ГОСТ 31227—2004

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НАТРИЙ ЛИМОННОКИСЛЫЙ ТРЕХЗАМЕЩЕННЫЙ 5,5-ВОДНЫЙ ПИЩЕВОЙ (ЦИТРАТ НАТРИЯ)

Технические условия

Издание официальное

БЗ 10—2002/211

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным учреждением Всероссийский научно-исследовательский институт пищевых ароматизаторов, кислот и красителей Российской академии сельскохозяйственных наук (ГУ ВНИИПАКК) и Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 154

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 25 от 26 мая 2004 г., по переписке)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	Азстандарт
Армения	Армстандарт
Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	Грузстандарт
Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	Кыргызстандарт
Молдова	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	Узстандарт
Украина	Госпотребстандарт Украины

3 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17 ноября 2004 г. № 77-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31227—2004 введен в действие непосредственно в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2006 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2004

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

к ГОСТ 31227—2004 Натрий лимоннокислый трехзамещенный 5,5-водный пищевой (цитрат натрия). Технические условия

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 7.6.1. Восьмой абзац	с ценой деления шкалы ± 1 °С	с ценой деления шкалы 1 °С

(ИУС № 4 2007 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НАТРИЙ ЛИМОННОКИСЛЫЙ ТРЕХЗАМЕЩЕННЫЙ 5,5-ВОДНЫЙ ПИЩЕВОЙ (ЦИТРАТ НАТРИЯ)

Технические условия

Food 5,5-aqueous tri-sodium citrate.
Specifications

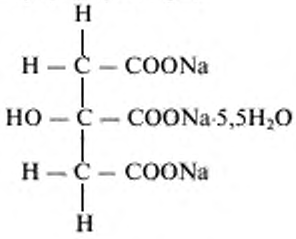
Дата введения 2006—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на трехзамещенный 5,5-водный пищевой лимоннокислый натрий (далее — лимоннокислый натрий), предназначенный для применения в пищевой промышленности при производстве пищевых продуктов в качестве пищевой добавки Е 331 (iii).

Формулы: эмпирическая $Na_3C_6H_5O_7 \cdot 5,5H_2O$;

структурная



Относительная молекулярная масса — 357,16.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 908—2004 Кислота лимонная моногидрат, пищевая. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2226—88 (ИСО 6590-1—83, ИСО 7023—83) Мешки бумажные. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3159—76 Кальций уксуснокислый 1-водный. Технические условия

ГОСТ 3885—73 Реактивы и особо чистые вещества. Правила приемки, отбор проб, фасовка, упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5815—77 Ангидрид уксусный. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6825—91 (МЭК 81—84) Лампы люминесцентные трубчатые для общего освещения

ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 10671.5—74 Реактивы. Методы определения примеси сульфатов

ГОСТ 10671.7—74 Реактивы. Методы определения примеси хлоридов

ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 14961—91 Нитки льняные и льняные с химическими волокнами. Технические условия

ГОСТ 15846—2002 Продукция, отправляемая в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 17308—88 Шпагаты. Технические условия

ГОСТ 18389—73 Проволока из платины и ее сплавов. Технические условия

ГОСТ 19360—74 Мешки-вкладыши пленочные. Общие технические условия

ГОСТ 20298—74 Смолы ионообменные. Катиониты. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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 26929—94 Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов

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

ГОСТ 26932—86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения свинца

ГОСТ 27067—86 Аммоний роданистый. Технические условия

ГОСТ 27752—88 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 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 29329—92 Весы для статистического взвешивания. Общие технические требования

ГОСТ 30090—93 Мешки и мешочные ткани. Общие технические условия

3 Технические требования

3.1 Характеристики

3.1.1 Лимоннокислый натрий должен вырабатываться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологической инструкции, утвержденной в установленном порядке, с соблюдением санитарных норм и правил, утвержденных органами Госсанэпиднадзора государств — участников Соглашения.

3.1.2 По органолептическим показателям лимоннокислый натрий должен соответствовать характеристикам, указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Органолептические показатели

Наименование показателя	Характеристика
Внешний вид, цвет	Кристаллический порошок белого цвета. Допускается желтоватый оттенок
Вкус, запах	Солоноватый, без постороннего запаха

3.1.3 По физико-химическим показателям лимоннокислый натрий должен соответствовать нормам, указанным в таблице 2.

