Издание официальное

Всесоюзный Комитет Стандартов при Совете Министров СССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ОБЩЕСОЮЗНЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 4815—49
	ВИТАМИН С Аскорбиновая кислота	Пищевая промышленность Р14

Настоящий стандарт распространяется на кристаллическую аскорбиновую кислоту (Витамин С), полученную синтетическим путем из глюкозы.

I. КЛАССИФИКАЦИЯ

1. В зависимости от назначения аскорбиновая кислота делится на:

а) медицинскую,

б) пищевую.

II. ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

2. Сырье и материалы. При выработке аскорбиновой кислоты применяется следующее основное сырье и материалы: ацетон реактивный, водород технический, глюкоза кристаллическая гидратная, дрожжи хлебопекарные прессованные, калий марганцовокислый реактивный, кальций хлористый технический, кислота серная реактивная, кислота соляная техническая и реактивная, натр едкий технический жидкий, спирт этиловый ректификованный, сплав никеля и алюминия, хлороформ технический.

3. Указанные выше сырье и материалы по своему качеству должны соответствовать требованиям действующих стандартов.

4. Выработка аскорбиновой кислоты производится по технологической инструкции Министерства пищевой промышленности СССР.

5. По органолептическим показателям аскорбиновая кислота должна удовлетворять следующим требованиям:

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Перепечатка воспрещена

Цена 55 коп.

Внесен Министерством пищевой промышленности СССР	Утвержден Всесоюзным Комитетом Стандартов 12/V 1949 г.	Срок введения 1/VIII 1949 г.

gost.e-ecolog.ru

Показатели	Медицинская	Пищевая
а) Структура	Однородный мелкокристаллический порошок, проходящий через шелковое сито № 21, без комков и посторонних примесей	
б) Цвет	Белый	Белый с сероватым оттенком, допускается слабожелтоватый оттенок
в) Вкус	Кислый без постороннего привкуса	
г) Запах	Отсутствует	

6. По физико-химическим показателям аскорбиновая кислота должна удовлетворять следующим требованиям:

Показатели	Медицинская	Пищевая
а) Влажность в %%, не более	0,3	0,3
б) Аскорбиновая кислота в %%, не менее	98	96
г) Температура плавления в °С (с разложением), не ниже	186	182
г) Зола общая в %%, не более	0,1	0,3
д) Соли тяжелых металлов	Не допускаются	
е) Сульфаты в %%, не более	0,04	—
ж) Хлориды в %%, не более	0,05	—

Примечание. В качестве примесей в аскорбиновой кислоте допускаются кетогулоновая кислота и ее эфиры.

III. РАСФАСОВКА, УПАКОВКА, МАРКИРОВКА

7. Аскорбиновую кислоту расфасовывают:

а) Мелкая расфасовка: весом нетто до 5 *г* — в чистые пробирки и флаконы; от 100 до 200 *г* — в чистые стеклянные флаконы с навинчивающимися крышками;

б) Крупная расфасовка: весом нетто от 0,5 до 10 *кг* — в чистые картонные или фанерные барабаны, парафинирован-

ные внутри и выложенные пергаментной или подпергаментной бумагой, а также в стеклянные банки, флаконы и жестяные коробки, выложенные внутри пергаментной бумагой.

8. Для отдельных единиц расфасовки допускаются отклонения по весу нетто:

а) при расфасовке до 200 *г* вкл. . . . . ± 1%

б) при расфасовке более 200 *г* . . . . ± 0,5%

9. Упаковка пробирок, флаконов, банок, барабанов и коробок должна быть герметичной и предохранять продукт от загрязнения и увлажнения; упаковка аскорбиновой кислоты в картонные барабаны должна обеспечивать сохранность продукта и исключать возможность деформации барабанов.

10. Пробирки и флаконы закрывают чистыми и сухими пробками с прокладкой из пергаментной, подпергаментной или парафинированной бумаги, опечатывают смолкой с оттиском заводской печати.

