МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
21205—
2024**

Добавки пищевые

КИСЛОТА ВИННАЯ L(+) Е334

Технические условия

Издание официальное

**Москва
Российский институт стандартизации
2024**

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Федеральный научный центр пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН (ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН) и Обществом с ограниченной ответственностью «Кемикал Лидерс» (ООО «Кемикал Лидерс»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 31 октября 2024 г. № 178-П)

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
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узбекское агентство по техническому регулированию

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 13 ноября 2024 г. № 1662-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 21205—2024 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 декабря 2025 г. с правом досрочного применения

5 ВЗАМЕН ГОСТ 21205—83

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024

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
4 Требования безопасности 6
5 Правила приемки 6
6 Методы контроля 8
7 Транспортирование и хранение 23
Приложение А (справочное) Информация о применяемых технических регламентах и нормативных правовых актах в странах СНГ 24

МКС 67.220.20

Поправка к ГОСТ 21205—2024 Добавки пищевые. Кислота винная L(+) Е334. Технические условия

В каком месте	Напечатано	Должно быть
1 Область применения	(Ru 08.018, FEMA 3044, CAS 133-37-9).	(FEMA 3044, CAS 87-69-4).

(ИУС № 10 2025 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

Добавки пищевые

КИСЛОТА ВИННАЯ L(+) Е334

Технические условия

Food additives.
L(+)-Tartaric acid E334.
Specifications

Дата введения — 2025—12—01
с правом досрочного применения

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку кристаллическую винную кислоту L(+) Е334 растительного происхождения (далее — винная кислота L(+) Е334), предназначенную для применения в производстве пищевых продуктов в качестве регулятора кислотности, антиокислителя или вкусоароматического вещества (Ru 08.018, FEMA 3044, CAS 133-37-9).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.579—2019 Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к количеству фасованных товаров при их производстве, фасовании, продаже и импорте

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

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 450 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 857 Кислота соляная синтетическая техническая. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 1277 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

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

ГОСТ 2184 Кислота серная техническая. Технические условия

ГОСТ 2226 Мешки из бумаги и комбинированных материалов. Общие технические условия

ГОСТ 2603 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3159 Реактивы. Кальций уксуснокислый 1-водный. Технические условия

ГОСТ 4108 Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4453 Уголь активный осветляющий древесный порошкообразный. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709* Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6816 Калий железистосинеродистый технический. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10354 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 13511 Ящики из гофрированного картона для пищевых продуктов, спичек, табачных изделий и моющих средств. Технические условия

ГОСТ 14192 Маркировка грузов

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

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

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

ГОСТ 19360 Мешки-вкладыши пленочные. Общие технические условия

ГОСТ 22867 Реактивы. Аммоний азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 24104** Весы лабораторные. Общие технические требования

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

ГОСТ 27067 Реактивы. Аммоний роданистый. Технические условия

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

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

ГОСТ 29169 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 30090 Мешки и мешочные ткани. Общие технические условия

ГОСТ 30178 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения токсичных элементов

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

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

ГОСТ 33411—2015 Сырье и продукты пищевые. Определение массовой доли мышьяка методом атомной абсорбции с генерацией гидридов

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018 «Вода дистиллированная. Технические условия».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

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

ГОСТ 33412—2015 Сырье и продукты пищевые. Определение массовой доли ртути методом беспламенной атомной абсорбции

ГОСТ EN 14084 Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Определение содержания свинца, кадмия, цинка, меди и железа с помощью атомно-абсорбционной спектрометрии после микроволнового разложения

ГОСТ EN 15763 Продукция пищевая. Определение следовых элементов. Определение мышьяка, кадмия, ртути и свинца в пищевой продукции методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС) после минерализации под давлением

ГОСТ ISO 2859-1* Статистические методы. Процедуры выборочного контроля по альтернативному признаку. Часть 1. Планы выборочного контроля последовательных партий на основе приемлемого уровня качества

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Технические требования

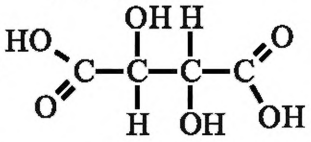
3.1 Характеристики

3.1.1 Винная кислота L(+) Е334 представляет собой L(+)-винную кислоту, получаемую из сырья растительного происхождения.

Формулы:

- эмпирическая — $C_4H_6O_6$

- структурная —



Молекулярная масса — 150,09.

Химическое название — L(+)-винная кислота; L-2,3-дигидроксибутандиовая кислота; d-α,β-дигидроксиянтарная кислота, CAS номер 87-69-4.

3.1.2 Винную кислоту L(+) Е334 вырабатывают в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологической инструкции с соблюдением требований нормативных правовых актов и (или) технических регламентов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

Примечание — Информация о технических регламентах и нормативных правовых актах приведена в приложении А.

3.1.3 Винная кислота L(+) Е334 хорошо растворяется в воде, спирте и водно-спиртовых растворах. Не растворяется в растительных маслах и жирах.

3.1.4 Винную кислоту L(+) Е334 вырабатывают в виде кристаллического белого порошка или гранул.

3.1.5 По органолептическим показателям винная кислота L(+) Е334 должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 2859-1—2007 «Статистические методы. Процедуры выборочного контроля по альтернативному признаку. Часть 1. Планы выборочного контроля последовательных партий на основе приемлемого уровня качества».

Таблица 1

Наименование показателя	Характеристика показателя
Внешний вид и цвет	Бесцветное или полупрозрачное кристаллическое вещество или белый кристаллический порошок
Вкус	Кислый
Запах	Раствор L(+)-винной кислоты массовой концентрации 20 г/дм^3 в дистиллированной воде не должен иметь запаха
Примечание — Раствор винной кислоты L(+) Е334 массовой концентрации 20 г/дм^3 в дистиллированной воде должен быть прозрачным и не должен содержать механических примесей.	

3.1.6 По физико-химическим показателям винная кислота L(+) Е334 должна соответствовать нормам, указанным в таблице 2.

Таблица 2

Наименование показателя	Норма
Идентификация винной кислоты L(+) Е334	Выдерживает испытание
Массовая доля основного вещества, %, не менее	99,5
Массовая доля золы, %, не более	0,3
Массовая доля свободной серной кислоты, %, не более	0,03
Массовая доля хлоридов, %, не более	0,01
Массовая доля сульфатов, %, не более	0,20
Тест на оксалаты с уксусным кальцием	Выдерживает испытание
Тест на барий с серной кислотой	Выдерживает испытание
Тест на ферроцианиды с хлорным железом	Выдерживает испытание
Угол удельного оптического вращения $[\alpha]_D^{20}$, град	От 11,5° до 12,5° (20 % (вес/объем) водный раствор)
Изотопный состав углерода $^{13}C/^{12}C$ ($\delta^{13}C$), ‰	От –24,0 до –21,0

3.1.7 Содержание токсичных элементов (ртуть, свинец, мышьяк) в винной кислоте L(+) Е334 не должно превышать норм, установленных требованиями нормативных правовых актов и (или) технических регламентов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

Примечание — Информация о технических регламентах и нормативных правовых актах приведена в приложении А.

3.2 Требования к сырью и технологическим вспомогательным средствам

3.2.1 Сырье, технологические вспомогательные средства, применяемые для производства винной кислоты L(+) Е334, по показателям безопасности должны соответствовать требованиям нормативных правовых актов и (или) технических регламентов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

Примечание — Информация о технических регламентах и нормативных правовых актах приведена в приложении А.

3.2.2 Для производства винной кислоты L(+) Е334 используют следующее сырье и технологические вспомогательные средства, соответствующие требованиям, установленным в документах, в соответствии с которыми они изготовлены и могут быть идентифицированы, и (или) товаросопрово-

дительной документации, обеспечивающей их прослеживаемость и удостоверяющей их качество и безопасность (далее — техническая документация изготовителя):

- сырье растительного происхождения, в том числе жидкие и твердые отходы виноделия;
- вода питьевая;
- вода обессоленная;
- калий железистосинеродистый технический по ГОСТ 6816 или кальций железистосинеродистый;
- кальций хлористый технический (кальцинированный или гидратированный) по ГОСТ 450;
- кислота серная техническая контактная улучшенная или первого сорта по ГОСТ 2184;
- уголь активный осветляющий древесный порошкообразный (марки ОУ-А или ОУ-В) по ГОСТ 4453;
- кислота соляная по ГОСТ 857;
- гидроокись кальция по технической документации;
- гидроокись натрия.