Таблица 2 — Физико-химические показатели

Наименование показателя	Норма
Идентификация цитрата натрия	Выдерживает анализ
Массовая доля лимоннокислого натрия ($Na_3C_6H_5O_7 \cdot 5,5H_2O$), %, не менее	99,0
Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,01
Массовая доля сульфатов, %, не более	0,03
Массовая доля хлоридов, %, не более	0,05
pH раствора лимоннокислого натрия с массовой долей 5 %	От 7,5 до 9,0 включ.
Проба на оксалаты с уксуснокислым кальцием	Выдерживает анализ
Массовая доля влаги, %, не более	30,0

3.1.4 Содержание токсичных элементов в лимоннокислом натрии не должно превышать допустимые уровни, указанные в таблице 3.

Таблица 3 — Допустимые уровни содержания токсичных элементов

Наименование токсичного элемента	Содержание токсичного элемента, мг/кг, не более
Мышьяк	1,0
Свинец	5,0

3.2 Требования к сырью и материалам

3.2.1 В производстве лимоннокислого натрия используют лимонную пищевую кислоту по ГОСТ 908 или очищенные ее растворы и гидроокись натрия по ГОСТ 4328.

3.2.2 Сырье и материалы импортного производства должны соответствовать требованиям нормативных документов фирм-поставщиков (производителей) и быть разрешенными к применению в пищевой промышленности органами Госсанэпиднадзора государств — участников Соглашения для продукции конкретного вида.

3.3 Маркировка

3.3.1 Транспортная маркировка упакованного лимоннокислого натрия должна соответствовать требованиям ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционного знака «Беречь от влаги».

3.3.2 Транспортная маркировка должна содержать:

- наименование предприятия-изготовителя, его адрес;
- товарный знак (при наличии);
- полное наименование, код продукта (при наличии);
- дату выпуска;
- номер партии;
- массу нетто;
- массу брутто;
- срок и условия хранения;
- обозначение настоящего стандарта.

3.4 Упаковка

3.4.1 Лимоннокислый натрий выпускают только в упакованном виде.

3.4.1.1 Лимоннокислый натрий упаковывают массой нетто до 25 кг в мешки-вкладыши по ГОСТ 19360 из «пищевой» полиэтиленовой пленки нестабилизированной, марки Н толщиной не менее 0,08 мм по ГОСТ 10354.

3.4.1.2 Отрицательное отклонение массы нетто от номинальной массы каждой упаковочной единицы должно быть не более 1,0 %.

3.4.1.3 Полиэтиленовые мешки-вкладыши после их заполнения лимоннокислым натрием за-

варивают сваркой или завязывают увязочным шпагатом из лубяных волокон по ГОСТ 17308 или двухниточным полированным шпагатом по действующей нормативной документации (НД).

3.4.2 Транспортная тара

3.4.2.1 Мешки-вкладыши с лимоннокислым натрием упаковывают в мешки из льно-джуто-кенафных или полульняных тканей по ГОСТ 30090, полиэфирных волокон по НД, в бумажные непропитанные открытые трехслойные мешки по ГОСТ 2226.

3.4.2.2 Допускается использование других вспомогательных упаковочных средств, обеспечивающих сохранность продукции и целостность тары при транспортировании.

3.4.2.3 Верхние швы тканевых и бумажных мешков должны быть зашиты машинным способом льняными нитками по ГОСТ 14961.

3.4.2.4 Лимоннокислый натрий, отправляемый в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, упаковывают по ГОСТ 15846.

4 Требования безопасности

4.1 Лимоннокислый натрий не горюч, не взрывоопасен и не токсичен.

4.2 По степени воздействия на организм человека лимоннокислый натрий относят к веществам умеренно опасным — третьему классу опасности в соответствии с ГОСТ 12.1.007.

4.3 При длительном воздействии лимоннокислый натрий в виде пыли оказывает раздражающее действие на кожу, а при вдыхании — раздражает верхние дыхательные пути.

4.4 При работе с лимоннокислым натрием применяют средства индивидуальной защиты (респиратор, защитные очки, халат, косынку или колпак, резиновые перчатки) согласно НД, а также соблюдают правила личной гигиены.

4.5 При попадании на кожу лимоннокислого натрия его смывают водой, при попадании в глаза — промывают большим количеством воды.

5 Требования охраны окружающей среды

5.1 При производстве лимоннокислого натрия не должно быть сточных вод.

5.2 Концентрация продукта в воздухе рабочей зоны не должна превышать допустимой, равной 5 мг/м^3.

