ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53969— 2010

СОЛИ ЛИМОННОЙ КИСЛОТЫ (ЦИТРАТЫ) ПИЩЕВЫЕ

Метод определения массовой доли влаги

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

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

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 ноября 2010 г. № 537-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2019 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2011, 2019

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СОЛИ ЛИМОННОЙ КИСЛОТЫ (ЦИТРАТЫ) ПИЩЕВЫЕ

Метод определения массовой доли влаги

Food salts of citric acid (citrates). Method for determination of moisture mass fraction

Дата введения — 2012—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевые добавки — соли лимонной кислоты (Е331 — цитраты натрия, Е332 — цитраты калия, Е333 — цитраты кальция, Е345 — цитрат магния) (далее по тексту — цитраты) и устанавливает метод определения массовой доли влаги, основанный на высушивании анализируемой пробы цитрата при температуре от 105 °С до 180 °С (диапазон измеряемых массовых долей влаги в пищевых цитратах от 0,1 % до 40,0 %).

Требования к показателю массовой доли влаги, определяемой по настоящему стандарту, устанавливаются в нормативных документах на конкретные пищевые добавки Е331, Е332, Е333, Е345.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 450 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 10354 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 14961 Нитки льняные и льняные с химическими волокнами. Технические условия

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

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

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Отбор и подготовка проб

3.1 Пробы цитрата отбирают в защищенном от пыли и влаги месте и предохраняют от случайного загрязнения.

3.2 Щуп для отбора проб должен быть чистым и сухим.

Издание официальное

3.3 Массовую долю влаги в цитрате определяют на основании анализа суммарной пробы.

3.4 Для составления суммарной пробы из разных мест каждой отобранной для проведения анализа упаковочной единицы отбирают мгновенные пробы с помощью пробоотборника (щупа), погружая его не менее чем на 3/4 глубины.

Масса мгновенной пробы должна быть не более 50 г.

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

3.5 Мгновенные пробы помещают в чистую сухую стеклянную или полиэтиленовую емкость и тщательно перемешивают.

Масса суммарной пробы должна быть не менее 200 г.

3.6 Если масса суммарной пробы значительно превышает 200 г, ее сокращают методом 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, чтобы образовался валик. Суммарную пробу с концов валика также ссыпают на середину, снова разравнивают в виде квадрата толщиной слоя около 1 см и делят планкой по диагонали на четыре треугольника. Две противоположных части пробы отбрасывают, а две оставшиеся соединяют, перемешивают и вновь делят на четыре треугольника. Процедуру повторяют до тех пор, пока масса суммарной пробы не достигнет 200 г.

Продолжительность процедуры квартования должна быть минимальной.

3.7 Суммарную пробу по 3.6 делят на две равные части и помещают в чистые сухие плотно закрывающиеся банки или полиэтиленовые пакеты из «пищевой» пленки по ГОСТ 10354. Пакеты заваривают или завязывают нитками по ГОСТ 14961.

Одну часть суммарной пробы опечатывают, пломбируют и оставляют для повторного анализа в случае возникновения разногласий в оценке величины массовой доли влаги в цитрате. Эту часть суммарной пробы сохраняют до окончания установленного срока хранения цитрата. Вторую часть пробы направляют в лабораторию для проведения анализа.

3.8 Емкости с пробами снабжают этикетками с указанием следующей информации:

- полного наименования цитрата и его Е номера*;
- наименования и местонахождения изготовителя;
- номера партии;
- массы нетто партии;
- числа упаковочных единиц в партии;
- даты изготовления;
- даты отбора проб;
- срока хранения;
- фамилии лиц, проводивших отбор данной пробы;
- обозначения нормативного или технического документа на цитрат.

4 Определение массовой доли влаги в цитратах

4.1 Сущность метода

Метод основан на гравиметрическом определении потерь кристаллизационной и гигроскопической влаги при высушивании пищевых цитратов до постоянной массы.

4.2 Условия проведения анализа

При подготовке и проведении анализа должны быть соблюдены следующие условия:

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

Помещение, в котором проводят анализ, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

4.3 Средства измерений, оборудование, вспомогательные устройства, посуда, реактивы

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

---

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

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима от 20 °С до 200 °С с погрешностью ±2 °С.

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Эксикатор 2—250 по ГОСТ 25336.

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

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

Рукавицы тканевые или держатели для стаканчика.