Навинчивающиеся крышки банок и флаконов должны иметь прокладку из пергаментной, подпергаментной или парафинированной бумаги, вырезанную точно по размеру внутренней поверхности крышки; сверху крышки оклеивают бандеролью.

Картонные и фанерные барабаны, парафинированные внутри и выложенные пергаментной, подпергаментной или парафинированной бумагой, закрывают крышками, края которых оклеивают вокруг барабана бандеролью.

Жестяные коробки, выложенные внутри пергаментной бумагой или снабженные пергаментным мешком, закрывают жестяной крышкой, края которой оклеивают вокруг бандеролью.

11. Каждая единица расфасовки должна быть снабжена этикеткой, на которой указывается:

а) наименование завода-изготовителя, министерства и главка;

б) название продукта «Витамин С. Аскорбиновая кислота» (пищевая или медицинская);

в) номер партии, номер и дата анализа;

г) дата изготовления продукта;

д) вес нетто;

е) «ГОСТ 4815—49».

Кроме того на этикетке должна быть надпись: «Хранить в укупоренном виде в сухом и темном месте».

12. Укупоренные пробирки, флаконы, банки, барабаны и коробки упаковывают в прочные деревянные ящики следующим образом:

а) каждые 10 пробирок обертывают бумагой, укладывают в ящик рядами, перестилая каждый ряд сухим упаковочным материалом (вата, лигнин, мелкая стружка);

б) банки и флаконы обертывают бумагой, укладывают в ящик правильными рядами, прокладывая стеклотару ватой, лигнином, бумагой или мелкой стружкой;

в) барабаны и коробки укладывают в прочные деревянные ящики и укупоривают.

13. Вес брутто упакованной продукции в ящике не должен превышать 20 *кг*.

14. Каждый ящик обтягивают по торцам железной проволокой или стальной лентой.

При транспортировании по железным дорогам в районы Крайнего Севера и Дальнего Востока деревянные ящики обтягивают крестообразно стальными упаковочными лентами.

15. Каждый ящик маркируется на торцовой стороне при помощи трафарета с указанием следующих данных:

а) наименование завода-изготовителя;

б) название продукта «Витамин С. Аскорбиновая кислота» (пищевая или медицинская);

в) номер партии;

г) дата изготовления продукта;

д) количество продукта в единице расфасовки в *г*, вид и количество единиц расфасовки в ящике;

е) вес нетто и брутто;

ж) «ГОСТ 4815—49».

Кроме того на каждом ящике должны быть надписи: «Хранить в сухом месте» и для стеклотары: «Осторожно — стекло!»

IV. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ И ОТБОРА ПРОБ

16. Каждая партия аскорбиновой кислоты должна сопровождаться сертификатом, выданным инспекцией по качеству Министерства пищевой промышленности СССР, или (в случае отсутствия инспекторского пункта) удостоверением о качестве, выданным лабораторией завода-изготовителя.

Партией считается продукция одного вида (пищевая или медицинская), характеризуемая одинаковыми качественными показателями, выработанная в один цикл производства и обозначенная одним номером.

17. Сертификат или удостоверение о качестве аскорбиновой кислоты выдается на основании:

а) осмотра расфасовки, упаковки и маркировки;

б) органолептической оценки продукта;

в) лабораторного анализа пробы, зафиксированного в журнале лабораторных анализов.

18. Для осмотра расфасовки, упаковки и маркировки отбирают 10% всех тарных мест, но не менее трех ящиков или барабанов. При внешнем осмотре упакованных единиц отмечают:

а) наличие этикетки и состояние этикетной надписи;

б) правильность маркировки;

в) внешний вид тары: наличие дефектов в упаковке, видимое нарушение герметичности, трещины на стекле и пр.

