, не превышает предела повторяемости  $r = 0,30$  %.

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

6.5.8.3 Границы абсолютной погрешности определений массовой доли основного вещества пищевого бензоата кальция  $\Delta_1 = \pm 0,4$  % при  $P = 95$  %.

#### 6.5.9 Оформление результатов

Результат определения массовой доли основного вещества пищевого бензоата кальция представляют в виде  $(\bar{X}_1 \pm \Delta_1)$  %.

## 6.6 Определение массовой доли потерь при высушивании

Метод основан на способности пищевого бензоата кальция освобождаться от летучих веществ при нагревании до температуры 105 °С.

Массовую долю потерь при высушивании определяют по разности массы пищевого бензоата кальция до и после высушивания.

### 6.6.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности  $\pm 0,001$  г.

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

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

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

Эксикатор 2–250 по ГОСТ 25336.

Стаканчики СН-60/14 или СН-45/13 по ГОСТ 25336.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

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

6.6.2 Отбор проб — по 6.1.

6.6.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.6.4 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

### 6.6.5 Проведение анализа

Чистый пустой стаканчик для взвешивания сушат вместе с крышкой в открытом виде в сушильном шкафу при температуре  $(105 \pm 2)$  °С от 30 до 40 мин. Затем стаканчик закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе с обезвоженным хлористым кальцием 40 мин и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака.

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

Анализируемую пробу пищевого бензоата кальция массой от 1,5 до 2 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака распределяют равномерным слоем по дну осторожным постукиванием стаканчика, помещают в открытом виде вместе с крышкой в сушильный шкаф и сушат при температуре  $(105 \pm 2)$  °С в течение 4 ч. После этого стаканчик быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе 40 мин и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака.

### 6.6.6 Обработка результатов

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

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

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

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

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

$m_2$  — масса сухого стаканчика, г.

Вычисления проводят 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 6.6.7.1.

### 6.6.7 Метрологические характеристики метода

6.6.7.1 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при  $P = 95$  %, не превышает предела повторяемости  $r = 0,50$  %.

6.6.7.2 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при  $P = 95 \%$ , не превышает предела воспроизводимости  $R = 0,80 \%$ .

6.6.7.3 Границы абсолютной погрешности определений массовой доли потерь при высушивании  $\Delta_2 = \pm 0,6 \%$  при  $P = 95 \%$ .

#### 6.6.8 Оформление результатов

Результат определения массовой доли потерь при высушивании пищевого бензоата кальция представляют в виде  $(\bar{X}_2 \pm \Delta_2) \%$ .

### 6.7 Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

Метод заключается в растворении пищевого бензоата кальция в воде, последующем фильтровании, высушивании и взвешивании нерастворимого остатка.

#### 6.7.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

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

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от  $0 \text{ }^\circ\text{C}$  до  $100 \text{ }^\circ\text{C}$ , ценой деления  $1 \text{ }^\circ\text{C}$  по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного режима температуры от  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  до  $200 \text{ }^\circ\text{C}$  с погрешностью  $\pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Насос вакуумный или водоструйный.

Баня водяная.

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336.

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

Цилиндр 1–100–1 по ГОСТ 1770.

Стакан В(Н)-1–150 ТС по ГОСТ 25336.

Стаканчик СВ-34/12 по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная.

Колба 1–250 по ГОСТ 25336.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.7.2 Отбор проб — по 6.1.

6.7.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.7.4 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

#### 6.7.5 Проведение анализа

Чистый фильтрующий тигель сушат 2 ч в сушильном шкафу при температуре  $(105 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C}$ , охлаждают в эксикаторе с обезвоженным хлористым кальцием в течение 60 мин и взвешивают с записью результата до четвертого десятичного знака. Высушивание тигля повторяют при тех же условиях до тех пор, пока расхождение между результатами двух последовательных взвешиваний будет не более  $0,0005$  г.