3.2.3 Допускается применение аналогичного сырья растительного происхождения и технологических вспомогательных средств, обеспечивающих получение винной кислоты L(+) Е334 в соответствии с требованиями настоящего стандарта и разрешенных к применению в пищевой промышленности на территории государства, принявшего стандарт.

3.2.4 Для производства винной кислоты L(+) Е334 не допускается использование углеводородного сырья, в т.ч. угля, нефти и продуктов ее переработки, а также продуктов химического и нефтехимического синтеза — малеинового ангидрида, бензола, бутана, эпоксисукцинатов и др.

3.3 Упаковка

3.3.1 Упаковка, упаковочные материалы и скрепляющие средства должны соответствовать требованиям нормативных правовых актов и (или) технических регламентов, действующих на территории государства, принявшего стандарт, обеспечивать сохранность и качество винной кислоты L(+) Е334 при транспортировании и хранении в течение всего срока годности.

Примечание — Информация о технических регламентах и нормативных правовых актах приведена в приложении А.

3.3.2 Винную кислоту L(+) Е334 упаковывают в продуктовые мешки из мешочных тканей по ГОСТ 30090, бумажные непропитанные трехслойные мешки по ГОСТ 2226, ящики из гофрированного картона для пищевых продуктов по ГОСТ 13511. Внутрь мешков или ящиков должны вставляться мешки-вкладыши по ГОСТ 19360 из «пищевой» полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354.

Тип и размеры мешков, предельную массу упаковываемой винной кислоты L(+) Е334 устанавливает изготовитель.

3.3.3 Полиэтиленовые мешки-вкладыши после их заполнения должны быть герметически закрыты путем сварки или заклеивания полиэтиленовой лентой.

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

3.3.5 Допускается применение других видов упаковки, обеспечивающих сохранность винной кислоты L(+) Е334 при хранении и транспортировании и изготовленных из материалов, соответствующих требованиям нормативных правовых актов и (или) технических регламентов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

Примечание — Информация о технических регламентах и нормативных правовых актах приведена в приложении А.

3.3.6 Масса нетто упаковочной единицы должна быть от 1 до 50 кг.

3.3.7 Отрицательное отклонение массы нетто от номинальной массы каждой упаковочной единицы должно соответствовать требованиям ГОСТ 8.579—2019 (таблицы А.1 и А.2).

Отклонение от номинального количества массы нетто в бóльшую сторону не ограничивается и устанавливается изготовителем.

3.3.8 Упаковывание винной кислоты L(+) Е334, отправляемой в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, — по ГОСТ 15846.

3.4 Маркировка

Маркировка транспортной упаковки должна соответствовать требованиям нормативных правовых актов и (или) технических регламентов, действующих на территории государства, принявшего стандарт, ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционного знака «Боится сырости» и содержать следующую информацию:

- обозначение настоящего стандарта;
- наименование предприятия-изготовителя;
- наименование пищевой добавки и ее индекс [винная кислота L(+) Е334];
- придуманное название и/или артикул (при наличии);
- торговую марку (при наличии);
- номер партии;
- дату изготовления;
- количество винной кислоты L(+) Е334: масса нетто, масса брутто;
- срок годности;
- условия хранения;
- наименование и место нахождения изготовителя и место изготовления, в случае если адреса различаются;
- надпись «не для розничной продажи» или «для промышленной переработки»;
- единый знак обращения продукции на рынке государств — членов Таможенного союза.

Примечание — Информация о технических регламентах и нормативных правовых актах приведена в приложении А.

4 Требования безопасности

4.1 Винная кислота L(+) Е334 не токсична, пожаро- и взрывобезопасна.

4.2 По степени воздействия на организм человека винная кислота L(+) Е334 в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относится к умеренно опасным веществам — третьему классу опасности.

4.3 При работе с винной кислотой L(+) Е334 необходимо использовать спецодежду, средства индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.011 и соблюдать правила личной гигиены, так как она раздражающе действует на слизистые оболочки и кожные покровы.

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 — в соответствии с нормативными правовыми актами и (или) техническими регламентами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

Примечание — Информация о технических регламентах и нормативных правовых актах приведена в приложении А.

4.6 Помещения, в которых проводят работы с винной кислотой L(+) Е334, и помещения, где 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 и ГОСТ 12.1.019.

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 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать нормы, установленные ГОСТ 12.1.005 и нормативными правовыми актами и (или) техническими регламентами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

Примечание — Информация о технических регламентах и нормативных правовых актах приведена в приложении А.

5 Правила приемки

5.1 Винную кислоту L(+) Е334 принимают партиями.

Партией считают любое количество однородной по качеству винной кислоты L(+) Е334, полученной в течение одного технологического цикла, одной даты изготовления, в однородной фасовке и упаковке, оформленное одним удостоверением качества и безопасности продукции.

5.2 Документ, удостоверяющий качество и безопасность винной кислоты L(+) Е334, должен содержать следующую информацию:

- номер (при наличии) и дату выдачи удостоверения;
- наименование пищевой добавки и ее индекс;
- наименование и местонахождение (юридический адрес) изготовителя;
- товарный знак изготовителя (при наличии);
- номер партии;
- дату изготовления;
- массу нетто;
- число упаковочных единиц в партии;
- срок годности и условия хранения;
- результаты проведенного анализа или подтверждение о соответствии качества винной кислоты L(+) Е334 требованиям настоящего стандарта;
- обозначение настоящего стандарта.

5.3 Для проверки соответствия винной кислоты L(+) Е334 требованиям настоящего стандарта проводят приемо-сдаточные испытания по качеству упаковки, правильности нанесения маркировки, массе нетто, органолептическим, физико-химическим показателям и периодические испытания по показателям безопасности.

5.4 При проведении приемо-сдаточных испытаний применяют одноступенчатый выборочный план при нормальном контроле и специальном уровне контроля S-4 при приемлемом уровне качества AQL, равном 6,5, по ГОСТ ISO 2859-1.

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

Таблица 3

Число 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

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

5.6 Контроль массы нетто винной кислоты L(+) Е334 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 в каждой упаковочной единице — по 3.3.7.

5.7 Партию принимают, если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто винной кислоты L(+) Е334, меньше или равно приемочному числу (см. таблицу 3).

5.8 Если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто винной кислоты L(+) Е334, больше или равно браковочному числу (см. таблицу 3), контроль проводят на удвоенном объеме выборки от этой же партии.

Партию принимают, если выполняются условия 5.7.

Партию бракуют, если число упаковочных единиц в удвоенном объеме выборки, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто винной кислоты L(+) Е334, больше или равно браковочному числу.

5.9 Для контроля органолептических, физико-химических показателей и показателей безопасности винной кислоты L(+) Е334 из каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку в соответствии с требованиями таблицы 3, проводят отбор точечных проб и составляют объединенную пробу по 6.1.

5.10 При получении неудовлетворительных результатов по органолептическим, физико-химическим показателям и показателям безопасности хотя бы по одному из 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.

5.11 Органолептические и физико-химические показатели винной кислоты L(+) Е334 в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты испытаний распространяют только на винную кислоту L(+) Е334 в этой упаковке.

5.12 Органолептические и физико-химические показатели контролируют в каждой партии. Порядок и периодичность контроля показателей, обеспечивающих безопасность (содержание токсичных элементов), устанавливает изготовитель в программе производственного контроля.

6 Методы контроля

6.1 Отбор и подготовка проб

6.1.1 Из разных мест каждой упаковочной единицы, отобранной по 5.4, отбирают точечные пробы с помощью пробоотборника (щупа), погружая его не менее чем на 3/4 глубины.