19. Для проверки качества аскорбиновой кислоты из отобранных согласно п. 18 настоящего стандарта ящиков и барабанов отбирают:

а) при расфасовке в пробирки, флаконы и банки из каждого отобранного места, в зависимости от величины партии, берут от одной до трех пробирок или по одному флакону и банке;

б) при расфасовке в барабаны и коробки — из разных (но не менее трех) мест барабана и коробки отбирают 50—100 *г* продукта в отдельную чистую, сухую банку и после тщательного перемешивания выделяют среднюю пробу в количестве 100 *г*.

20. Отобранные пробирки, флаконы и банки вскрывают, содержимое их помещают в чистую, сухую банку, тщательно перемешивают и отбирают среднюю пробу в количестве 100 *г*. Эту пробу, а равно и пробу, отобранную согласно п. 19б, помещают в две банки.

Одна часть пробы предназначается для органолептической оценки и анализа, другая часть пробы хранится в лаборатории завода в течение шести месяцев со дня выработки продукта.

21. Пробу, оставляемую на хранение, тщательно укупоривают, опечатывают и снабжают этикеткой с указанием:

а) названия продукта: «Аскорбиновая кислота (пищевая или медицинская)»;

б) номера партии и даты изготовления продукта;

в) номера сертификата или удостоверения о качестве;

г) даты отбора пробы;

д) фамилии лица, отбиравшего пробу.

V. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

22. Определение структуры, цвета, вкуса и запаха производят органолептически: структуру и цвет оценивают на белой поверхности при дневном естественном освещении. Для оценки запаха берут чистую стеклянную банку,

помещают в нее на $^3/_4$ объема пробу и закрывают притертой пробкой.

Через час открывают банку и определяют запах на уровне края горлышка банки.

23. Определение влажности. Небольшой бюкс взвешивают после выдержки в течение 2—3 час. в тех же условиях, при которых производят высушивание навески, помещают в него 1,0—1,5 *г* аскорбиновой кислоты и вновь взвешивают на аналитических весах.

Бюкс с навеской помещают в вакуум-эксикатор или вакуум-сушильный шкаф; открыв предварительно крышку, выдерживают в течение 3 час. при 25—30° С и разряжении не менее 600 *мм*.

После высушивания бюкс закрывают крышкой и снова взвешивают.

Влажность в процентах (X_1) вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{(G_1 - G_2) \cdot 100}{G_1},$$

где:

G_1 — вес вещества до высушивания в *г*;

G_2 — вес вещества после высушивания в *г*.

Результат вычисляют с точностью до 0,1%.

24. Определение температуры плавления. Для определения применяют специальный прибор или широкогорлую колбочку, в которую помещают на корковой пробке широкую пробирку, а в последнюю вставляют на пробке точный термометр на 250—300° С. Колбочку наполняют глицерином, либо вазелиновым маслом, либо концентрированной серной кислотой с таким расчетом, чтобы жидкость в колбе после опускания в нее пробирки занимала не более $^2/_3$ объема. Пробирка должна отстоять от дна колбочки на 0,5—1,5 *см*.

Термометр на пробке пробирки укрепляют таким образом, чтобы его резервуар находился ниже уровня жидкости в колбе.

Пробу аскорбиновой кислоты, предварительно высушенную, в соответствии с п. 23 (после определения влажности) осторожно растирают пестиком на часовом стекле в тонкий порошок и набирают в стеклянный тонкостенный капилляр диаметром 1—1,5 *мм*, запаянный с одного конца.

Для уплотнения пробы капилляру дают 15 раз упасть запаянным концом на стекло сквозь узкую стеклянную трубку длиной около 1 *м*. Вещество, внесенное в капилляр после уплотнения, должно представлять столбик высотой 2—3 *мм*.

Собранный прибор нагревают на сетке вначале быстро, а затем, по мере приближения к ожидаемой температуре плавления (примерно за 10° С), наполненный капилляр прикрепляют при помощи резинового колечка к термометру так, чтобы проба вещества находилась на уровне середины ртутного резервуара термометра. После этого прибор продолжают нагревать так, чтобы температура поднималась не быстрее чем на 2° в одну минуту.