5.3 Контроль воздуха рабочей зоны определяют по методикам, утвержденным в установленном порядке, с периодичностью, определенной требованиями ГОСТ 12.1.005 и согласованной с органами Госсанэпиднадзора государств — участников Соглашения.

6 Правила приемки

6.1 Лимоннокислый натрий принимают партиями.

Партией считают любое количество однородного по показателям лимоннокислого натрия, полученного из одного технологического цикла, одной даты изготовления, в однородной фасовке и упаковке, оформленное одним удостоверением качества и безопасности.

6.2 В удостоверении качества и безопасности указывают:

- наименование и адрес предприятия-изготовителя;
- наименование продукта;
- номер партии;
- дату изготовления;
- массу нетто;
- массу брутто;
- срок и условия хранения;
- показатели качества по НД и фактические;
- обозначение настоящего стандарта.

6.3 Каждую партию подвергают наружному осмотру, при котором определяют сохранность упаковки и правильность маркировки. Для контроля сохранности упаковки и маркировки транспортной тары на соответствие требованиям настоящего стандарта от партии отбирают выборку в объеме, указанном в таблице 4. Для контроля применяют одноступенчатый выборочный план при нормальном контроле и специальном уровне контроля S-1 по [1] при приемлемом уровне качества AQL = 6,5. Отбор единиц транспортной тары проводят методом случайного выбора.

6.4 Партию принимают, если число единиц транспортной тары в выборке, не отвечающих требованиям к упаковке и маркировке, меньше или равно приемочному числу (таблица 4).

Таблица 4 — Объем выборки и показатели контроля качества упаковки и маркировки транспортной тары

Число мешков в партии, шт.	Число контролируемых мешков, шт.	Приемочное число	Браковочное число
До 50 включ.	2	0	1
От 51 » 500 »	3	0	1
Св. 500	5	1	2

6.5 Партию не принимают, если число единиц транспортной тары в выборке, не отвечающих требованиям к упаковке и маркировке, больше или равно браковочному числу, и проводят повторный контроль на удвоенном числе контролируемых единиц транспортной тары в выборке.

6.6 При неудовлетворительном результате повторного контроля качества упаковки и маркировки транспортной тары всю партию лимоннокислого натрия бракуют.

6.7 Качество лимоннокислого натрия в поврежденной транспортной таре из принятой партии проверяют отдельно и результаты испытаний распространяют только на продукцию в этой таре. Отобранные единицы транспортной тары присоединяют к общей партии.

6.8 Для контроля внешнего вида, органолептических показателей, физико-химических показателей и токсичных элементов в лимоннокислом натрии отбирают объединенную пробу от каждой партии лимоннокислого натрия.

6.8.1 Объем выборки от партии лимоннокислого натрия в транспортной таре, указанный в таблице 4, используют для контроля массы нетто в каждой упаковке.

6.9 При получении неудовлетворительных результатов органолептических, физико-химических испытаний или результатов проверки массы нетто партию бракуют.

7 Методы контроля

7.1 Отбор проб лимоннокислого натрия

7.1.1 Для составления объединенной пробы лимоннокислого натрия из разных мест каждой единицы упаковки в выборке отбирают точечные пробы с помощью пробоотборника (щупа) или металлической трубки, изготовленных из материала, не реагирующего с продуктом, погружая их не менее чем на $^3/_4$ глубины. Масса точечной пробы должна быть около 200 г.

При составлении объединенной пробы лимоннокислого натрия число точечных проб от каждой единицы транспортной тары, включенной в выборку, должно быть одинаковым. Точечные пробы соединяют вместе в сухой чистой склянке и тщательно перемешивают.

Масса объединенной пробы должна быть не менее 500 г.

7.1.2 Объединенную пробу используют для определения внешнего вида, органолептических и физико-химических показателей, содержания токсичных элементов в лимоннокислом натрии.

7.2 Подготовка проб

7.2.1 Для подготовки объединенной пробы к испытаниям в лаборатории освобождают продукт от упаковки и тщательно перемешивают.

7.2.2 Если масса объединенной пробы более 500 г, ее уменьшают методом квартования. Для этого объединенную пробу высыпают на чистый стол и разравнивают тонким слоем в виде квадрата. Затем продукт деревянными планками со скошенными ребрами ссыпают с двух противоположных сторон на середину так, чтобы образовался валик. Продукт с концов валика также ссыпают на середину стола и образец снова разравнивают слоем от 1,0 до 1,5 см в виде квадрата 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 до тех пор, пока масса объединенной пробы не достигнет 500 г.

7.2.3 Подготовленную объединенную пробу делят на две части и помещают в чистые, сухие плотно закрывающиеся банки, одну из которых опечатывают, пломбируют и оставляют для повторных испытаний в случае возникновения разногласий в оценке качества лимоннокислого натрия. Эту часть объединенной пробы сохраняют до окончания срока реализации.

Вторую часть объединенной пробы используют для определения внешнего вида, органолепти-

ческих и физико-химических показателей, содержания токсичных элементов в лимоннокислом натрии.

7.2.4 Отобранные пробы снабжают этикетками с указанием:

- наименования продукта;
- наименования предприятия-изготовителя;
- номера и массы нетто партии;
- даты изготовления продукта;
- числа мест;
- даты и места отбора проб;
- фамилий лиц, отобравших пробу;
- обозначения настоящего стандарта.

7.2.5 Подготовка проб для определения токсичных элементов — по ГОСТ 26929.

7.3 Определение органолептических показателей

7.3.1 Средства измерения, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,001 г.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Палочка стеклянная.

Мензурка 500 по ГОСТ 1770.

Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильник по ГОСТ 27752.

Термометр по ГОСТ 28498 с диапазоном измерения от 0 °С до 50 °С, с ценой деления 0,5 °С.

Бумага белая.

Стакан В(Н)-1(2)-100 по ГОСТ 25336.

Банка стеклянная с притертой пробкой Б-1 по ГОСТ 3885.

Ложка чайная металлическая.

7.3.2 Внешний вид, цвет лимоннокислого натрия определяют просмотром навески объединенной пробы массой 50 г (взвешивают с точностью до второго десятичного знака), помещенной на лист белой бумаги или на стеклянную пластинку при рассеянном дневном свете или освещении люминесцентными лампами типа ЛД по ГОСТ 6825. Освещенность поверхности рабочего стола должна быть не менее 500 лк.

7.3.3 Для определения запаха лимоннокислого натрия отмеряют мензуркой 500 $см^3$ воды и готовят раствор с массовой долей 2 %. Чистую, без постороннего запаха стеклянную банку с притертой пробкой заполняют на $^3/_4$ объема приготовленным раствором.

7.3.3.1 Банку закрывают пробкой и выдерживают в течение 1 ч при температуре (20 ± 2) °С.

7.3.3.2 Запах определяют органолептически на уровне края банки сразу же после открывания пробки.

7.3.3.3 При наличии постороннего запаха испытание на вкус не проводят.

7.3.4 Для определения вкуса часть раствора, приготовленного по 7.3.3, отбирают чайной ложкой, пробуют кончиком языка на вкус, не проглатывая.

Лимоннокислый натрий считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если внешний вид, цвет, вкус, запах соответствуют требованиям, установленным в таблице 1.

7.4 Идентификация цитрата натрия

Идентификация основана на качественных методах определения цитрат-ионов и ионов натрия.

7.4.1 Средства измерения, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,001 г.

Секундомер 2-го класса точности с емкостью шкалы счетчика 30 мин, с ценой деления 0,20 с, погрешностью ± 0,60 с.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Пипетки 2-2-1-5(10) по ГОСТ 29227.

Стакан В (Н)-1-400 по ГОСТ 25336.

Пробирки П2-21-70 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)-100 по ГОСТ 1770.

Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильник по ГОСТ 27752.

Кальция хлорид по ГОСТ 450, раствор с массовой долей 5 %.

Бромтимоловый синий (индикатор) с массовой долей 0,1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:5.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 5 %.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, разбавленная 1:5.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815.

Уранилацетат цинка, раствор с массовой долей 5 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Палочка стеклянная.

Проволока платиновая по ГОСТ 18389.

7.4.2 Тест на цитраты

Способ 1. Навеску массой (1,0 ± 0,1) г лимоннокислого натрия растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды. К 5 $см^3$ раствора пробы добавляют пипеткой 1 $см^3$ хлорида кальция, три капли бромтимола синего и 1 $см^3$ разбавленной соляной кислоты. Добавляют гидроокись натрия, пока цвет не изменится до чисто голубого, затем кипятят раствор 3 мин, аккуратно перемешивая в течение всего периода нагревания. При кипячении образуется белый кристаллический осадок, нерастворимый в гидроокиси натрия, но растворимый в уксусной и соляной кислотах.