Анализируемую пробу пищевого бензоата кальция массой  $10$  г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в стакан вместимостью  $150 \text{ см}^3$  и растворяют при нагревании на кипящей водяной бане в  $100 \text{ см}^3$  дистиллированной воды. Горячий раствор фильтруют под вакуумом через высушенный до постоянной массы фильтрующий тигель. Стакан и остаток на фильтре промывают  $50 \text{ см}^3$  дистиллированной воды температурой  $(75 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$ . Фильтрующий тигель сушат в сушильном шкафу при температуре  $(105 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C}$  в течение 2 ч, охлаждают в эксикаторе с обезвоженным хлористым кальцием в течение 60 мин и взвешивают с записью результата до четвертого десятичного знака.



**6.7.6 Обработка результатов**

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

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

где  $m_1$  — масса фильтрующего тигля с остатком нерастворимых веществ после высушивания, г;  
 $m_2$  — масса сухого фильтрующего тигля, г;  
 100 — коэффициент пересчета результата в проценты;  
 $m$  — масса анализируемой пробы по 6.7.5, г.

Вычисления проводят с записью результата до третьего десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений  $\bar{X}_3$ , %, округленное до второго десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по 6.7.7.1.

**6.7.7 Метрологические характеристики метода**

6.7.7.1 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при доверительной вероятности  $P = 95$  %, не превышает предела повторяемости  $r = 0,020$  %.

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

6.7.7.3 Границы абсолютной погрешности метода определения массовой доли нерастворимых в воде веществ  $\Delta_3 = \pm 0,03$  % при  $P = 95$  %.

**6.7.8 Оформление результатов**

Результат определения массовой доли нерастворимых в воде веществ пищевого бензоата кальция представляют в виде  $(\bar{X}_3 \pm \Delta_3)$  %.

**6.8 Определение массовой доли фторидов**

Метод основан на прямом измерении концентрации фтора в растворе пищевого бензоата кальция с использованием фторидного селективного электрода.

**6.8.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и устройства, посуда, материалы и реактивы**

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности  $\pm 0,001$ .

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

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

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

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

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Мешалка магнитная.

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

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

Стаканы пластмассовые вместимостью 100, 150, 500 см<sup>3</sup>.

Емкость полимерная вместимостью 1000 см<sup>3</sup>.

Колбы 2–100–2, 2–1000–2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 2–2–5 по ГОСТ 29169.

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

Палочка стеклянная.

Бумага полулогарифмическая.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463, х. ч.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Натрий лимоннокислый 5,5-водный по ГОСТ 22280, х. ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.8.2 Отбор проб — по 6.1.

6.8.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.8.4 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

### 6.8.5 Подготовка к анализу

6.8.5.1 Фтористый натрий высушивают в сушильном шкафу при температуре  $(200 \pm 5)$  °С в течение 4 ч.

6.8.5.2 Приготовление раствора фтористого натрия, содержащего 1 мг фторида (F<sup>-</sup>) в 1 см<sup>3</sup>

2,210 г фтористого натрия по 6.8.5.1 помещают в пластмассовый химический стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup>, добавляют 200 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Раствор хранят в полимерной емкости плотно закрытой пробкой в условиях по 6.2.3 — не более 6 мес.

6.8.5.3 Приготовление рабочего раствора фтористого натрия, содержащего 5 мкг фторида (F<sup>-</sup>) в 1 см<sup>3</sup>

5 см<sup>3</sup> раствора фтористого натрия по 6.8.5.2, взятого пипеткой с одной отметкой, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленный.

6.8.5.4 Раствор соляной кислоты молярной концентрации  $c(\text{HCl}) = 1$  моль/дм<sup>3</sup> готовят по ГОСТ 25794.1.

Раствор хранят в плотно закрытой посуде в условиях по 6.2.3 — не более 12 мес.

6.8.5.5 Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации  $c(\text{NaOH}) = 1$  моль/дм<sup>3</sup> готовят по ГОСТ 25794.1.