В течение всего процесса нагревания наблюдают за состоянием пробы в капилляре. Плавление аскорбиновой кислоты определяют по потемнению пробы и резкому вспучиванию ее от газов, выделяющихся при разложении.

Температуру плавления аскорбиновой кислоты вычисляют как среднее арифметическое из 3 параллельных определений.

25. Определение количества общей золы. Навеску продукта в количестве около 0,5 *г* отвешивают на аналитических весах в прокаленный и взвешенный фарфоровый тигель, осторожно нагревают на сетке и затем, после обугливания, прокаливают в муфельной или тигельной печи (при красном калении до постоянного веса).

Охлаждение тигля производят в эксикаторе над хлористым кальцием.

Содержание общей золы в процентах (X_2) вычисляют по формуле:

$$X_2 = \frac{G_2 \cdot 100}{G_1},$$

где:

G_1 — вес навески до озоления в *г*;

G_2 — вес навески после озоления в *г*.

Результат вычисляют с точностью до 0,01%.

26. Проба на тяжелые металлы. Зольный остаток, полученный как указано в п. 25, обрабатывают в тигле при нагревании на сетке 1 *мл* насыщенного раствора уксуснокислого аммония и затем 5 *мл* воды. При наличии большого количества золы для обработки последней употребляют соответственно двойное количество аммония и воды.

Содержимое тигля фильтруют в пробирку из бесцветного стекла диаметром 1,5 *см* через небольшой беззольный фильтр: тигель и фильтр промывают дополнительно еще 5—8 *мл* воды, присоединяя промывные воды к испытуемому раствору. Проверяют реакцию при помощи лакмусовой бумажки и, в случае щелочной реакции, доводят ее до нейтральной или слабокислой (по лакмусу) добавлением нескольких капель 30%-ной уксусной кислоты.

Общее количество раствора в пробирке после указанной обработки должно составлять не более 10 *мл*. Если раствора получено больше, его упаривают на водяной бане до объема в 10 *мл*.

К 10 *мл* полученного раствора прибавляют 1 *мл* 30%-ной уксусной кислоты, 5 капель 10%-ного раствора сернистого натрия (см. п. 31), закрывают каучуковой пробкой, встряхивают и оставляют в покое на 1 мин. Полученный раствор сравнивают с эталонным раствором, состоящим из 10 *мл* 0,00005%-ного раствора свинец-иона, 1 *мл* 30%-ной уксусной кислоты и 5 капель раствора сернистого натрия, помещенного также в пробирку из бесцветного стекла диаметром 1,5 *см*.

При появлении в испытуемом растворе буроватого окрашивания последнее не должно быть интенсивнее окрашивания эталонного раствора. Допускается наличие слабой опалесценции

27. Проба на сульфаты. Навеску продукта около 0,25 *г*, взятую на аналитических весах, растворяют в эрленмейеровской колбе емкостью 50 *мл* в 10 *мл* воды и доводят до нейтральной реакции (по лакмусовой бумажке) при помощи 10%-ного раствора аммиака. К полученному раствору добавляют 0,5 *мл* соляной кислоты (1 *г* соляной кислоты, уд. в. 1,19, на 2 части воды) и 1 *мл* 10%-ного раствора хлористого бария. Содержимое колбы перемешивают, переносят в пробирку и через 10 мин. сравнивают с эталонным раствором, состоящим из 10 *мл* 0,001%-ного раствора сульфат-иона, к которому добавляют 0,5 *мл* того же раствора соляной кислоты и 1 *мл* того же раствора хлористого бария.

Муть, появившаяся в испытуемом растворе, не должна быть сильнее мути в эталонном растворе, что соответствует содержанию сульфатов в испытуемом веществе не более 0,04%.

