ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55229— 2012

Добавки пищевые

КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ОБЩЕГО ФОСФОРА В СЫРЬЕ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА ЛИМОННОЙ КИСЛОТЫ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт 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 27 ноября 2012 г. № 1256-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, 2013, 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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Колориметрический метод определения фосфора 2
3.1 Сущность метода 2
3.2 Требования безопасности 2
3.3 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы, реактивы 3
3.4 Отбор проб 3
3.5 Условия проведения анализа 3
3.6 Определение массовой доли фосфора с использованием пиросернистокислого калия и амидола (способ 1) 4
3.7 Определение массовой доли фосфора с использованием сернистокислого натрия и гидрохинона (способ 2) 5
3.8 Обработка результатов анализа 6

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Добавки пищевые

КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ОБЩЕГО ФОСФОРА В СЫРЬЕ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА ЛИМОННОЙ КИСЛОТЫ

Food additives. Colorimetric method for total phosphorus mass content determination in raw materials for citric acid production

Дата введения — 2014—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на сырье для производства лимонной кислоты микробиологическим способом (меласса, гидролизаты крахмала, гидролизаты зерновой муки, сгущенный сок сорго, кристаллический сахар, сахар-сырец) (далее — сырье) и устанавливает колориметрический метод определения массовой доли общего фосфора с использованием пиросернистокислого калия и амидола или сернистокислого натрия и гидрохинона (диапазон измеряемых массовых долей фосфора от 0,01 % до 1,00 %).

Требования к показателю массовой доли фосфора, определяемому по настоящему стандарту, устанавливаются в нормативных документах на конкретное сырье.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.0.004 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

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

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

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

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

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

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

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

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

ГОСТ 195 Реактивы. Натрий сернистокислый. Технические условия

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

Издание официальное

ГОСТ 3765 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 4198 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

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

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 19627 Гидрохинон (парадиоксибензол). Технические условия

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

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

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

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

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

ГОСТ Р 52304[1)] Меласса свекловичная. Технические условия

ГОСТ Р 52672[2)] Гидролизаты крахмала. Общие технические условия

ГОСТ Р 54640[3)] Сахар. Правила приемки и методы отбора проб

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 Колориметрический метод определения фосфора

3.1 Сущность метода

Метод основан на способности фосфат-ионов в кислой среде образовывать с молибденовокислым аммонием дающее при восстановлении пиросернистокислым калием и амидолом (способ 1) или сернистокислым натрием и гидрохиноном (способ 2) комплексное соединение синего цвета, по интенсивности которого оценивают оптическую плотность относительно раствора сравнения, в качестве которого используют дистиллированную воду.

3.2 Требования безопасности

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

3.2.2 Помещение, где проводят работы с реактивами, должно быть оснащено приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

3.2.3 Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.2.007.0 и по ГОСТ 12.1.019.

[1)] Действует ГОСТ 30561—2017.

[2)] Действует ГОСТ 32034—2013.

[3)] Действует ГОСТ 12569—2016.

3.2.4 Организация обучения работающих безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

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

3.2.6 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

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

Весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом абсолютной допускаемой погрешности ± 0,01 г.

Весы со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,03 мг, и с погрешностью от нелинейности не более ± 0,06 мг.

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

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр со светофильтрами с максимумом пропускания при длине волны (750 ± 10) нм с погрешностью не более ± 1,0 % и кюветами с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры от 20 °С до 200 °С с погрешностью ± 2 °С.

Баня водяная.

Эксикатор 2–250 по ГОСТ 25336.

Тигель фильтрующий ТФ-10-ПОР 16 по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные 1—100—1, 1—500—1 по ГОСТ 1770.

Стаканы В(Н)-1—100, В(Н)-1—150, В(Н)-1—250 ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Колбы 2—10—2, 2—100—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Колба Кьельдаля 2-250—29 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 2-2-1—0,5, 2-2-1—1, 2-2-1—5, 2-2-1—10 по ГОСТ 29227.

Воронка В-56—80 ХС по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, ч. д. а.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, х. ч.

Гидрохинон по ГОСТ 19627.

Амидол, х. ч., массовая доля основного вещества не менее 95,5 %.

Калий пиросернистокислый, ч. д. а, массовая доля основного вещества не менее 96,0 %.

Кислота азотная концентрированная по ГОСТ 4461, х. ч.

Кислота серная плотностью 1,83 г/см^3 по ГОСТ 4204, х. ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч.

Натрий сернистокислый по ГОСТ 195, х. ч.