Способ 2. К 5 $см^3$ раствора, приготовленного по способу 1, добавляют пипеткой 0,5 $см^3$ уксусного ангидрида и нагревают, через (30 ± 10) мин раствор окрашивается в красный цвет.

Наличие белого кристаллического осадка (способ 1) и окрашивание в красный цвет (способ 2) подтверждает присутствие в растворе цитрат-ионов.

7.4.3 Тест на натрий

Способ 1. К 5 $см^3$ раствора, приготовленного по 7.4.2, добавляют пипеткой (1,5 ± 0,5) $см^3$ разведенной уксусной кислоты, если необходимо, фильтруют, затем добавляют пипеткой 1 $см^3$ раствора уранилацетата цинка. Через несколько минут образуется желтый кристаллический осадок.

Способ 2. Кристаллы лимоннокислого натрия, смоченные соляной кислотой, при внесении на платиновой проволоке в бесцветное пламя окрашивают пламя в желтый цвет.

Образование желтого кристаллического осадка (способ 1) и окрашивание бесцветного пламени в желтый цвет (способ 2) подтверждает присутствие в растворе ионов натрия.

Положительные результаты идентификационных тестов на присутствие цитрат-ионов и ионов натрия подтверждают, что цитрат натрия соответствует требованиям настоящего стандарта, указанным в таблице 2.

7.5 Определение массовой доли 5,5-водного лимоннокислого натрия методом кислотно-основного титрования

Метод основан на нейтрализации лимонной кислоты раствором гидроокиси натрия в присутствии фенолфталеина.

7.5.1 Средства измерения, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,001 г.

Секундомер 2-го класса точности с емкостью шкалы счетчика 30 мин, с ценой деления 0,20 с, погрешностью ± 0,60 с.

Бюретка 1-1-2-50-0,1 по ГОСТ 29251.

Колба 2-250-2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2-500-34 по ГОСТ 25336.

Пипетка 2-2-25 по ГОСТ 29169.

Цилиндр 1(3)-250 по ГОСТ 1770.

Стакан В(Н)-1-400 по ГОСТ 25336.

Сито с размером ячеек 0,3 мм и сито с размером ячеек 1,5 м.

Баня водяная.

Колонка стеклянная (с притертым краном) диаметром (19 ± 1) мм и рабочей высотой не менее 150 мм с расширением в верхней части. В качестве опорного слоя для катионита служит стеклянная пластинка с мелкими отверстиями; допускается применять стеклянную вату.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор с массовой долей 25 %.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислого газа (CO_2); готовят по ГОСТ 4517.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:2.

Катионит марки КУ-2-8 по ГОСТ 20298.

Метиловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей 0,1 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Спирт этиловый ректификованный по [2].

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

7.5.2 Подготовка к анализу

Катионит отсеивают от пыли и крупных частиц. Для анализа применяют фракции размером от 0,3 до 1,5 мм. Для удаления загрязнений и минеральных примесей и перевода в H-форму катионит помещают в стакан, несколько раз обрабатывают раствором соляной кислоты, нагретым на водяной бане до (55 ± 5) °С. После чего катионит загружают в колонку до высоты столба от 100 до 150 мм и продолжают отмывать нагретым раствором соляной кислоты до отрицательной реакции на ион железа (проба с раствором роданистого аммония), затем дистиллированной водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому (до изменения окрашивания от красного до желтого).

В слое катионита не должно быть воздуха.

Катионит хранят в колонке под слоем воды или отсасывают на воронке Бюхнера и хранят в банке с притертой пробкой.

7.5.3 Проведение анализа

В мерную колбу вместимостью 250 см^3 помещают навеску лимоннокислого натрия (2,000 ± 0,001) г, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают; отбирают пипеткой 25 см^3 полученного раствора и пропускают его со скоростью (5,5 ± 0,5) см^3/мин через колонку, наполненную катионитом. Катионит в колонке промывают водой объемом 250 см^3 с той же скоростью. Раствор и промывные воды собирают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, затем прибавляют одну-две капли фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 5 мин.