4.4 Подготовка к анализу

Открытый стеклянный стаканчик вместе с крышкой помещают в сушильный шкаф, нагретый до температуры, необходимой для высушивания цитрата в соответствии с требованиями таблицы 1. Выдерживают в течение 0,5 ч. Затем стаканчик закрывают крышкой, помещают в эксикатор, на 1/3 заполненный обезвоженным хлористым кальцием, охлаждают до температуры, не превышающей более чем на 3 °С температуру окружающего воздуха (см. 4.2), и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака.

Таблица 1

Номер и наименование пищевой добавки	Температура сушки, °С
Е331 (i) цитрат натрия 1-замещенный	105
Е331 (ii) цитрат натрия 2-замещенный	115
Е331 (iii) цитрат натрия 3-замещенный	180
Е332 (i) цитрат калия 1-замещенный	105
Е332 (ii) цитрат калия 3-замещенный	180
Е333 (i) цитрат кальция 1-замещенный	105
Е333 (iii) цитрат кальция 3-замещенный	150
Е345 цитрат магния 3-замещенный	150

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

4.5 Проведение анализа

В подготовленный к анализу стаканчик вносят 2-3 г цитрата, стаканчик закрывают крышкой и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака.

Анализируемую пробу распределяют равномерным слоем постукиванием по стаканчику и сушат в открытом стаканчике вместе с крышкой в течение 4 ч при температуре, указанной в таблице 1.

После этого стаканчик с высушенной анализируемой пробой быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе над обезвоженным хлористым кальцием до температуры, не превышающей более чем на 3 °С температуру окружающего воздуха (см. 4.2), и взвешивают с записью результата взвешивания до третьего знака после запятой.

Высушивание стаканчика с анализируемой пробой повторяют с продолжительностью сушки от 1 до 2 ч до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний составит не более 0,001 г.

4.6 Обработка результатов

4.6.1 Массовую долю влаги X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_2 - m_3)100}{m}, \quad (1)$$

где m_2 — масса стаканчика с крышкой и анализируемой пробой до высушивания, г;

m_3 — масса стаканчика с крышкой и анализируемой пробой после высушивания, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m — масса анализируемой пробы, г, определяют по формуле

$$m = m_2 - m_1, \quad (2)$$

где m_1 — масса сухого стаканчика с крышкой, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

4.6.2 За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных измерений массовой доли влаги $X_{ср}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости при P = 95 %

$$\frac{|X_1 - X_2|}{X_{ср}} 100 \le r, \quad (3)$$

где X_1, X_2 — соответственно максимальное и минимальное значения массовой доли влаги в пищевом цитрате, %;

$X_{ср}$ — среднеарифметическое значение двух определений массовой доли влаги в пищевом цитрате, %;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

r — значение предела повторяемости (сходимости), %, приведено в таблице 2.

Таблица 2

Диапазон измерения массовой доли влаги, %	Предел повторяемости r, % отн. при P = 95 %	Предел воспроизводимости R, % отн. при P = 95 %	Показатель точности ± δ, % при P = 95 %
0,1—40,0	5,0	7,5	5,0

Контроль сходимости результатов проводят при сравнении результатов двух измерений массовой доли влаги в одной и той же пробе цитрата, выполненных одним и тем же исполнителем на одном и том же оборудовании.

4.6.3 Результат определения представляют в виде

$$X_{ср} \pm 0{,}01\delta X_{ср} \text{ при } P = 95 \%, \quad (4)$$

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух измерений, признанных приемлемыми (4.6.2), %;

δ — границы относительной погрешности измерений (показатель точности), % (см. таблицу 2).

4.6.4 Расхождение между результатами двух определений массовой доли влаги, выполненными в условиях воспроизводимости, не должно превышать предела воспроизводимости при P = 95 %

$$\frac{|X_{1_1} - X_{1_2}|}{X_{ср}} 100 \le R, \quad (5)$$

где X_{1_1} и X_{1_2} — результаты определений, выполненных в двух разных лабораториях, %;

$X_{ср}$ — среднеарифметическое значение двух результатов определения массовой доли влаги в пищевом цитрате, выполненных в двух разных лабораториях, %;

R — значение предела воспроизводимости, %, приведено в таблице 2.

Показатели точности и прецизионности метода определения массовой доли влаги в пищевых цитратах приведены в таблице 2.

УДК 663.05:006.354 ОКС 67.220.20

Ключевые слова: пищевые добавки, соли лимонной кислоты, цитраты натрия, калия, кальция и магния, метод определения массовой доли влаги, проведение анализа, обработка результатов

Редактор *О.В. Рябиничева*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 27.11.2019 Подписано в печать 10.12.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,58.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru