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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
33269—
2015**

Добавки пищевые

КИСЛОТА ФУМАРОВАЯ Е297

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт пищевых добавок» (ФГБНУ ВНИИПД)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 18 июня 2015 г. № 47)

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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 июля 2015 г. № 991-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33269—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2016

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
3.1 Характеристики 3
3.2 Требования к сырью 4
3.3 Упаковка 4
3.4 Маркировка 5
4 Требования безопасности 5
5 Правила приемки 5
6 Методы контроля 6
6.1 Отбор и подготовка проб 6
6.2 Определение органолептических показателей 7
6.3 Определение массовой доли основного вещества 8
6.4 Определение температуры плавления 9
6.5 Определение pH 3,3 %-ного водного раствора 9
6.6 Определение массовой доли потерь при высушивании 10
6.7 Определение массовой доли сульфатной золы 11
6.8 Определение массовой доли малеиновой кислоты полярографическим методом 12
6.9 Тест на 1,2-дикарбоновую кислоту 15
6.10 Тест на двойную связь 16
6.11 Определение токсичных элементов 17
7 Транспортирование и хранение 17
Библиография 18

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 ФУМАРОВАЯ Е297

Технические условия

Food additives. Fumaric acid E297. Specifications

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку фумаровую кислоту Е297 (далее — пищевая фумаровая кислота), представляющую собой фумаровую кислоту и предназначенную для использования в пищевой промышленности как регулятор кислотности пищевых продуктов.

Требования, обеспечивающие безопасность пищевой фумаровой кислоты изложены в 3.1.6, требования к качеству — 3.1.4 и 3.1.5, требования к маркировке — 3.4.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.579—2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к количеству фасованных товаров в упаковках любого вида при их производстве, расфасовке, продаже и импорте

ГОСТ 12.0.004—90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.2.007.0—75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.011—89 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.103—83 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

Издание официальное

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 427—75 Линейки измерительные металлические. Технические условия

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 701—89 Кислота азотная концентрированная. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2493—75 Реактивы. Калий фосфорнокислый двузамещенный 3-водный. Технические условия

ГОСТ 2874—82* Вода питьевая. Гигиенические требования и контроль за качеством

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640—94 Цинк. Технические условия

ГОСТ 4109—79 Реактивы. Бром. Технические условия

ГОСТ 4198—75 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия.

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 4658—73 Ртуть. Технические условия

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

ГОСТ 5962—2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 6995—77 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 9336—75 Реактивы. Аммоний ванадиево-кислый мета. Технические условия

ГОСТ 9803—75 Реактивы. Кислота малеиновая. Технические условия

ГОСТ 9970—74 Резорцин технический. Технические условия

ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 11153—75 Ангидрид малеиновый технический. Технические условия

ГОСТ 11293—89 Желатин. Технические условия

ГОСТ 13511—2006 Ящики из гофрированного картона для пищевых продуктов, спичек, табачных изделий и моющих средств. Технические условия

ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов

ГОСТ 14262—78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия

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

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

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

ГОСТ 17308—88 Шпагаты. Технические условия

ГОСТ 18995.4—73 Продукты химические органические. Методы определения интервала температуры плавления

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

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 26927—86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения ртути

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

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

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51232—98 «Вода питьевая. Общие требования к организации и методам контроля качества».

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

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

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

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

ГОСТ 30178—96 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения токсичных элементов

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

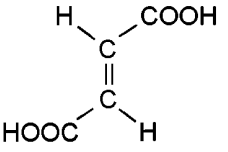
3 Технические требования

3.1 Характеристики

3.1.1 Пищевая добавка Е297 представляет собой фумаровую кислоту.

Формулы фумаровой кислоты:

эмпирическая $C_4H_4O_4$,

структурная 

Химическое название — транс-Этилен-1,2-дикарбоновая кислота, транс-бутендиовая кислота.

Молекулярная масса — 116,07 а. е. м.