28 Проба на хлориды. К 10 *мл* 2%-ного раствора аскорбиновой кислоты прибавляют 0,5 *мл* разведенной (1 : 2) азотной кислоты, хорошо взбалтывают и через 30 мин прибавляют 0,5 *мл* 1%-ного раствора азотнокислого серебра. Если появится опалесценция, она не должна быть интенсивнее опалесценции 10 *мл* эталонного раствора (содержащего 0,00002% хлор-иона и обработанного точно так же и в таких же условиях).

29. Определение содержания аскорбиновой кислоты

а) *Иодатный метод*

Среднюю пробу аскорбиновой кислоты, поступившую на анализ, высыпают в бюкс и тщательно перемешивают, затем

берут оттуда три навески по 1 *г*. Взвешивание производят на аналитических весах с точностью до 0,0002 *г*, каждую навеску переводят количественно в мерную колбу с притертой пробкой на 100 *мл* и растворяют в дестиллированной воде, перегнанной в аппаратуре из стекла. По растворении аскорбиновой кислоты, жидкость в колбе доводят до метки. Содержимое колбы перемешивают путем переворачивания колбы.

Перед титрованием из полученного раствора отбирают пипеткой пробы в количестве 10 *мл*, переносят в эрленмейеровские колбы емкостью 50—100 *мл*, приливают по 0,5 *мл* 1%-ного раствора иодистого калия, по 2 *мл* 0,5%-ного раствора крахмала и по 1 *мл* 2%-ного раствора соляной кислоты Титрование производят из макробюретки 0,1 н раствором иодноватокислого калия (KJO_3) до появления стойкого слабосинего скрашивания. Титрационные числа, при повторных титрованиях, не должны отличаться друг от друга более чем на 0,03—0,05 *мл*.

Из полученного среднего титрационного числа вычитают поправку на «слепой» опыт.

При проведении «слепого» опыта в эрленмейеровскую колбу вместо 10 *мл* раствора аскорбиновой кислоты вносят 10 *мл* дестиллированной воды, остальные реактивы те же, что и выше; титрование производят из микробюретки до появления слабосинего окрашивания (поправка на «слепой» опыт обычно колеблется в пределах 0,01—0,02 *мл*).

Содержание аскорбиновой кислоты в процентах (X_3) вычисляют по формуле:

$$X_3=\frac{(V-a)\cdot k\cdot V_1\cdot 0{,}0088\cdot 100}{G\cdot V_2},$$

где:

V — количество раствора иодноватокислого калия, пошедшее при титровании, в *мл*;

a — поправка на «слепой» опыт в *мл*;

k — поправка на титр иодноватокислого калия, равная 1, если иодноватокислый калий точно 0,1 н;

V_1 — объем, до которого доведена навеска, в *мл*;

0,0088 — количество аскорбиновой кислоты в *г*, соответствующее 1 *мл* 0,1 н раствора иодноватокислого калия;

G — навеска в *г*;

V_2 — количество анализируемого раствора, взятое для титрования, в *мл*.

Результаты параллельных определений в навесках аскорбиновой кислоты, из которых берется среднее, не должны расходиться между собою более чем на 0,5%.

б) *Иодометрический метод*

Взвешивание навески и приготовление раствора см. п. 29а. Перед титрованием из полученного раствора отбирают пипеткой пробы в количестве 10 *мл*, переносят в эрленмейеровские колбы емкостью 50—100 *мл*, приливают по 2 *мл* 0,5%-ного раствора крахмала и титруют из макробюретки 0,1 н раствором иода (J_2) до появления стойкого слабосинего окрашивания. Из полученного среднего титрационного числа вычитают поправку на «слепой» опыт.

Содержание аскорбиновой кислоты в процентах вычисляют по формуле п. 29а (где KJO_3 должен быть заменен на J_2).