7.5.4 Обработка результатов

Массовую долю 5,5-водного лимоннокислого натрия X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V\,0{,}011905 \cdot 250 \cdot 100}{m\,25}, \qquad (1)$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

0,011905 — эквивалентная масса 5,5-водного лимоннокислого натрия, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм^3, г/см^3;

250 — объем раствора навески 5,5-водного лимоннокислого натрия, см^3;

100 — коэффициент пересчета результата анализа в проценты;

m — масса навески препарата, г;

25 — объем раствора, взятый для пропускания через колонку катионита, см^3.

7.5.5 Вычисления проводят до второго десятичного знака, с последующим округлением до первого десятичного знака.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений. Расхождение результатов двух параллельных определений при анализе одной пробы тем же лаборантом за короткий промежуток времени при доверительной вероятности P = 0,95 не должно превышать 0,3 % абс.

Воспроизводимость результатов двух отдельных и независимых определений, полученных двумя лаборантами, работающими в разных лабораториях с одной и той же пробой, при вероятности P = 0,95, не должна превышать 0,5 % абс. Пределы допускаемой абсолютной погрешности метода — ± 0,4 %.

Лимоннокислый натрий соответствует требованиям настоящего стандарта, если массовая доля 5,5-водного лимоннокислого натрия в продукте составляет не менее 99,0 %.

7.6 Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

7.6.1 Средства измерения, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,001 г.

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

Воронка Бюхнера 2 по ГОСТ 25336.

Колба Бунзена 1-500 по ГОСТ 25336.

Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильник по ГОСТ 27752.

Вакуум-насос любого типа, создающий вакуум не менее 0,5 кг/см^3.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Термометр жидкостный по ГОСТ 28498 с диапазоном измерений от 0 °С до 200 °С, с ценой деления шкалы ± 1 °С.

Палочка стеклянная с оплавленным концом.

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

Стакан В (Н)-1-400 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)-250 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Баня водяная.

Часовое стекло.

7.6.2 Проведение анализа

В стакан вместимостью 400 см^3 помещают (50,0 ± 0,1) г лимоннокислого натрия и растворяют при нагревании в 250 см^3 воды. Стакан с раствором накрывают часовым стеклом и выдерживают на кипящей водяной бане в течение 1 ч.

Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы (разница между последовательными взвешиваниями не должна превышать 0,0002 г). Остаток на фильтре промывают 150 см^3 горячей воды, сушат в сушильном шкафу при 110 °С и взвешивают (разница между результатами двух последовательных взвешиваний не должна превышать 0,0002 г).

7.6.3 Обработка результатов

Массовую долю нерастворимых в воде веществ X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2)100}{m_1 - m_3}, \qquad (2)$$

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

m_2 — масса фильтрующего тигля с осадком нерастворимых веществ после высушивания, г;

m_3 — масса фильтрующего тигля, г;

100 — коэффициент пересчета результата анализа в проценты.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака с последующим округлением до второго десятичного знака.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

Лимоннокислый натрий считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если массовая доля нерастворимых в воде веществ не превышает 0,01 %.

Относительное расхождение полученных результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать 15 % отн.

Воспроизводимость результатов анализа, полученных в разных лабораториях, при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должна превышать 20 % отн. Относительная погрешность результатов анализа ± 20 % отн. при доверительной вероятности $P = 0,95$.

7.7 Определение массовой доли сульфатов

Метод основан на образовании опалесценции сернокислого бария при взаимодействии ионов бария с сульфат-ионами.

7.7.1 Измерение и оценку измерений проводят по ГОСТ 10671.5. Для приготовления раствора берут навеску лимоннокислого натрия массой (1,0 ± 0,1) г.

Далее определение ведут по способу 1 ГОСТ 10671.5.

Лимоннокислый натрий считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если массовая доля сульфатов не превышает 0,03 %.

7.8 Определение массовой доли хлоридов

Метод основан на образовании опалесценции хлористого серебра при взаимодействии азотнокислого серебра с ионами хлора.

7.8.1 Определение проводят по ГОСТ 10671.7.

При этом для получения анализируемого раствора берут навеску массой (1,0 ± 0,1) г лимоннокислого натрия. Далее определение проводят по способу 2 ГОСТ 10671.7.

Лимоннокислый натрий считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если массовая доля хлоридов не превышает 0,05 %.

7.9 Определение pH раствора лимоннокислого натрия

7.9.1 Средства измерения, материалы, реактивы

pH метр со стеклянным электродом погрешностью измерения не более 0,05 pH.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0001 г.

Колба Кн-2-250-34 или Кн-1-250-29/32 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)-100 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислого газа (CO_2); готовят по ГОСТ 4517.