3.1.2 Пищевую фумаровую кислоту вырабатывают в соответствии с требованиями [1], [2] и настоящего стандарта, применяют в пищевых продуктах в соответствии с требованиями [1] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.1.3 Фумаровая кислота хорошо растворима в спиртах, мало растворима в воде и диэтиловом эфире, нерастворима в органических растворителях.

3.1.4 По органолептическим показателям пищевая фумаровая кислота должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Органолептические показатели

Наименование показателя	Характеристика показателя
Внешний вид, цвет	Кристаллический белый порошок или гранулы
Запах	Без запаха
Примечание — Допускается оттенок по цвету	

3.1.5 По физико-химическим показателям пищевая фумаровая кислота должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

Таблица 2 — Физико-химические показатели

Наименование показателя	Характеристика показателя
Массовая доля основного вещества, %, не менее	99,0*
Температура плавления, °С	От 286 до 302 включ.
pH 3,3 %-ного раствора при температуре (20 ± 2) °С	От 2,0 до 2,5 включ.
Массовая доля потерь при высушивании, %, не более	0,5
Массовая доля сульфатной золы, %, не более	0,1
Массовая доля малеиновой кислоты, %, не более	0,1
Тест на 1,2-дикарбоновую кислоту	Выдерживает испытания
Тест на двойную связь	Выдерживает испытания
* В соответствии с [1] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.	

3.1.6 Содержание токсичных элементов (мышьяк, свинец, ртуть) в пищевой фумаровой кислоте не должно превышать норм, установленных [1] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.2 Требования к сырью

3.2.1 Для производства пищевой фумаровой кислоты используют следующее сырье:
- азотная кислота по ГОСТ 701;
- соляная кислота по ГОСТ 3118;
- ангидрид малеиновый по ГОСТ 11153;
- вода питьевая по ГОСТ 2874.

3.2.2 Допускается применение аналогичного сырья, обеспечивающего получение пищевой фумаровой кислоты, соответствующей требованиям настоящего стандарта и разрешенного к применению в пищевой промышленности на территории государства, принявшего стандарт.

3.3 Упаковка

3.3.1 Пищевую фумаровую кислоту упаковывают в мешки продуктовые из мешочных тканей по ГОСТ 30090, мешки бумажные открытые марки НМ и ПМ по нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт, ящики из гофрированного картона для пищевых продуктов по ГОСТ 13511. Внутрь продуктовых мешков из мешочных тканей, бумажных мешков марки НМ, ящиков из гофрированного картона должны вставляться мешки-вкладыши по ГОСТ 19360 из полиэтиленовой нестабилизированной пленки марки Н и толщиной не менее 0,08 мм по ГОСТ 10354.

Тип и размеры мешков, предельную массу упаковываемой пищевой фумаровой кислоты устанавливает изготовитель.

3.3.2 Полимерные мешки-вкладыши после их заполнения заваривают или завязывают шпагатом из лубяных волокон по ГОСТ 17308 или двуниточным полированным шпагатом по документу, в соответствии с которым он изготовлен, так, чтобы была обеспечена герметичность упаковки.

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

3.3.4 Допускается применение других видов упаковки, обеспечивающих сохранность пищевой фумаровой кислоты при хранении и транспортировании и изготовленных из материалов, соответствующих требованиям, установленным [3] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

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

3.3.6 Пищевую фумаровую кислоту, отправляемую в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, упаковывают по ГОСТ 15846.

3.4 Маркировка

3.4.1 Маркировка должна соответствовать требованиям, установленным [1] и [4] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.4.2 Маркировка транспортной упаковки должна соответствовать требованиям, установленным [4] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт, с нанесением манипуляционных знаков, указывающих на способ обращения с грузами — по ГОСТ 14192.

4 Требования безопасности

4.1 Пищевая фумаровая кислота не токсична, пожаро- и взрывобезопасна.

4.2 По степени воздействия на организм человека пищевая фумаровая кислота в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относится к веществам умеренно опасным — третьему классу опасности.