Масса точечной пробы должна быть не более 100 г.

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

6.1.2 Из точечных проб составляют объединенную пробу, которую помещают в чистую сухую стеклянную или полиэтиленовую емкость и тщательно перемешивают.

Из объединенной пробы методом квартования выделяют среднюю пробу массой не менее 600 г.

6.1.3 Подготовленную среднюю пробу 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.

Одну часть средней пробы опечатывают, пломбируют и оставляют для повторных испытаний в случае возникновения разногласий в оценке качества винной кислоты L(+) Е334.

6.1.4 Емкости с пробами снабжают этикетками с указанием следующей информации:

- наименования пищевой добавки и ее индекса;
- 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 настоящего стандарта.

6.2 Определение органолептических показателей

Метод основан на органолептической оценке внешнего вида, цвета, вкуса и запаха винной кислоты L(+) Е334.

6.2.1 Требования к условиям проведения анализа

6.2.1.1 При подготовке и проведении анализа в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . от 18 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . не более 80 %.

Все операции с реактивами проводят в вытяжном шкафу.

6.2.1.2 К проведению анализов допускаются специалисты, изучившие методику, владеющие техникой работы на приборах и прошедшие инструктаж по технике безопасности.

6.2.2 Отбор проб — по 6.1.

6.2.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 специального или высокого класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,1 г.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

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

Бумага белая.

Пластинка стеклянная.

Колба мерная 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Стаканчик СВ — 34/12 по ГОСТ 25336.

Лампа люминесцентная дневного света с бестеневой подсветкой.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.2.4 Проведение анализа

6.2.4.1 Внешний вид и цвет винной кислоты L(+) Е334 определяют просмотром навески пробы массой 50 г, помещенной на лист белой бумаги или на стеклянную пластинку, при рассеянном дневном свете или освещении люминесцентными лампами. Освещенность поверхности рабочего стола должна быть не менее 500 лк.

6.2.4.2 Для определения запаха готовят раствор массовой концентрации 20 г/дм^3. Для этого навеску пробы массой 2 г, взвешенную с записью результата до первого десятичного знака, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объем до метки дистиллированной водой. Затем чистый, без постороннего запаха стаканчик заполняют на ½ объема приготовленным раствором. Стаканчик закрывают крышкой и выдерживают в течение 1 ч при температуре воздуха (20 ± 5) °С. Запах определяют органолептически на уровне края стаканчика сразу же после открывания крышки.

6.2.4.3 Для определения вкуса часть раствора, приготовленного по 6.2.4.2, отбирают чайной ложкой и пробуют кончиком языка на вкус.

6.3 Идентификация L(+)-винной кислоты

Метод основан на визуальном определении окраски, образуемой при взаимодействии винной кислоты L(+) Е334 с сернокислым раствором галловой кислоты.

6.3.1 Требования к условиям проведения анализа — по 6.2.1.

6.3.2 Отбор проб — по 6.1.

6.3.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 специального или высокого класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,0001 г.

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

Колба мерная 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Ступка и пестик по ГОСТ 9147.

Стекло часовое.

Пробирки П1(2)—14(16)—120(150) ХС по ГОСТ 25336.

Воронка В-56—80 ХС по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная с оплавленным концом: длина 220 мм, диаметр 5 мм.

Пипетки 1-2-10 по ГОСТ 29169.

Пипетки 1-1-2-10 или 1-2-2-10 по ГОСТ 29227.

Спиртовка лабораторная стеклянная СЛ-1 или СЛ-2 по ГОСТ 25336.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Кислота галловая с содержанием основного вещества на менее 98 %.

Кислота винная L(+) Е334 с содержанием основного вещества не менее 90,0 %.

Примечание — Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

6.3.4 Подготовка к анализу

6.3.4.1 Приготовление сернокислого раствора галловой кислоты массовой концентрации 0,1 г/дм^3

10 мг галловой кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, осторожно растворяют в серной кислоте при постоянном помешивании, доводят объем раствора серной кислотой до метки при температуре (20 ± 0,5) °С и перемешивают.

Раствор хранят в темном месте в склянке с притертой пробкой из темного стекла не более 1 мес.

6.3.4.2 Подготовка пробы

Перед проведением анализа пробу винной кислоты L(+) Е334 тщательно растирают в ступке.

6.3.5 Проведение анализа

На часовом стекле взвешивают 1—1,2 мг подготовленной пробы винной кислоты L(+) Е334 и помещают в пробирку, осторожно смывая навеску анализируемой пробы 10 см^3 сернокислого раствора галловой кислоты при постоянном помешивании. Пробирку осторожно нагревают на открытом пламени спиртовки лабораторной до 120 °С — 155 °С.

Параллельно готовят раствор сравнения аналогично приготовлению раствора анализируемой пробы, но содержащий вместо анализируемой пробы винной кислоты L(+) Е334 образец винной кислоты L(+) Е334 с содержанием основного вещества не менее 90,0 % и все реактивы в количестве, используемом при основном определении.

Окраска испытуемой пробы должна быть одинаковой с окраской раствора сравнения.

6.4 Определение массовой доли основного вещества

Метод основан на титровании винной кислоты L(+) Е334 раствором гидроокиси натрия в присутствии индикатора фенолфталеина.

6.4.1 Требования к условиям проведения анализа — по 6.2.1.

6.4.2 Отбор проб — по 6.1.

6.4.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 специального или высокого класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,0001 г.

Стаканчики для взвешивания СВ-14/8 по ГОСТ 25336.

Колбы конические типа Кн-2—250-ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндр мерный 2-100 по ГОСТ 1770.

Бюретка 1-1-2-50-0,1 по ГОСТ 29251.

Капельница по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Фенолфталеин, спиртовой раствор массовой концентрации 10 г/дм^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч., раствор молярной концентрации 1 моль/дм^3.

Примечание — Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

6.4.4 Подготовка к анализу

Приготовление реактивов проводят по общепринятым методикам.

6.4.5 Проведение анализа

В сухом стаканчике взвешивают 2 г анализируемой пробы с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака. Навеску из стаканчика количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды, добавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до слабого розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

6.4.6 Обработка результатов

Массовую долю винной кислоты L(+) Е334 X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{0{,}075 \cdot V \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где 0,075 — эквивалентная масса винной кислоты L(+) Е334, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 1 моль/дм^3, г;

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

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса пробы, г.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое абсолютное расхождение между которыми не должно превышать 0,2 %.

Доверительный интервал абсолютной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95 составляет 0,13 %.

6.5 Определение массовой доли золы

Метод основан на определении массы несгораемого остатка винной кислоты L(+) Е334 при сжигании ее в электропечи при температуре 600 °С — 800 °С.

6.5.1 Требования к условиям проведения анализа — по 6.2.1.

Озоление пробы проводят в вытяжном шкафу.

6.5.2 Отбор проб — по 6.1.

6.5.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 специального или высокого класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,00001 г.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Тигель № 5 по ГОСТ 9147.

Щипцы тигельные металлические длиной (210 ± 10) мм.

Печь муфельная с рабочей температурой не ниже 800 °С.

Эксикатор по ГОСТ 25336, содержащий эффективный осушитель (кальций хлористый обезвоженный прокаленный).

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, х. ч., раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечание — Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

6.5.4 Подготовка к анализу

6.5.4.1 Приготовление реактивов проводят по общепринятым методикам.

6.5.4.2 Фарфоровый тигель прокаливают в муфельной печи в течение 3 ч. После этого тигель охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием, осторожно смачивают тремя каплями раствора азотнокислого аммония, подсушивают и прокаливают до постоянной массы в муфельной печи при температуре 600 °С — 800 °С в течение 1 ч.

6.5.5 Проведение анализа

Навеску пробы массой 3 г, взвешенную с записью результата до четвертого десятичного знака, помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы тигель. Тигель осторожно нагревают на электроплитке до озоления пробы. Затем тигель с озоленной пробой прокаливают при температуре 600 °С — 800 °С в муфельной печи в течение 1 ч. После прокаливания тигель охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием и взвешивают с записью результата до четвертого десятичного знака. Прокаливание повторяют до тех пор, пока расхождение между двумя повторными взвешиваниями будет составлять не более 0,0002 г.