Фенолфталеин (индикатор).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.4 Отбор проб

Отбор проб:

- мелассы — по ГОСТ Р 52304;
- гидролизатов крахмала, гидролизатов зерновой муки, сгущенного сока сорго — по ГОСТ Р 52672;
- кристаллического сахара (сахарного песка), сахара-сырца — по ГОСТ Р 54640.

3.5 Условия проведения анализа

При подготовке и проведении анализа должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . от 20 °С до 25 °С;
- относительная влажность . . . . . от 40 % до 90 %;
- напряжение в электросети . . . . . 220 В;
- частота тока в электросети . . . . . от 49 до 51 Гц.

Все операции с реактивами следует проводить в вытяжном шкафу.

3.6 Определение массовой доли фосфора с использованием пиросернистокислого калия и амидола (способ 1)

3.6.1 Подготовка к анализу

3.6.1.1 Растворы серной кислоты молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3 и молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1.

Срок хранения растворов в стеклянном сосуде при температуре (20 ± 1) °С — не более 6 мес.

3.6.1.2 Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 5 моль/дм^3

Гидроокись натрия массой 20,0 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды. Объем раствора в колбе доводят до метки.

Срок хранения раствора в стеклянном сосуде при температуре (25 ± 1) °С — не более 6 мес.

3.6.1.3 Раствор фенолфталеина с массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4919.1.

Срок хранения раствора в стеклянном сосуде при температуре (25 ± 1) °С — не более 12 мес.

3.6.1.4 Приготовление основного раствора фосфорнокислого однозамещенного калия

Проводят перекристаллизацию фосфорнокислого однозамещенного калия. 5,0 г фосфорнокислого однозамещенного калия помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды. Раствор доводят до кипения. Затем горячий раствор фильтруют через фильтрующий тигель в чистый стакан вместимостью 250 см^3 и охлаждают на водяной бане при температуре (20 ± 5) °С, перемешивая до образования кристаллов. Образовавшийся кристаллический осадок отделяют с помощью фильтрующего тигля. Фильтрующий тигель с осадком помещают в сушильный шкаф, нагретый до температуры (60 ± 2) °С, и выдерживают в течение 48 ч. После этого тигель с осадком перекристаллизованного фосфорнокислого однозамещенного калия помещают в эксикатор и хранят при температуре (20 ± 5) °С не более 2 мес.

0,439 г перекристаллизованного фосфорнокислого однозамещенного калия помещают в колбу вместимостью 1000 см^3. Затем добавляют 20 см^3 раствора серной кислоты молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3 по 3.6.1.1 и 100 см^3 дистиллированной воды. После растворения содержимое колбы доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. 1 см^3 основного раствора калия фосфорнокислого содержит 0,0001 г (0,1 мг) фосфора.

Срок хранения раствора в стеклянном сосуде при температуре (25 ± 1) °С — не более 10 дней.

3.6.1.5 Приготовление раствора молибденовокислого аммония с массовой долей 2,5 %

2,5 г молибденовокислого аммония помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и добавляют при перемешивании 40 см^3 дистиллирован-ной воды. В стакан вместимостью 100 см^3 помещают 26 см^3 дистиллированной воды и 15 см^3 раствора серной кислоты молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = = 1 моль/дм^3 по 3.6.1.1. После перемешивания раствор количественно переносят к раствору молибденовокислого аммония, доводят объем до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора в стеклянном сосуде при температуре (25 ± 1) °С — не более 10 дней.

3.6.1.6 Приготовление раствора амидола с пиросернистокислым калием

0,2000 г амидола помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и растворяют в дистиллированной воде. Добавляют 10,0 г пиросернистокислого калия. Для растворения пиросернистокислого калия раствор подогревают до температуры от 40 °С до 50 °С и после охлаждения до температуры (25 ± 1) °С содержимое колбы доводят до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора в стеклянном сосуде при температуре (25 ± 1) °С — не более 10 дней.

3.6.1.7 Приготовление смеси азотной и серной кислот

В термостойкий стакан вместимостью 250 см^3 вносят 100 см^3 концентрированной азотной кислоты. Стакан помещают в охлажденную воду и осторожно при перемешивании приливают 100 см^3 серной кислоты плотностью 1,83 г/см^3.

Срок хранения раствора в стеклянном сосуде при температуре (25 ± 1) °С — не более 12 мес.