Раствор хранят в плотно закрытой посуде из полиэтилена в условиях по 6.2.3 — не более 12 мес.

6.8.5.6 Приготовление раствора трилона Б молярной концентрации  $c(1/2 \text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,4$  моль/дм<sup>3</sup>

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

Раствор хранят в полимерной емкости в условиях по 6.2.3 — не более 6 мес.

6.8.5.7 Приготовление раствора лимоннокислого натрия молярной концентрации  $c(\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 5,5\text{H}_2\text{O}) = 1$  моль/дм<sup>3</sup>

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

Раствор хранят в полимерной емкости в условиях по 6.2.3 — не более 6 мес.

### 6.8.6 Построение градуировочной характеристики

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

Для построения градуировочной характеристики в шесть пластмассовых химических стаканов вместимостью по 150 см<sup>3</sup> вносят 1, 2, 3, 5, 10 и 15 см<sup>3</sup> свежеприготовленного раствора фтористого натрия по 6.8.5.3, добавляют по 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты по

6.8.5.4, 10 см<sup>3</sup> раствора лимоннокислого натрия по 6.8.5.7, 10 см<sup>3</sup> раствора трилона Б по 6.8.5.6 и перемешивают.

Каждый раствор количественно переносят в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученные растворы содержат соответственно 5, 10, 15, 25, 50 и 75 мкг фторида в 100 см<sup>3</sup>. В пластмассовые стаканы вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят по 50 см<sup>3</sup> каждого приготовленного раствора и измеряют потенциал растворов с использованием рекомендованного фторидселективного электрода.

В ходе измерений растворы постоянно перемешивают, используя магнитную мешалку. Показания милливольтметра регистрируют через 3 мин после погружения электродов. Перед каждым измерением электроды тщательно промывают дистиллированной водой и осторожно высушивают впитывающей влагу бумагой. Измерения проводят при температуре растворов (20 ± 1) °С. Измерения электродного потенциала каждого раствора выполняют не менее трех раз.

На основании полученных результатов строят градуировочную характеристику, откладывая на оси абсцисс с логарифмическими делениями содержание фторид-иона (мкг), введенного с раствором по 6.8.5.3 в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>, а на оси ординат откладывают среднее арифметическое значение трех измерений электродного потенциала в милливольтках.

Градуировочную характеристику необходимо проверять каждый раз перед проведением анализа по двум-трем градуировочным растворам в диапазоне от 5 до 25 мкг фторида.

#### 6.8.7 Проведение анализа

Анализируемую пробу пищевого бензоата кальция массой 2 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака помещают в стакан вместимостью 150 см<sup>3</sup>, добавляют 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и растворяют при нагревании до температуры (50 ± 5) °С. Затем полученный раствор охлаждают, добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора лимоннокислого натрия по 6.8.5.7, 10 см<sup>3</sup> раствора трилона Б по 6.8.5.6 и перемешивают. Определяют значение pH полученного раствора. При отклонении от требуемого значения (5,5 ± 0,1) ед. pH проводят корректировку добавлением раствора соляной кислоты по 6.8.5.4 или раствора гидроокиси натрия по 6.8.5.5.

Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают. В пластмассовый химический стакан помещают 50 см<sup>3</sup> данного раствора и измеряют электродный потенциал, как описано в 6.8.6.

По градуировочной характеристике находят содержание фторида (мкг) в растворе анализируемой пробы пищевого бензоата кальция в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

#### 6.8.8 Обработка результатов

Массовую долю фторида  $X_4$ , млн<sup>-1</sup>(мг/кг), вычисляют по формуле

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

где  $C$  — содержание фторида в растворе анализируемой пробы пищевого бензоата кальция, определенное по градуировочной характеристике (см. 6.8.7), мкг;

$m$  — масса анализируемой пробы по 6.8.7, г.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений  $\bar{X}_4$ , млн<sup>-1</sup>(мг/кг), округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по 6.8.9.1.

#### 6.8.9 Метрологические характеристики метода

6.8.9.1 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при доверительной вероятности  $P = 95\%$ , не превышает предела повторяемости  $r = 0,50$  млн<sup>-1</sup>(мг/кг).

6.8.9.2 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности  $P = 95\%$ , не превышает предела воспроизводимости  $R = 0,70$  млн<sup>-1</sup>(мг/кг).

6.8.9.3 Границы абсолютной погрешности метода определения массовой доли фторида  $\Delta_4 = \pm 0,5$  млн<sup>-1</sup>(мг/кг) при  $P = 95\%$ .

### 6.8.10 Оформление результатов

Результат определения массовой доли фторида в пищевом бензоате кальция представляют в виде  $(X_4 \pm \Delta_4)$  млн<sup>-1</sup> (мг/кг).

### 6.9 Определение массовой доли хлорорганических соединений

Метод основан на взаимодействии хлорид-ионов и ионов серебра с образованием труднорастворимого хлористого серебра, и определении содержания хлорид-ионов по интенсивности опалесценции анализируемого раствора. Метод заключается в разложении бензоата кальция азотной кислотой, отделении осадка бензойной кислоты и хлорорганических соединений, его сухой минерализации с добавлением углекислого кальция для предотвращения потерь образующихся хлоридов, растворении зольного остатка и определении массовой доли хлорорганических соединений, выраженных как хлориды, визуально — нефелометрическим методом.

#### 6.9.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и устройства, посуда, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности  $\pm 0,001$  г.

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

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

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

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.

Колба Кн-1–50 по ГОСТ 25336.

Колба 2–100–2, 2–1000–2 по ГОСТ 1770.

Пробирки градуированные со шлифом и стеклянной пробкой П-2–25–14/23 ХС по ГОСТ 1770.

Воронка В-25–38 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1–10–1, 1–25–1, 1–100–1 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1–2–2–1 по ГОСТ 29227.

Стаканчик СВ-34/12 по ГОСТ 25336.

Стакан В(Н)-1–50 ТХС по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная.

Щипцы тигельные.

Фильтры обеззоленные «синяя лента».

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Серебро азотнокислородное по ГОСТ 1277, х. ч.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530, х. ч.

Стандарт-титр (фиксанал) для приготовления раствора соляной кислоты молярной концентрации  $c(\text{HCl}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>.

Стандарт-титр (фиксанал) для приготовления раствора азотнокислого серебра молярной концентрации  $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.9.2 Отбор проб — по 6.1.

6.9.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.9.4 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

#### 6.9.5 Подготовка к анализу

6.9.5.1 Раствор азотной кислоты готовят разбавлением 105 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты дистиллированной водой до 1000 см<sup>3</sup> в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup>.

Раствор хранят в плотно закрытой стеклянной емкости в условиях по 6.2.3 — не более 12 мес.

6.9.5.2 Раствор азотнокислого серебра молярной концентрации  $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> готовят по ГОСТ 25794.3 (пункт 2.2) или из стандарт-титра, хранят в плотно закрытой стеклянной посуде из темного стекла в защищенном от света месте.

Раствор хранят в условиях по 6.2.3 — не более 6 мес.

6.9.5.3 Раствор соляной кислоты молярной концентрации  $c(\text{HCl}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> готовят по ГОСТ 25794.1 (подпункт 2.1.2) или из стандарт-титра. Рабочий раствор соляной кислоты молярной концентрации  $c(\text{HCl}) = 0,01$  моль/дм<sup>3</sup> готовят разбавлением 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты молярной концентрации  $c(\text{HCl}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> дистиллированной водой до 100 см<sup>3</sup> в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Раствор используют свежеприготовленный.