7.9.2 Проведение анализа

Навеску массой (5,0 ± 0,1) г лимоннокислого натрия помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, прибавляют цилиндром (вместимостью 100 $см^3$) 95 $см^3$ дистиллированной воды, тщательно перемешивают и измеряют pH раствора на pH-метре со стеклянным электродом при 20 °С.

7.9.3 Обработка результатов

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака. Допускаемое расхождение двух определений при анализе одной и той же пробы не должно превышать 0,1 pH при доверительной вероятности P = = 0,95. Воспроизводимость результатов двух отдельных и независимых определений при доверительной вероятности P = 0,95 не должна превышать 0,2 pH. Погрешность метода — ± 0,1 pH.

Лимоннокислый натрий соответствует требованиям стандарта, если pH раствора с массовой долей 5 % составляет от 7,5 до 9,0.

7.10 Проба на оксалаты с уксуснокислым кальцием

Метод основан на визуальном определении труднорастворимого оксалата кальция при осаждении оксалатов раствором уксуснокислого кальция.

7.10.1 Средства измерения, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0001 г.

Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильник по ГОСТ 27752.

Колба Кн-1-100-22 по ГОСТ 25336.

Пипетка 2-2-25 по ГОСТ 29169.

Пипетка 2-1-2-2 по ГОСТ 29227.

Фильтры обеззоленные «синяя лента».

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кальций уксуснокислый по ГОСТ 3159, ч.д.а., раствор с массовой долей 10 %.

7.10.2 Проведение анализа

Навеску (5,0 ± 0,1) г лимоннокислого натрия растворяют в 25 $см^3$ дистиллированной воды. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента». Затем к раствору прибавляют 2 $см^3$ уксуснокислого кальция.

По истечении 1 ч не должно наблюдаться помутнения раствора и образования осадка.

Натрий лимоннокислый соответствует требованиям настоящего стандарта, если по истечении 1 ч не наблюдается помутнения раствора и образования осадка.

7.11 Определение массовой доли влаги

Метод основан на измерении потери продуктом массы воды при высушивании при заданных температуре и времени.

7.11.1 Средства измерения, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,001 г.

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

Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильник по ГОСТ 27752.

Термометр жидкостный по ГОСТ 28498, с диапазоном измерений от 0 °С до 200 °С, ценой деления шкалы ± 1 °С.

Стаканчики для взвешивания стеклянные СН-60/14 ТС или СН 85/15 ТС по ГОСТ 25336.

Держатели для стаканчика.

Эксикатор исполнения 2 по ГОСТ 25336 с концентрированной серной кислотой по ГОСТ 4204 х.ч., ч.д.а. или с обезвоженным хлористым кальцием по ГОСТ 450.

7.11.2 Проведение измерений

Открытый стеклянный стаканчик и крышку помещают в нагретый до температуры (180 ± 2) °С сушильный шкаф и выдерживают в течение 30 мин, после чего вынимают, закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе до температуры на 2 °С выше температуры окружающего воздуха и взвешивают. Показания записывают с точностью до третьего десятичного знака.

В подготовленном стаканчике взвешивают пробу лимоннокислого натрия массой (1,200 ± 0,001) г, распределяя по дну равномерным слоем постукиванием стаканчика.

Открытый стаканчик с продуктом и крышку стаканчика помещают в сушильный шкаф и выдерживают при температуре (180 ± 2) °С не менее 3 ч.

Затем стаканчик вынимают, закрывают крышкой, помещают в эксикатор, охлаждают и взвешивают с погрешностью до третьего десятичного знака.

Высушивание до постоянной массы проводят до тех пор, пока разница между результатами двух взвешиваний не превысит 0,001 г.

7.11.3 Взвешивание проводят в возможно короткое время после высушивания.

7.11.4 Обработка результатов

Массовую долю влаги в 5,5-водном лимоннокислом натрии W, %, вычисляют по формуле

$$W = \frac{(m_1 - m_2)100}{m_1 - m_3}, \qquad (3)$$

где m_1 — масса стаканчика с крышкой и анализируемой пробой продукта до высушивания, г;

m_2 — масса стаканчика с крышкой и анализируемой пробой продукта после высушивания, г;

m_3 — масса стаканчика с крышкой, г;

100 — коэффициент пересчета результата анализа в проценты.

Вычисления проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

7.11.5 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака.