6.5.6 Обработка результатов

Массовую долю золы X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m}, \quad (2)$$

где m_2 — масса тигля с золой, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса пробы, г.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое абсолютное расхождение между которыми не должно превышать 0,03 %.

Доверительный интервал абсолютной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95 составляет 0,02 %.

6.6 Определение массовой доли свободной серной кислоты

Свободную серную кислоту в винной кислоте, L(+) Е334 определяют качественным и любым количественным (ускоренным титриметрическим, спиртовым и ацетоновым) методами.

6.6.1 Качественный метод

Метод основан на различной растворимости серной кислоты и ее солей в абсолютированном этиловом спирте или ацетоне, в осаждении серной кислоты раствором хлористого бария и в визуальном определении труднорастворимого сульфата бария.

6.6.1.1 Требования к условиям проведения анализа — по 6.2.1.

6.6.1.2 Отбор проб — по 6.1.

6.6.1.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 специального или высокого класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,00001 г.

Баня водяная с рабочей температурой от 20 °С до 100 °С, диаметром рабочего места не менее 110 мм.

Стакан В(Н)-1(2)2—100 ТС по ГОСТ 25336.

Пипетки 1-2-10 по ГОСТ 29169.

Пробирки П1(2)—14(16)—120(150) ХС по ГОСТ 25336.

Воронка В-56—80 ХС по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная с оплавленным концом: длина 220 мм, диаметр 5 мм.

Фильтры обеззоленные марки «синяя лента», диаметром 90 мм.

Спирт этиловый по ГОСТ 5962, абсолютированный.

Ацетон по ГОСТ 2603, ч. д. а.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, х. ч., раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.6.1.4 Подготовка к анализу

Приготовление реактивов проводят по общепринятым методикам.

6.6.1.5 Проведение анализа

Навеску пробы массой 1 г, взвешенную с записью результата до третьего десятичного знака, помещают в стакан вместимостью 100 см^3 , добавляют 10 см^3 абсолютированного этилового спирта или ацетона и перемешивают, затем нагревают на водяной бане до кипения и фильтруют в пробирку.

К фильтрату прибавляют 2 см^3 раствора соляной кислоты и 2 см^3 раствора хлористого бария, предварительно нагретого до температуры 70 °С — 80 °С. При образовании мути проводят количественное определение свободной серной кислоты.

6.6.2 Титриметрический метод (ускоренный)

Метод основан на различной растворимости серной кислоты и ее солей в абсолютированном этиловом спирте или ацетоне и в осаждении серной кислоты раствором хлористого бария молярной концентрации 0,01 моль/дм^3 в присутствии нитхромазо.

6.6.2.1 Требования к условиям проведения анализа — по 6.2.1.

6.6.2.2 Отбор проб — по 6.1.

6.6.2.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 специального или высокого класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,00001 г.

Баня водяная с рабочей температурой от 20 °С до 100 °С, диаметром рабочего места не менее 110 мм.

Бюретка 1-2-50-0,1 или 2-2-50-0,1 по ГОСТ 29251.

Колбы конические типа Кн-2—250-ТС или ТХС по ГОСТ 25336.

Воронки типа В-56—80 ХС по ГОСТ 25336.

Промывалка с резиновой грушей.

Пипетки 1(2)-2-5, 1(2)-2-20, 1(2)-2-50 по ГОСТ 29169.

Капельница по ГОСТ 25336.

Фильтры обеззоленные марки «синяя лента», диаметром 90 мм.

Спирт этиловый по ГОСТ 5962, абсолютированный.

Ацетон по ГОСТ 2603, ч. д. а.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., раствор молярной концентрации 0,01 моль/дм^3.

Кислота винная L(+) Е334 с содержанием основного вещества не менее 99,0 %.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, х. ч., раствор молярной концентрации 0,01 моль/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Нитхромазо, ч. д. а., водный раствор массовой концентрации 2 г/дм^3.

6.6.2.4 Подготовка к анализу

Приготовление реактивов проводят по общепринятым методикам.

6.6.2.5 Проведение анализа

Навеску пробы винной кислоты L(+) Е334 массой 5 г, взвешенную с записью результата до четвертого десятичного знака, растворяют в конической колбе вместимостью 250 см^3 в 50 см^3 абсолютированного этилового спирта или ацетона при нагревании на водяной бане. Раствор фильтруют, фильтр промывают 5 см^3 растворителя и к фильтрату добавляют 20 см^3 раствора серной кислоты, 2 капли раствора нитхромазо и титруют раствором хлористого бария до перехода фиолетовой окраски в голубую, не исчезающую в течение от 1 до 2 мин.

Нитхромазо образует прочное комплексное соединение с ионами бария, поэтому титрование вначале проводят медленно, прибавляя раствор соли бария по каплям через 30—40 с после тщательного перемешивания. Появившаяся от первых капель прибавленного раствора голубая окраска бариевого комплекса нитхромазо переходит в сине-фиолетовую. Далее изменение окраски происходит быстро.

Параллельно готовят контрольный раствор, содержащий 20 см^3 раствора серной кислоты молярной концентрации 0,01 моль/дм^3, 5 г образца винной кислоты L(+) Е334 с известным содержанием основного вещества и 2 капли раствора нитхромазо. Титрование контрольного раствора проводят аналогично титрованию раствора анализируемой пробы раствором хлористого бария молярной концентрации 0,01 моль/дм^3.

6.6.2.6 Обработка результатов

Массовую долю свободной серной кислоты X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{0{,}00098 \cdot (V - V_0) \cdot 100}{m}, \quad (3)$$

где 0,00098 — количество серной кислоты, соответствующее 1 см^3 раствора хлористого бария молярной концентрации 0,01 моль/дм^3, г;

V — объем раствора хлористого бария молярной концентрации 0,01 моль/дм^3, израсходованный на титрование раствора пробы, см^3;

V_0 — объем раствора хлористого бария молярной концентрации 0,01 моль/дм^3, израсходованный на титрование 20 см^3 контрольного раствора серной кислоты молярной концентрации 0,01 моль/дм^3, содержащего 5 г образца винной кислоты L(+) Е334 с известным содержанием основного вещества, см^3;

m — масса пробы, г.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое абсолютное расхождение между которыми не должно превышать 0,002 %.

Доверительный интервал абсолютной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95 составляет 0,0013 %.

6.6.3 Спиртовой метод

Метод основан на различной растворимости серной кислоты и ее солей в абсолютированном этиловом спирте, в осаждении серной кислоты раствором хлористого бария и в определении массы труднорастворимого сульфата бария прокаливанием его в электропечи при температуре 600 °С — 800 °С.

6.6.3.1 Требования к условиям проведения анализа — по 6.2.1.

6.6.3.2 Отбор проб — по 6.1.

6.6.3.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 специального или высокого класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,00001 г.

Баня водяная с рабочей температурой от 20 °С до 100 °С, диаметром рабочего места не менее 110 мм.

Печь муфельная с рабочей температурой не ниже 800 °С.

Щипцы тигельные металлические длиной (210 ± 10) мм.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание температуры 100 °С — 105 °С.

Воронки типа В-56—80 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы конические типа Кн-2—250-ТС или ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 1(2)-2-5, 1(2)-2-10 по ГОСТ 29169.

Промывалка с резиновой грушей.

Стекло часовое.

Стакан В(Н)-1(2)—250 ТС или ТХС по ГОСТ 25336.

Тигель № 5 по ГОСТ 9147.

Фильтры обеззоленные марки «синяя лента», диаметром 90 мм.

Эксикатор по ГОСТ 25336, содержащий эффективный осушитель (кальций хлористый обезвоженный прокаленный).