VI. ПРИГОТОВЛЕНИЕ ЭТАЛОННЫХ РАСТВОРОВ И РЕАКТИВОВ

30. Приготовление эталонных растворов тяжелых металлов

Раствор А. В мерную колбу, емкостью 1 *л*, берут точную навеску в 0,915 *г* х. ч. свежеперекристаллизованного уксуснокислого свинца, растворяют в дестиллированной воде, добавляют 1 *мл* 30%-ного раствора уксусной кислоты и доводят до метки дестиллированной водой.

Раствор Б. 10 *мл* раствора *А* разводят дестиллированной водой в мерной колбе до 500 *мл*.

Раствор В. 10 *мл* раствора *Б* разводят дестиллированной водой до 200 *мл*. (Раствор *В* пригоден только в день его изготовления).

31. Приготовление раствора сернистого натрия. 1 часть едкого натра растворяют в 8 частях дестиллированной воды. 4 части полученного раствора насыщают сероводородом до тех пор, пока в закрытом сосуде запах сероводорода будет стойким в течение 10 мин. После этого добавляют оставшиеся 5 частей раствора едкого натра и 18 частей глицерина. Смесь оставляют в закупоренных склянках на 3—5 дней до осаждения нерастворимых сульфидов и раствор фильтруют через смоченную дестиллированной водой гигроскопическую вату. Раствор сохраняют в небольших хорошо закупоренных, наполненных доверху склянках в прохладном и темном месте.

Смесь из 5 *мл* дестиллированной воды, 3 капель 30%-ной уксусной кислоты и 3 капель реактива не должна изменяться в течение 10 мин.

32. Приготовление эталонного раствора сульфат-иона

Раствор А. Навеску 1,814 *г* х. ч. сернокислого калия, предварительно высушенного при 120—150° С до постоянного

веса, растворяют в мерной колбе емкостью 1 *л* и доводят раствор дестиллированной водой до метки.

Раствор Б. 10 *мл* раствора *А* доводят дестиллированной водой до 1 *л*. (Раствор *Б* содержит 0,01 *мг* сульфат-иона в 1 *мл*, что соответствует 0,001% сульфата).

33. Приготовление эталонного раствора хлор-иона

Раствор А. 0,659 *г* х. ч. слегка прокаленного хлористого натрия растворяют в мерной колбе емкостью 1 *л* и доводят дестиллированной водой до метки.

Раствор Б. 5 *мл* раствора *А* разводят дестиллированной водой до 1 *л*. Этот раствор содержит 0,002 *мг* хлор-иона в 1 *мл*, т. е. 0,0002%.

34. Приготовление 0,1 н раствора иодноватокислого калия. Навеску химически чистого иодноватокислого калия в количестве 3,567 *г* растворяют в дестиллированной воде в мерной колбе на 1 *л*. При отсутствии х. ч. иодноватокислого калия титр его устанавливают при помощи 0,1 н раствора серноватистокислого натрия по общим правилам объемного анализа.

35. Приготовление 0,1 н раствора иода. 12,692 *г* свежевозгнанного иода растворяют в 20 *мл* водного раствора иодистого калия, содержащего 20 *г* в указанном объеме.

После полного растворения иода раствор переводят в мерную колбу емкостью 1 *л* и содержимое колбы доводят водой до метки.

Титр полученного 0,1 н раствора иода устанавливают по общим правилам объемного анализа.

Примечание. Растворы иодата калия и иода хранят в склянках из желтого стекла в темноте.

36. Приготовление раствора крахмала. 0,5 *г* растворимого крахмала, взвешенного с точностью до 0,01 *г*, растирают в ступке с 5 *мл* воды до получения однородной кашицы, смесь медленно вливают при постоянном размешивании в 100 *мл* кипящей воды и кипятят 2—3 мин. до получения прозрачной или слабо опалесцирующей жидкости.

Раствор должен храниться на холоду не более 2—3 дней.

gost.e-ecolog.ru

Л147150 Стандартгиз. Подп. к печ. 4/VII 1949 г 0,75 п. л. Тир. 3000 экз

Тип. «Московский печатник». Зак. 1095