Сходимость результатов измерений (допускаемое расхождение между результатами двух параллельных измерений) массовой доли влаги не должна превышать 0,1 % абс.

Воспроизводимость результатов измерений массовой доли влаги не должна превышать 0,5 % абс.

Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения — ± 0,5 % абс.

Натрий лимоннокислый соответствует требованиям настоящего стандарта, если массовая доля влаги не превышает 30,0 %.

7.12 Определение массовой доли мышьяка

Массовую долю мышьяка определяют по ГОСТ 26930.

7.13 Определение массовой доли свинца

Массовую долю свинца определяют по ГОСТ 26932.

7.14 Определение массы нетто лимоннокислого натрия, упакованного в мешки

7.14.1 Средство измерения

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0001 г.

7.14.2 Проведение измерений

Массу нетто лимоннокислого натрия в одном мешке определяют как разность взвешивания массы брутто каждого мешка, взятого из выборки, и массы мешка. Результаты записывают с точностью до целого числа.

7.14.3 Обработка результатов

Массу нетто лимоннокислого натрия в мешке $m_н$, кг, вычисляют по формуле

$$m_н = m_{бр} - m_{уп}, \quad (4)$$

где $m_{бр}$ — масса брутто взвешенного мешка, кг;

$m_{уп}$ — масса мешка, вычисленная как разность массы брутто и массы нетто, указанной на ярлыке, кг.

За окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов измерений мешков, входящих в выборку.

Отклонение от массы нетто лимоннокислого натрия X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_н - m)100}{m}, \quad (5)$$

где $m_н$ — масса нетто лимоннокислого натрия, вычисленная по формуле (4), кг;

m — масса нетто лимоннокислого натрия, указанная на ярлыке, кг;

100 — коэффициент пересчета отклонения массы нетто в проценты.

Натрий лимоннокислый соответствует требованиям настоящего стандарта, если отрицательное отклонение массы в каждой упаковке не превышает 1 %.

Допускается применение других средств измерения, вспомогательного оборудования с метрологическими и техническими характеристиками не ниже и реактивов по качеству не ниже указанных в 7.3.1, 7.4.1, 7.5.1, 7.6.1, 7.9.1, 7.10.1, 7.11.1.

8 Транспортирование и хранение

8.1 Лимоннокислый натрий перевозят в крытых транспортных средствах всеми видами транспорта в соответствии с правилами транспортирования грузов, действующими на соответствующих видах транспорта.

8.2 Лимоннокислый натрий должен храниться в закрытых сухих помещениях при температуре от минус 20 °С до плюс 35 °С и относительной влажности воздуха не более 70 %.

8.3 Изготовитель гарантирует соответствие лимоннокислого натрия требованиям настоящего стандарта при соблюдении потребителем условий применения, транспортирования и хранения, установленных в настоящем стандарте.

8.4 Срок хранения лимоннокислого натрия — не более двух лет со дня изготовления.

9 Указания по применению

9.1 Дозировку лимоннокислого натрия определяют опытным путем и регламентируют в технологических инструкциях и рецептурах на конкретные пищевые продукты.

9.2 Для равномерного распределения в напитке или другом пищевом продукте лимоннокислый натрий растворяют в питьевой воде и вводят в продукт или в жидкие компоненты (молоко, сироп).

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

Нормативные документы, действующие на территории Российской Федерации

[1] ГОСТ Р 50779.71—99 (ИСО 2859-1—89) Статистические методы. Процедуры выборочного контроля по альтернативному признаку. Часть 1. Планы выборочного контроля последовательных партий на основе приемлемого уровня качества А

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

УДК 663.051:664.48:663.551.5:006.354 МКС 67.220.20 Н91 ОКП 91 9940

Ключевые слова: натрий лимоннокислый пищевой, цитрат натрия, физико-химические показатели, показатели безопасности, методы контроля, указания по применению

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 23.11.2004. Подписано в печать 07.12.2004. Усл. печ.л. 1,86. Уч.-изд.л. 0,65. Тираж 270 экз. С 4666. Зак. 1105.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

к ГОСТ 31227—2004 Натрий лимоннокислый трехзамещенный 5,5-водный пищевой (цитрат натрия). Технические условия

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 7.6.1. Восьмой абзац	с ценой деления шкалы ± 1 °С	с ценой деления шкалы 1 °С

(ИУС № 4 2007 г.)

gost.e-ecolog.ru