Спирт этиловый по ГОСТ 5962, абсолютированный.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, х. ч., раствор массовой концентрации 20 г/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х. ч., раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

6.6.3.4 Подготовка к анализу

Приготовление реактивов проводят по общепринятым методикам.

6.6.3.5 Проведение анализа

5 г пробы винной кислоты L(+) Е334 взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака, растворяют в абсолютированном этиловом спирте из расчета 10 см^3 спирта на 1 г винной кислоты L(+) Е334 в конической колбе при нагревании на водяной бане. Раствор фильтруют в стакан вместимостью 250 см^3, фильтр промывают 5 см^3 спирта и к фильтрату прибавляют 10 см^3 раствора соляной кислоты. Жидкость нагревают на водяной бане до кипения и, помешивая стеклянной палочкой, по каплям прибавляют 5 см^3 раствора хлористого бария, предварительно нагретого до температуры 70 °С — 80 °С.

Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают 1 ч в теплом месте при температуре 60 °С. По истечении указанного времени раствор фильтруют. Осадок в стакане дважды промывают горячей дистиллированной водой (метод декантирования), приливая ее каждый раз по 10 см^3. Осадок переносят на фильтр стеклянной палочкой с резиновым наконечником и промывают горячей дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион хлора (проба с азотнокислым серебром).

Фильтр с осадком вынимают из воронки и помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы фарфоровый тигель.

Края фильтра подгибают с наружной стороны внутрь с таким расчетом, чтобы можно было поместить его ниже краев тигля.

Тигель с фильтром высушивают в сушильном шкафу при температуре 100 °С — 105 °С, осторожно озоляют и прокаливают при 600 °С — 800 °С в муфельной печи до постоянной массы.

После охлаждения в эксикаторе тигель с осадком взвешивают.

6.6.3.6 Обработка результатов

Массовую долю свободной серной кислоты X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{0{,}42\,(m_2 - m_1)\cdot 100}{m}, \qquad (4)$$

где 0,42 — коэффициент пересчета сернокислого бария на серную кислоту;

m_2 — масса тигля с осадком, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса пробы, г.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое абсолютное расхождение между которыми не должно превышать 0,004 %.

Доверительный интервал абсолютной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95 составляет 0,0027 %.

6.6.4 Ацетоновый метод

Метод основан на различной растворимости серной кислоты и ее солей в ацетоне, в осаждении серной кислоты раствором хлористого бария и в определении массы труднорастворимого сульфата бария прокаливанием его в электропечи при температуре 600 °С — 800 °С.

Метод применяется при возникновении разногласий в оценке качества.

6.6.4.1 Требования к условиям проведения анализа — по 6.2.1.

6.6.4.2 Отбор проб — по 6.1.

6.6.4.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 специального или высокого класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,00001 г.

Баня водяная с рабочей температурой от 20 °С до 100 °С, диаметром рабочего места не менее 110 мм.

Колбы конические типа Кн-2—250-ТС или ТХС по ГОСТ 25336.

Стакан В-1(2)—600 по ГОСТ 25336.

Цилиндр мерный 1(2)-250 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1(2)-2-10 по ГОСТ 29169.

Палочка стеклянная.

Стекло часовое.

Ацетон по ГОСТ 2603, ч. д. а.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, х. ч., раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

6.6.4.4 Подготовка к анализу

Приготовление реактивов проводят по общепринятым методикам.

6.6.4.5 Проведение анализа

15 г пробы винной кислоты L(+) Е334 взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака, растворяют в 50 см^3 чистого ацетона в конической колбе вместимостью 250 см^3 при нагревании на водяной бане. Раствор фильтруют в стакан вместимостью 600 см^3 и осадок на фильтре промывают два-три раза ацетоном порциями по 10 см^3.

К полученному фильтрату приливают 200 см^3 дистиллированной воды и 10 см^3 раствора соляной кислоты, жидкость нагревают на водяной бане до кипения и, помешивая стеклянной палочкой, прибавляют 5—8 см^3 нагретого до температуры 70 °С — 80 °С раствора хлористого бария. Раствор кипятят на водяной бане в течение 5 мин, затем стакан накрывают часовым стеклом и далее определение проводят по 6.6.3.5.

6.6.4.6 Обработка результатов

Массовую долю свободной серной кислоты X_4, %, вычисляют **по** формуле

$$X_4 = \frac{0{,}42\,(m_2 - m_1)\cdot 100}{m}, \qquad (5)$$

где 0,42 — коэффициент пересчета сернокислого бария на серную кислоту;

m_2 — масса тигля с осадком, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса пробы, г.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое абсолютное расхождение между которыми не должно превышать 0,004 %.

Доверительный интервал абсолютной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95 составляет 0,0027 %.

6.7 Определение массовой доли хлоридов

6.7.1 Качественный метод

Метод основан на осаждении хлоридов раствором азотнокислого серебра и визуальном определении труднорастворимого хлорида серебра.

6.7.1.1 Требования к условиям проведения анализа — по 6.2.1.

6.7.1.2 Отбор проб — по 6.1.

6.7.1.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 специального или высокого класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,00001 г.

Пробирки П1(2)—14(16, 21) —120(150, 200) ХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 1(2)-2-1, 1(2)-2-10 по ГОСТ 29169.

Палочка стеклянная с оплавленным концом, длина 220 мм, диаметр 5 мм.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х. ч., раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

6.7.1.4 Подготовка к анализу

Приготовление реактивов проводят по общепринятым методикам.

6.7.1.5 Проведение анализа

1 г пробы винной кислоты L(+) Е334 взвешивают с точностью до третьего десятичного знака, растворяют в 10 см^3 дистиллированной воды в пробирке. К раствору прибавляют 0,5 см^3 азотной кислоты, 0,5 см^3 раствора азотнокислого серебра, перемешивают и оставляют в покое на 5 мин.

При образовании мути проводят количественное определение хлоридов.

6.7.2 Количественный метод

Метод основан на осаждении хлоридов раствором азотнокислого серебра и осаждении избыточных ионов серебра раствором роданистого аммония в присутствии индикатора насыщенного раствора железоаммонийных квасцов.

6.7.2.1 Требования к условиям проведения анализа — по 6.2.1.

6.7.2.2 Отбор проб — по 6.1.

6.7.2.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 специального или высокого класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,00001 г.

Бюретка 1-2-25-0,1 или 2-2-50-0,1 по ГОСТ 29251.

Колбы конические типа Кн-2—250-ТС или ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 1(2)-2-2, 1(2)-2-25 по ГОСТ 29169.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, х. ч. (или фиксанал), раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

Квасцы железоаммонийные, х. ч., насыщенный раствор.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х. ч. (или фиксанал), раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

6.7.2.4 Подготовка к анализу

Приготовление реактивов проводят по общепринятым методикам.

К насыщенному раствору железоаммонийных квасцов приливают по каплям азотную кислоту до исчезновения бурой окраски; полученный раствор используют для анализа.

6.7.2.5 Проведение анализа

5 г пробы винной кислоты L(+) Е334 взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака и растворяют в 25 см^3 дистиллированной воды в конической колбе вместимостью 250 см^3. К раствору приливают из бюретки 10 см^3 раствора азотнокислого серебра и хорошо перемешивают в течение 1 мин. Смесь подкисляют 2 см^3 азотной кислоты, прибавляют к ней 2 см^3 насыщенного раствора железоаммонийных квасцов и избыток азотнокислого серебра оттитровывают раствором роданистого аммония до появления розового окрашивания.

6.7.2.6 Обработка результатов

Массовую долю хлоридов в пересчете на хлор-ион X_5, %, вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{0{,}00355 \cdot (V_1 - V_2) \cdot 100}{m}, \quad (6)$$

где 0,00355 — количество хлор-иона, соответствующее 1 см^3 раствора азотнокислого серебра молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, г;

V_1 — объем прибавленного раствора азотнокислого серебра молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, см^3;

V_2 — объем раствора роданистого аммония молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса пробы, г.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое абсолютное расхождение между которыми не должно превышать 0,001 %.

Доверительный интервал абсолютной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95 составляет 0,0007 %.