#### 6.9.6 Проведение анализа

Анализируемую пробу пищевого бензоата кальция массой  $(0,250 \pm 0,001)$  г помещают в коническую колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, растворяют при нагревании до температуры от 50 °С до 60 °С в 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, добавляют пипеткой 0,12 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты и перемешивают. Выделившийся осадок бензойной кислоты и хлорорганических кислот количественно переносят на обеззоленный фильтр «синяя лента», смывая со стенок колбы дистиллированной водой. Осадок на фильтре смешивают стеклянной палочкой с 0,5 г углекислого кальция и ополаскивают палочку дистиллированной водой. Затем фильтр вместе с осадком переносят в фарфоровый тигель, высушивают в сушильном шкафу при температуре  $(105 \pm 2)$  °С, осторожно обугливают на электроплитке до прекращения выделения дыма, помещают в электропечь и озоляют, постепенно поднимая температуру от 250 °С до 500 °С. Минерализацию считают законченной, когда зола станет белой или слегка окрашенной, без обугленных частиц. После охлаждения к зольному остатку осторожно по каплям добавляют 20 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты по 6.9.5.1, перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр. Остаток в тигле, стеклянную палочку и фильтр промывают раствором азотной кислоты по 6.9.5.1. Фильтрат и промывную жидкость собирают в градуированную пробирку из бесцветного стекла вместимостью 25 см<sup>3</sup>. К полученному раствору минерализата прибавляют пипеткой 0,5 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра по 6.9.5.2, доводят объем раствора раствором азотной кислоты по 6.9.5.1 до 25 см<sup>3</sup> и перемешивают.

Одновременно готовят раствор сравнения, для этого в градуированную пробирку из бесцветного стекла вместимостью 25 см<sup>3</sup> вносят 20 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты по 6.9.5.1, 0,5 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра по 6.9.5.2, 0,5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты молярной концентрации  $c(\text{HCl}) = 0,01$  моль/дм<sup>3</sup> по 6.9.5.3, доводят объем раствора сравнения раствором азотной кислоты по 6.9.5.1 до 25 см<sup>3</sup> и перемешивают.

Сравнение интенсивности опалесценции раствора минерализата пробы и раствора сравнения проводят после выдержки в течение 20 мин в темном месте.

Массовая доля хлорорганических соединений, выраженных как хлориды, в анализируемой пробе пищевого бензоата кальция не превышает 0,07 %, если интенсивность опалесценции раствора минерализата пробы не будет интенсивнее опалесценции раствора сравнения.

### 6.10 Тест на кислотность и щелочность

Метод основан на нейтрализации свободной кислоты или свободной щелочи в пищевом бензоате кальция гидроокисью натрия или соляной кислотой в присутствии кислотно-основного индикатора.

#### 6.10.1 Средства измерения, вспомогательные устройства, посуда, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности  $\pm 0,001$  г.

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Колба Кн-1—100 19/26 ТХС по ГОСТ 25336.

Колба 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Бюретка I—1—2—2—0,01 по ГОСТ 29251.

Капельница 2—50 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—50—1 по ГОСТ 1770.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Фенолфталеин (индикатор).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Стандарт-титр (фиксанал) для приготовления раствора соляной кислоты молярной концентрации  $c(\text{HCl}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>.

Стандарт-титр (фиксанал) для приготовления раствора гидроокиси натрия молярной концентрации  $c(\text{NaOH}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>.

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

6.10.2 Отбор проб — по 6.1.

6.10.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.10.4 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

#### **6.10.5 Подготовка к анализу**

6.10.5.1 Дистиллированную воду, не содержащую углекислого газа, готовят по ГОСТ 4517 (пункт 2.38).

6.10.5.2 Раствор соляной кислоты молярной концентрации  $c(\text{HCl}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> готовят по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.1.2) или из стандарт-титра.

Раствор хранят в условиях по 6.2.3 — не более 4 мес.

6.10.5.3 Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации  $c(\text{NaOH}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> готовят по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.2) или из стандарт-титра.