3.6.1.8 Построение градуировочного графика

а) Для построения градуировочного графика 10 см^3 основного раствора фосфорнокислого однозамещенного калия по 3.6.1.4 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объем до метки дистиллированной водой. В шесть мерных колб вместимостью 10 см^3 помещают полученный раствор в объеме 1, 2, 3, 4, 5 и 6 см^3, содержащем соответственно 0,00001, 0,00002, 0,00003, 0,00004, 0,00005 и 0,00006 г фосфора. К содержимому каждой колбы добавляют одну-две капли раствора фенолфталеина по 3.6.1.3, раствор гидроокиси натрия по 3.6.1.2 (по каплям) до появления розового окрашивания, затем раствор серной кислоты молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 1 моль/дм^3 по 3.6.1.1 (по каплям) до исчезновения розового окрашивания.

б) После этого в каждую колбу добавляют по 1,6 см^3 раствора молибденовокислого аммония по 3.6.1.5 и 0,5 см^3 раствора амидола по 3.6.1.6, доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Оптическую плотность измеряют через 30 мин при длине волны 750 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм, используя в качестве раствора сравнения дистиллированную воду. По средним результатам двух параллельных определений строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс значения массы фосфора в граммах, по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности.

Градуировочный график периодически (один раз в 10 дней) уточняют по трем основным точкам.

3.6.2 Проведение анализа

От 3 до 5 г анализируемой пробы сырья, с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака, помещают в колбу Кьельдаля вместимостью 250 см^3, добавляют 4 см^3 смеси азотной и серной кислот по 3.6.1.7 и выдерживают при комнатной температуре в течение (11 ± 1) ч. После этого проводят сжигание пробы, нагревая колбу на электроплитке и добавляя по 2 см^3 нитрующей смеси до полного обесцвечивания пробы. После сжигания содержимое колбы Кьельдаля количественно переносят в термостойкий стакан вместимостью 250 см^3, при этом объем добавленной воды должен быть в два раза больше объема раствора в колбе. Стакан с жидкостью кипятят на электроплитке в течение 15 мин для удаления паров двуокиси азота (не допуская полного выпаривания жидкости). После этого содержимое стакана количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Раствор в колбе охлаждают до температуры (20 ± 1) °С и доводят объем до метки дистиллированной водой (раствор А).

2 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 10 см^3, добавляют одну-две капли раствора фенолфталеина с массовой долей 1 % по 3.6.1.3, затем по каплям до появления розового окрашивания добавляют раствор гидроокиси натрия по 3.6.1.2. После этого добавляют по каплям до обесцвечивания раствор серной кислоты молярной концентрацией c (1/2 H_2SO_4) = 1 моль/дм^3 по 3.6.1.1.

К содержимому приливают 1,6 см^3 раствора молибденовокислого аммония по 3.6.1.5 и 0,5 см^3 раствора амидола по 3.6.1.6. Раствор тщательно перемешивают, объем доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают (раствор Б).

Оптическую плотность раствора Б определяют через 30 мин на фотоэлектроколориметре при тех же условиях, при которых строился градуировочный график (см. 3.6.1.8). По значению оптической плотности по градуировочному графику определяют количество комплексного соединения с фосфором в растворе Б.

В случае необходимости объем раствора А, добавляемый в колбу вместимостью 10 см^3, может быть увеличен или уменьшен.

3.7 Определение массовой доли фосфора с использованием сернистокислого натрия и гидрохинона (способ 2)

3.7.1 Подготовка к анализу

3.7.1.1 Раствор серной кислоты молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1.

Срок хранения раствора в стеклянном сосуде при температуре (25 ± 1) °С — не более 6 мес.

3.7.1.2 Приготовление и хранение раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH)= = 5 моль/дм^3 проводят по 3.6.1.2.

3.7.1.3 Раствор фенолфталеина с массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4919.1.

Срок хранения раствора в стеклянном сосуде при температуре (25 ± 1) °С — не более 12 мес.

3.7.1.4 Приготовление и хранение основного раствора калия фосфорнокислого однозамещенного проводят по 3.6.1.4.

3.7.1.5 Приготовление раствора молибденовокислого аммония с массовой долей 5 %

5,0 г молибденовокислого аммония помещают в колбу вместимостью 100 см^3 и добавляют при перемешивании 40 см^3 дистиллированной воды. В колбу вместимостью 100 см^3 помещают 26 см^3 дистиллированной воды и 15 см^3 раствора серной кислоты молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = = 1 моль/дм^3 по 3.7.1.1 и перемешивают. Затем раствор приливают к раствору молибденовокислого аммония и перемешивают.