6.8 Определение массовой доли сульфатов

6.8.1 Титриметрический метод (ускоренный)

Метод основан на осаждении сульфатных ионов раствором хлористого бария в присутствии индикатора нитхромазо.

6.8.1.1 Требования к условиям проведения анализа — по 6.2.1.

6.8.1.2 Отбор проб — по 6.1.

6.8.1.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 специального или высокого класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,00001 г.

Бюретка 1-2-50-0,1 или 2-2-50-0,1 по ГОСТ 29251.

Колбы конические типа Кн-2—250-ТС или ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр мерный 1(2)-100 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1(2)-2-50 по ГОСТ 29169.

Капельница по ГОСТ 25336.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, х. ч., раствор молярной концентрации 0,01 моль/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Нитхромазо, ч. д. а., водный раствор массовой концентрации 2 г/дм^3.

6.8.1.4 Подготовка к анализу

Приготовление реактивов проводят по общепринятым методикам.

6.8.1.5 Проведение анализа

5 г пробы винной кислоты L(+) Е334 взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака, растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды в конической колбе вместимостью 250 см^3. К раствору прибавляют две капли раствора нитхромазо и титруют раствором хлористого бария до перехода фиолетовой окраски в голубую, не исчезающую в течение от 1 до 2 мин.

Титрование проводят так же, как при определении свободной серной кислоты (см. 6.6.2.5).

6.8.1.6 Обработка результатов

Массовую долю сульфатов в пересчете на сульфат-ион X_6, %, вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{0{,}00096 \cdot V \cdot 100}{m}, \quad (7)$$

где 0,00096 — количество сульфат-иона, соответствующее 1 см^3 раствора хлористого бария молярной концентрации 0,01 моль/дм^3, г;

V — объем раствора хлористого бария молярной концентрации 0,01 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса пробы, г.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое абсолютное расхождение между которыми не должно превышать 0,002 %.

6.8.2 Весовой метод

Метод основан на осаждении сульфатных ионов раствором хлористого бария и определении массы труднорастворимого сульфата бария прокаливанием его в муфельной печи при температуре 600 °С — 800 °С.

Метод применяется при возникновении разногласий в оценке качества.

6.8.2.1 Требования к условиям проведения анализа — по 6.2.1.

6.8.2.2 Отбор проб — по 6.1.

6.8.2.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 специального или высокого класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,00001 г.

Баня водяная с рабочей температурой от 20 °С до 100 °С, диаметром рабочего места не менее 110 мм.

Печь муфельная с рабочей температурой не ниже 800 °С.

Щипцы тигельные металлические длиной (210 ± 10) мм.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание температры 100 °С — 105 °С.

Воронки В-56—80 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы конические типа Кн-2—250-ТС или ТХС по ГОСТ 25336.

Промывалка с резиновой грушей.

Стекло часовое.

Стакан В(Н)-1(2)—250 ТС или ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 1(2)-2-5, 1(2)-2-10, 1(2)-2-50 по ГОСТ 29169.

Капельница по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная.

Тигель № 5 по ГОСТ 9147.

Фильтры обеззоленные марки «синяя лента», диаметром 90 мм.

Эксикатор по ГОСТ 25336, содержащий эффективный осушитель (кальций хлористый прокаленный).

Спирт этиловый по ГОСТ 5962, абсолютированный.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, х. ч., раствор массовой концентрации 50 г/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х. ч., раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

6.8.2.4 Подготовка к анализу

Приготовление реактивов проводят по общепринятым методикам.

6.8.2.5 Проведение анализа

5 г пробы винной кислоты L(+) Е334 взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака, растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды в стакане вместимостью 250 см^3 при нагревании на водяной бане. К раствору прибавляют 10 см^3 раствора соляной кислоты. Жидкость нагревают до кипения и, помешивая стеклянной палочкой, по каплям прибавляют 5 см^3 раствора хлористого бария, предварительно нагретого до температуры 70 °С — 80 °С. После этого стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают 1 ч в теплом месте при температуре 60 °С. По истечении указанного времени раствор фильтруют через фильтр. Осадок в стакане дважды промывают горячей дистиллированной водой (метод декантирования), приливая ее каждый раз по 10 см^3. После этого осадок переводят на фильтр стеклянной палочкой с резиновым наконечником и промывают горячей дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион хлора (проба с азотнокислым серебром).

Фильтр с осадком вынимают из воронки, помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы фарфоровый тигель. Края фильтра подгибают с наружной стороны внутрь с таким расчетом, чтобы можно было поместить его ниже краев тигля. Тигель с фильтром высушивают в сушильном шкафу при температуре 100 °С — 105 °С, осторожно озоляют и прокаливают при температуре 600 °С — 800 °С муфельной печи до постоянной массы.

После охлаждения в эксикаторе тигель с осадком взвешивают.

6.8.2.6 Обработка результатов

Массовую долю сульфатов в пересчете на сульфат-ион X_7, %, вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{0{,}41 \cdot (m_2 - m_1) \cdot 100}{m}, \quad (8)$$

где 0,41 — коэффициент пересчета сернокислого бария на сульфаты;

m_2 — масса тигля с осадком, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса пробы, г.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое абсолютное расхождение между которыми не должно превышать 0,004 %.

6.9 Определение массовой доли ртути — по ГОСТ 33412, ГОСТ EN 15763.

6.10 Определение массовой доли свинца — по ГОСТ 30178, ГОСТ 30538, ГОСТ EN 14084, ГОСТ EN 15763.

6.11 Определение массовой доли мышьяка — по ГОСТ 30538, ГОСТ 31266 или ГОСТ 33411, ГОСТ EN 15763 со следующим дополнением. Для фиксации мышьяка на верхний конец трубки помещают полоску бромнортутной бумаги, затем полоску фильтровальной бумаги и плотно прижимают их резиновым кольцом.

6.12 Тест на оксалаты с уксуснокислым кальцием

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

6.12.1 Требования к условиям проведения анализа — по 6.2.1.

6.12.2 Отбор проб — по 6.1.

6.12.3 Средства измерений, посуда, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 специального или высокого класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,00001 г.

Колбы конические типа Кн-2—100 ТС или ТХС по ГОСТ 25336.

Воронки В-56—80 ХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 1(2)-2-2, 1(2)-2-25 по ГОСТ 29169.

Фильтры обеззоленные марки «синяя лента», диаметром 90 мм.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кальций уксуснокислый по ГОСТ 3159, ч. д. а., раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

6.12.4 Подготовка к анализу

Приготовление реактивов проводят по общепринятым методикам.

6.12.5 Проведение анализа

5 г пробы винной кислоты L(+) Е334 взвешивают с точностью до третьего десятичного знака, растворяют в 25 см^3 дистиллированной воды, при необходимости фильтруют и прибавляют 2 см^3 раствора уксуснокислого кальция. По истечении 1 ч не должно наблюдаться помутнения раствора и образования осадка.

6.13 Тест на барий с серной кислотой

Метод основан на визуальном определении труднорастворимого сульфата бария при осаждении бария серной кислотой.

6.13.1 Требования к условиям проведения анализа — по 6.2.1.

6.13.2 Отбор проб — по 6.1.

6.13.3 Средства измерений, посуда, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 специального или высокого класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,00001 г.

Воронки типа В-56—80 ХС по ГОСТ 25336.

Колба мерная 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн-1(2)—100 ТС или ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 1(2)-2-2, 1(2)-2-5, 1(2)-2-10 по ГОСТ 29169.

Фильтры обеззоленные марки «синяя лента», диаметром 90 мм.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

6.13.4 Подготовка к анализу

Приготовление реактивов проводят по общепринятым методикам.

6.13.5 Проведение анализа

Готовят раствор пробы винной кислоты L(+) Е334 массовой концентрации 100 г/дм^3. К 10 см^3 раствора пробы винной кислоты L(+) Е334, при необходимости предварительно профильтрованного, прибавляют 2—3 см^3 раствора серной кислоты и нагревают до кипения. При этом не должно быть помутнения или выпадения осадка.