Раствор хранят в плотно закрытой посуде из полиэтилена в условиях по 6.2.3 — не более 1 мес.

6.10.5.4 Спиртовой раствор фенолфталеина массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4919.1 (пункт 39а).

Раствор хранят в условиях по 6.2.3 — не более 12 мес.

#### **6.10.6 Проведение анализа**

Анализируемую пробу массой  $(2,000 \pm 0,001)$  г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют при нагревании до температуры от 50 °С до 60 °С в 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, не содержащей углекислого газа, по 6.10.5.1, добавляют 1—2 капли раствора фенолфталеина по 6.10.5.4 и перемешивают. Если при этом раствор остается бесцветным, его титруют раствором гидроокиси натрия по 6.10.5.3 до появления розовой окраски. Если же раствор окрашен в розовый цвет, то титруют раствором соляной кислоты по 6.10.5.2 до исчезновения розовой окраски.

Объем раствора гидроокиси натрия или объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, не должен превышать 0,5 см<sup>3</sup>.

#### **6.11 Тест на легкоокисляемые вещества**

Метод основан на восстановлении  $\text{Mn(VII)}$  до  $\text{Mn(II)}$  легкоокисляемыми веществами, содержащимися в пищевом бензоате кальция, и заключается в титровании раствора бензоата кальция раствором перманганата калия в кислой среде.

##### **6.11.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы**

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности  $\pm 0,001$  г.

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

Секундомер.

Колба Кн-1—250—24/29 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—100—1 по ГОСТ 1770.

Пипетка 1—1—2—2 по ГОСТ 29227.

Колба 1(2)—1000—2 по ГОСТ 1770.

Бюретка I—1(2)—2—2—0,01 по ГОСТ 29251.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, х. ч.

Стандарт-титр (фиксанал) для приготовления раствора калия марганцовокислого молярной концентрации  $c(1/5\text{KMnO}_4) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.11.2 Отбор проб — по 6.1.

6.11.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.11.4 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

#### **6.11.5 Подготовка к анализу**

Раствор марганцовокислого калия молярной концентрации  $c(1/5\text{KMnO}_4) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> готовят по ГОСТ 25794.2 (пункт 2.8) или из стандарт-титра.

Раствор хранят в посуде из темного стекла в условиях по 6.2.3 — не более 6 мес.

#### **6.11.6 Проведение анализа**

В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, прибавляют пипеткой 1,5 см<sup>3</sup> серной кислоты, перемешивают и нагревают до кипения раствора. Затем к горячему раствору добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия по 6.11.5 до появления не исчезающей в течение 30 с розовой окраски раствора, после чего в раствор вносят анализируемую пробу пищевого бензоата кальция массой  $(1,000 \pm 0,001)$  г, перемешивают до полного растворения пробы и титруют из бюретки раствором марганцовокислого калия по 6.11.5 до появления розовой окраски раствора, не исчезающей в течение 30 с. Температура раствора в конце титрования должна быть не менее 60 °С.

Объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, не должен превышать 0,5 см<sup>3</sup>.

#### **6.12 Определение токсичных элементов**

6.12.1 Отбор проб — по 6.1.

6.12.2 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.12.3 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

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

6.12.5 Массовую долю мышьяка определяют по ГОСТ 26930.

6.12.6 Массовую долю ртути определяют по ГОСТ 26927.

### **7 Транспортирование и хранение**

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

7.2 Пищевой бензоат кальция хранят в упаковке изготовителя в сухих отопляемых 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 бензоата кальция устанавливает изготовитель.

**Библиография**

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





Редактор *А.Э. Попова*  
Корректор *Ю.М. Прокофьева*  
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60×84<sup>1</sup>/<sub>8</sub>. Гарнитура Ариал.  
Усл. печ. л. 2,79. Тираж 40 экз. Зак. 3819.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

---

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»,  
123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)