Срок хранения раствора в стеклянном сосуде при температуре (25 ± 1) °С не более 10 дней.

3.7.1.6 Приготовление раствора гидрохинона с массовой долей 1 %

1,0000 г гидрохинона помещают в стакан вместимостью 150 см^3, добавляют 50 см^3 дистиллированной воды и одну-две капли серной кислоты плотностью 1,83 г/см^3. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора в стеклянном сосуде при температуре (25 ± 1) °С — не более 10 дней.

3.7.1.7 Приготовление раствора сернистокислого натрия с массовой долей 20 %

20,0 г сернистокислого натрия помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, добавляют 50 $см^3$ дистиллированной воды и перемешивают. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора в стеклянном сосуде при температуре (25 ± 1) °С — не более 6 мес.

3.7.1.8 Построение градуировочного графика

Приготовление растворов фосфорнокислого однозамещенного калия из основного раствора для построения градуировочного графика проводят по 3.6.1.8, а). Затем в каждую колбу добавляют по 1 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония по 3.7.1.5, 0,5 $см^3$ раствора гидрохинона по 3.7.1.6 и 0,5 $см^3$ раствора сернистокислого натрия по 3.7.1.7. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Оптическую плотность измеряют через 20 мин при длине волны 750 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм, используя в качестве раствора сравнения дистиллированную воду. По средним результатам двух параллельных определений строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс значения массы фосфора в граммах, по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности.

Градуировочный график периодически (один раз в 10 дней) уточняют по трем основным точкам.

3.7.2 Проведение анализа

Обработку от 3 до 5 г анализируемой пробы сырья с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака смесью азотной и серной кислот проводят по 3.6.1.7, приготовление раствора А проводят по 3.6.2.

1, 2 или 3 $см^3$ раствора А (в зависимости от содержания фосфора в сырье) помещают в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$, добавляют одну-две капли раствора фенолфталеина, раствор гидроокиси натрия по 3.7.1.2 — до появления розового окрашивания. После этого к содержимому колбы добавляют раствор серной кислоты молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 1 моль/$дм^3$ до исчезновения окраски содержимого колбы.

После охлаждения до температуры (20,0 ± 0,5) °С в колбу добавляют 1 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония по 3.7.1.5, 0,5 $см^3$ раствора гидрохинона по 3.7.1.6 и 0,5 $см^3$ раствора сернистокислого натрия по 3.7.1.7. Содержимое колбы перемешивают и доводят дистиллированной водой до метки (раствор Б). Через 20 мин в растворе Б измеряют оптическую плотность раствора на фотоколориметре при условиях построения градуировочного графика. По значению оптической плотности по градуировочному графику определяют массу фосфора в анализируемой пробе (растворе Б).

3.8 Обработка результатов анализа

Массовую долю фосфора в анализируемой пробе сырья X, %, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{P100}{V\,m}100 = \frac{10000P}{V\,m}, \qquad (1)$$

где P — масса фосфора в анализируемой пробе (растворе Б), определенная по градуировочному графику, г;

100 — общий объем раствора А, $см^3$;

V — объем раствора А, помещенный в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$, $см^3$;

m — масса анализируемой пробы сырья по 3.6.2 или 3.7.2, г;

10000 — коэффициент пересчета в %.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $X_{ср}$, %, округленное до второго десятичного знака, если выполняются условия приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 20 % отн. (для значения массовой доли фосфора в интервале от 0,01 % до 0,10 %) и r = 10 % отн. (для значения массовой доли фосфора в интервале от 0,10 % до 1,00 %).

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 25 % отн. (для значения массовой доли фосфора в интервале от 0,01 % до 0,10 %) и R = 15 % отн. (для значения массовой доли фосфора в интервале от 0,10 % до 1,00 %).

Границы относительной погрешности определений массовой доли фосфора ± 20 % (для значения массовой доли фосфора в интервале от 0,01 % до 0,10 %) и ± 10 % (для значения массовой доли фосфора в интервале от 0,10 % до 1,00 %) при P = 95 %.

УДК 663.05:006.354 ОКС 67.220.20

Ключевые слова: пищевые добавки, сырье для производства лимонной кислоты микробиологическим способом, колориметрический метод определения массовой доли общего фосфора с использованием амидола, гидрохинона, проведение анализа, обработка результатов

Редактор *Е.И. Мосур*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 05.11.2019. Подписано в печать 25.11.2019. Формат 60×84¼. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00.

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