6.14 Тест на ферроцианиды с хлорным железом

Метод основан на определении окраски берлинской лазури, образуемой при взаимодействии ферроцианидов с раствором хлорного железа.

6.14.1 Требования к условиям проведения анализа — по 6.2.1.

6.14.2 Отбор проб — по 6.1.

6.14.3 Средства измерений, посуда, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 специального или высокого класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,00001 г.

Пробирки П1(2)—14(16, 21)—120(150, 200) ХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 1(2)-2-10 по ГОСТ 29169.

Воронки типа В-56—80 ХС по ГОСТ 25336.

Капельница по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Железо хлорное по ГОСТ 4147, х. ч., раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Кислота винная L(+) Е334 с содержанием основного вещества не менее 99,0 %.

6.14.4 Подготовка к анализу

Приготовление реактивов проводят по общепринятым методикам.

6.14.5 Проведение анализа

2 г пробы винной кислоты L(+) Е334 взвешивают с точностью до третьего десятичного знака, растворяют в 10 см^3 дистиллированной воды в пробирке. К полученному раствору прибавляют три капли раствора хлорного железа и две капли соляной кислоты.

Параллельно готовят раствор сравнения аналогично приготовлению раствора анализируемой пробы, но содержащий вместо анализируемой пробы винной кислоты L(+) Е334 образец винной кислоты L(+) Е334 с известным содержанием основного вещества и все реактивы в количестве, используемом при основном определении.

Окраска испытуемой пробы должна быть одинаковой с окраской раствора сравнения.

6.15 Определение угла удельного оптического вращения

Удельное оптическое вращение $[\alpha]_D^{20}$ представляет собой угол вращения α плоскости поляризации монохроматического света при длине волны линии *D* спектра натрия (589,3 нм), выраженный в градусах, измеренный при температуре 20 °С, рассчитанный для толщины слоя испытуемого вещества 1 дм и приведенный к концентрации вещества, равной 1 г/см^3. При определении [α] в растворах винной кислоты L(+) Е334 необходимо иметь в виду, что найденная величина может зависеть от природы растворителя и концентрации кислоты. Замена растворителя может привести к изменению [α] не только по величине, но и по знаку. В этой связи для определения угла удельного оптического вращения винной кислоты L(+) Е334 необходимо использовать в качестве растворителя дистиллированную воду, а концентрация винной кислоты L(+) Е334 в растворе должна составлять 0,2 г/ см^3.

6.15.1 Требования к условиям проведения анализа — по 6.2.1.

6.15.2 Отбор проб — по 6.1.

6.15.3 Средства измерений, посуда, материалы и реактивы

Поляриметр для измерения угла оптического вращения α с источником монохроматического света с длиной волны линии спектра натрия 589,3 нм, позволяющий проводить измерения с точностью не менее ±0,02° при температуре (20 ± 0,5) °С.

Стеклянная трубчатая кювета длиной 200—210 мм для поляриметрических измерений.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 специального или высокого класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,00001 г.

Колба мерная 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.15.4 Подготовка к измерению

Взвешивают 20 г сухой винной кислоты L(+) Е334 (чистотой не менее 95 %) с точностью 0,001 г. Навеску переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют дистиллированную воду и перемешивают содержимое колбы до полного растворения навески. Визуально прозрачный раствор винной кислоты L(+) Е334 должен быть использован для измерения угла оптического вращения в течение 30 мин после его приготовления.

6.15.5 Проведение измерения

Подготовку поляриметра к измерению, установку прибора на нулевую точку или определение величины поправки с трубчатой кюветой, заполненной дистиллированной водой, а также измерение угла

оптического вращения винной кислоты L(+) Е334 в растворе, приготовленном согласно 6.15.4, проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

После установки поляриметра на нулевую точку или определения величины поправки проводят основное измерение угла оптического вращения винной кислоты L(+) Е334, находящейся в растворе по 6.15.4.

Проводят три параллельных измерения.

Рассчитывают среднее арифметическое результатов измерений угла оптического вращения.

6.15.6 Расчет и выражение результатов

Величину угла удельного оптического вращения винной кислоты L(+) Е334 [α], град, рассчитывают по формуле

$$[\alpha] = \frac{\alpha \cdot 100}{L \cdot C}, \quad (9)$$

где α — среднее арифметическое значение измеренного угла оптического вращения, град;

100 — поправочный коэффициент;

L — толщина слоя раствора винной кислоты L(+) Е334 в трубчатой кювете, дм;

С — концентрация раствора винной кислоты L(+) Е334, г/100 см^3.

За окончательный результат принимают значение, рассчитанное по формуле (9) и округленное до первого десятичного знака.

Примечание — Поскольку влияние температуры на значение угла оптического вращения винной кислоты L(+) Е334 незначительно, то температурной поправкой при проведении измерения пренебрегают.

6.16 Определение изотопного состава углерода $^{13}C/^{12}C$ ($\delta^{13}C$)

Определение изотопного состава углерода $^{13}C/^{12}C$ ($\delta^{13}C$) в винной кислоте L(+) Е334 проводят путем масс-спектрометрического измерения изотопного состава углерода $^{13}C/^{12}C$ в молекулах диоксида углерода CO_2 (*m/z* = 44, *m/z* = 46), образующихся в ходе высокотемпературного окислительно-восстановительного разложения исходной пробы L(+)-винной кислоты чистотой не менее 95 %.

6.16.1 Требования к условиям проведения анализа — по 6.2.1.

6.16.2 Отбор проб — по 6.1.

6.16.3 Средства измерений, посуда, материалы и реактивы

Гелий для анализа (CAS № 07440-59-7).

Кислород для анализа (CAS № 07782-44-7).

Реагенты для окисления, восстановления для печи и системы сжигания.

Водопоглощающий реагент для удаления воды, образующейся при сгорании, — перхлорат магния (CAS № 10034-81-8).

Одноразовые оловянные капсулы.

Диоксид углерода CO_2 (CAS № 00124-38-9) чистотой не менее 99,998 %.

Рабочие и контрольные стандартные образцы со значением $\delta^{13}C$, калиброванные по международным стандартным образцам, например, IAEA-600 «Кофеин» ($\delta^{13}C$ = −27,771 ± 0,043 ‰), IAEA-601 «Бензойная кислота» ($\delta^{13}C$ = −28,81 ± 0,04 ‰), IAEA-602 «Бензойная кислота» ($\delta^{13}C$ = −28,85 ± 0,04 ‰), USGS-40 «Глутаминовая кислота» ($\delta^{13}C$ = −26,39 ± 0,04 ‰), USGS-24 «Элементарный углерод» ($\delta^{13}C$ = −16,05 ± 0,07 ‰), USGS-55 «Древесина кордии» ($\delta^{13}C$ = −27,13 ± 0,02 ‰) или другой сертифицированный стандартный образец с известным значением показателя $\delta^{13}C$.

Масс-спектрометр IRMS/SIRA изотопных отношений, позволяющий проводить измерения изотопомеров диоксида углерода CO_2, полученных в результате сжигания, с точностью ±0,1 ‰ для С (точностью измерений является разница между двумя измерениями одного и того же образца газа). Используемый масс-спектрометр должен быть оснащен серией токоприемников для одновременного измерения ионных токов: *m/z* = 44, 45, 46 или *m/z* = 28, 29, 30. Изотопный состав углерода $^{13}C/^{12}C$ определяется с помощью отношения интенсивностей *m/z* = 45 и *m/z* = 44 после поправок на изобарные процессы $^{12}C^{17}O^{16}O$, влияние которых можно рассчитать как функцию интенсивности тока, измеренную для *m/z* = 46, и относительной распространенности ^{18}O и ^{17}O (поправка Крейга). Масс-спектрометр для определения изотопных отношений должен быть оснащен системой двустороннего напуска для поочередного измерения исследуемого образца и стандарта или системой с непрерывной подачей,

которая подает в масс-спектрометр то количество газов, которое образуется при сжигании образцов и рабочих стандартных образцов.

Элементный анализатор для высокотемпературного окислительно-восстановительного разложения (сжигания), которое может обеспечивать количественное преобразование образца в диоксид углерода (при сжигании), а также разделять газы и удалять воду без фракционирования изотопов. Оборудование может представлять собой либо систему с непрерывным потоком гелия, интегрированную в масс-спектрометр IRMS/SIRA, либо автономную систему сжигания. В последнем случае газы собираются в специальные контейнеры, которые затем соединяются с масс-спектрометром IRMS/SIRA изотопных отношений.

Аналитические микровесы для взятия навесок проб в диапазоне от 0 до 100 мг с точностью ±0,01 мг.

Фарфоровая ступка с пестиком по ГОСТ 9147.

6.16.4 Подготовка к анализу

Анализ проводят на образце сухой винной кислоты L(+) Е334 чистотой не менее 95 % без предварительной подготовки пробы. Для получения однородной массы образцы растирают в ступке.

6.16.5 Проведение анализа

Приведенное ниже описание относится к процедуре, которая, как правило, выполняется при сжигании пробы с помощью коммерческих автоматизированных систем сжигания. Возможно использование других методов, обеспечивающих количественное преобразование образцов в диоксид углерода без потерь на испарение.

6.16.5.1 Чистую оловянную капсулу берут микропинцетом и помещают в штатив для капсул. С помощью специального шпателя в капсулу помещают необходимое количество исходного образца винной кислоты L(+) Е334.

Примечание — Необходимое количество исходного образца винной кислоты L(+) Е334, помещаемое в оловянную капсулу, определяют по разнице между интенсивностью сигнала CO_2 при сжигании пробы и сигнала CO_2, полученного при сжигании рабочего стандартного образца (или эталонного материала), которая не должна превышать 50 %. Для обеспечения указанного предела приемлемости результатов измерений необходимо провести предварительное измерение, которое указывает на количество исходного образца винной кислоты L(+) Е334. Взятие необходимой навески исходного образца винной кислоты L(+) Е334 проводят на аналитических микровесах.

6.16.5.2 Капсулу герметично закрывают с помощью микропинцета. Для каждого образца винной кислоты L(+) Е334 готовят не менее двух капсул. Капсулы помещают в штатив автосамплера элементного анализатора (при наличии). Все капсулы должны быть последовательно пронумерованы. Капсулы с рабочим стандартным образцом последовательно размещают в начале и в конце серии проб.

6.16.5.3 Для обеспечения оптимального сжигания образца температуру печи элементного анализатора, а также потоки газообразного диоксида углерода, гелия и кислорода регулируют в соответствии с инструкциями производителя оборудования. Проводят проверку на отсутствие утечек в системе для элементного анализа и масс-спектрометра IRMS/SIRA (например, путем проверки ионного тока для отношения m/z = 40, соответствующего аргону). Масс-спектрометр IRMS/SIRA токов регулируют в соответствии с инструкциями производителя оборудования. Перед началом измерений систему проверяют с помощью рабочих стандартных образцов.

6.16.5.4 Герметично закрытые оловянные капсулы с образцами последовательно вводят в автоматический пробоотборник элементного анализатора. Газы, образующиеся при сгорании каждой пробы, последовательно подаются в масс-спектрометр IRMS/SIRA, измеряющий ионные токи. Компьютер, подключенный к масс-спектрометру IRMS/SIRA, и соответствующее программное обеспечение обеспечивают регистрацию ионных токов и расчет значений $\delta^{13}C$ для каждого образца.

6.16.6 Расчет и выражение результатов

Значения $^{13}C/^{12}C$ рассчитывают и выражают по шкале дельта $\delta^{13}C_{VPDB}$, ‰, относительно международного стандарта V-PDB (Венский стандарт изотопного состава углерода) по формуле

$$\delta^{13}C_{VPDB} = [(^{13}C/^{12}C)_{проба} - (^{13}C/^{12}C)_{VPDB}/(^{13}C/^{12}C)_{VPDB}] \cdot 1000, \quad (10)$$

где $(^{13}C/^{12}C)_{VPDB}$ — международный стандартный образец для измерений изотопного состава углерода $^{13}C/^{12}C$ (см. 6.16.3);

$(^{13}C/^{12}C)_{проба}$ — отношение изотопов углерода в анализируемой пробе винной кислоты L(+) Е334;

1000 — поправочный коэффициент.

Расчет результатов измерений осуществляется в автоматическом режиме программным обеспечением компьютера, подключенного к масс-спектрометру IRMS/SIRA. Не менее двух международных стандартных образцов или рабочих стандартных образцов (см. 6.16.3) должны быть помещены в начале и в конце последовательности капсул с пробами. Рекомендуется выбирать и использовать стандартные образцы с сертифицированными значениями, лежащими в крайних пределах диапазона измерений (например, USGS-24 и 55). По двум точкам, предоставленными международными стандартными образцами (или рабочими стандартными образцами), строится интерполяционная прямая и рассчитывается соответствующее уравнение, которое затем используется для корректировки всех результатов измерений.

6.16.7 Контроль определения

Среднее значение, полученное для рабочих стандартных образцов, используемых лабораторией, должно находиться в пределах диапазона достоверности, установленного лабораторией во время калибровки системы для масс-спектрометрических измерений.

Абсолютная разница между результатами двух повторных измерений одного и того же образца винной кислоты L(+) E334 должна составлять не более 0,3 ‰.

7 Транспортирование и хранение

7.1 Транспортирование и хранение винной кислоты L(+) E334 должны соответствовать требованиям нормативных правовых актов и (или) технических регламентов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

Примечание — Информация о технических регламентах и нормативных правовых актах приведена в приложении А.

7.2 Винную кислоту L(+) E334 перевозят в крытых транспортных средствах всеми видами транспорта в соответствии с правилами транспортирования грузов, действующими на соответствующих видах транспорта.

7.3 Винную кислоту L(+) E334 хранят в упаковке изготовителя в сухих отапливаемых помещениях на стеллажах или поддонах при температуре от 10 °С до 25 °С и относительной влажности воздуха не более 65 %.

7.4 Срок годности винной кислоты L(+) E334 устанавливается изготовителем.

Приложение А
(справочное)

Информация о применяемых технических регламентах и нормативных правовых актах в странах СНГ

Наименование технического регламента или нормативного правового акта	Государство — участник СНГ
Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 029/2012 «Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов и технологических вспомогательных средств»[1)]	AM, BY, KZ, KG, RU
Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 021/2011 «О безопасности пищевой продукции»[2)]	AM, BY, KZ, KG, RU
Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 005/2011 «О безопасности упаковки»[3)]	AM, BY, KZ, KG, RU
Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 022/2011 «Пищевая продукция в части ее маркировки»[4)]	AM, BY, KZ, KG, RU

[1)] К пунктам 3.1.2, 3.1.7, 3.2.1, 3.3.1, 3.3.5, 3.4 настоящего стандарта.

[2)] К пунктам 3.1.2, 3.2.1, 4.5, 4.9, 7.1 настоящего стандарта.

[3)] К пунктам 3.3.1, 3.3.5 настоящего стандарта.

[4)] К пункту 3.4 настоящего стандарта.

УДК 661.73:006.354 МКС 67.220.20

Ключевые слова: пищевая добавка Е334, винная кислота L(+) Е334, показатели качества, упаковка, маркировка, требования безопасности, правила приемки, методы контроля, транспортирование, хранение

Редактор *Е.Ю. Митрофанова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *М.В. Малеевой*

Сдано в набор 15.11.2024. Подписано в печать 09.12.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,80.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

МКС 67.220.20

Поправка к ГОСТ 21205—2024 Добавки пищевые. Кислота винная L(+) Е334. Технические условия

В каком месте	Напечатано	Должно быть
1 Область применения	(Ru 08.018, FEMA 3044, CAS 133-37-9).	(FEMA 3044, CAS 87-69-4).

(ИУС № 10 2025 г.)

gost.e-ecolog.ru