4.3 При работе с пищевой фумаровой кислотой необходимо использовать спецодежду, средства индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.011 и соблюдать правила личной гигиены.

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 — по ГОСТ 12.0.004.

4.6 Помещения, в которых проводят работы с пищевой фумаровой кислотой, 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.

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 При работе с пищевой фумаровой кислотой контроль воздуха рабочей зоны должен осуществляться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

5 Правила приемки

5.1 Пищевую фумаровую кислоту принимают партиями.

Партией считают количество пищевой фумаровой кислоты, произведенной одним изготовителем по одному нормативному документу за один технологический цикл, расфасованное в одинаковую упаковку, сопровождаемое товаросопроводительной документацией, обеспечивающей прослеживаемость продукции.

5.2 Для проверки соответствия пищевой фумаровой кислоты требованиям настоящего стандарта проводят приемо-сдаточные испытания по качеству упаковки, правильности нанесенной маркировки, массе нетто, органолептическим и физико-химическим показателям и периодические испытания по показателям, обеспечивающим безопасность.

5.3 При проведении приемо-сдаточных испытаний применяют одноступенчатый выборочный план при нормальном контроле, специальном уровне контроля S-4, приемлемом уровне качества AQL, равном 6.5, по [5].

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

Таблица 3

Количество 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

Окончание таблицы 3

Количество упаковочных единиц в партии, шт.	Объем выборки, шт.	Приемочное число	Браковочное число
» 91 » 150 »	8	1	2
» 151 » 500 »	13	2	3
» 501 » 1200 »	20	3	4
» 1201 » 10000 »	32	5	6
» 10001 » 35000	50	7	8

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

5.5 Контроль массы нетто пищевой фумаровой кислоты 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 пищевой фумаровой кислоты в каждой упаковочной единице — по 3.3.5.

5.6 Приемка партии пищевой фумаровой кислоты по массе нетто, качеству упаковки и правильности маркировки упаковочных единиц

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

5.6.2 Если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто пищевой фумаровой кислоты, больше или равно браковочному числу (см. таблицу 3), контроль проводят на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Партию принимают, если выполняются условия по 5.6.1.

Партию бракуют, если число упаковочных единиц в удвоенном объеме выборки, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто пищевой фумаровой кислоты, больше или равно браковочному числу.

5.7 Приемка партии пищевой фумаровой кислоты по органолептическим и физико-химическим показателям

5.7.1 Для контроля органолептических и физико-химических показателей пищевой фумаровой кислоты из каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку в соответствии с требованиями таблицы 3, проводят отбор мгновенных проб и составляют суммарную пробу по 6.1.

5.7.2 При получении неудовлетворительных результатов по органолептическим и физико-химическим показателям 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.

5.7.3 Органолептические и физико-химические показатели пищевой фумаровой кислоты в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты испытаний распространяют только на пищевую фумаровую кислоту в этой упаковке.

5.8 Порядок и периодичность контроля показателей, обеспечивающих безопасность (содержание мышьяка, свинца, ртути), устанавливает изготовитель в программе производственного контроля.

6 Методы контроля

6.1 Отбор и подготовка проб

6.1.1 Для составления суммарной пробы пищевой фумаровой кислоты из разных мест каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку по 5.3, отбирают мгновенные пробы с помощью пробоотборника (щупа), погружая его не менее, чем на 3/4 глубины.

Масса мгновенной пробы должна быть не более 100 г.

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

6.1.2 Мгновенные пробы помещают в сухую чистую стеклянную или полимерную емкость и тщательно перемешивают.

Рекомендуемая масса суммарной пробы должна быть не менее 500 г.

6.1.3 При необходимости уменьшения суммарной пробы может быть использован метод квартования. Для этого суммарную пробу высыпают на чистый стол и разравнивают тонким слоем в виде квадрата. Затем ее деревянными планками со скошенными ребрами ссыпают с двух противоположных сторон на середину так, чтобы образовался валик. Суммарную пробу с концов валика также ссыпают на середину, снова разравнивают в виде квадрата толщиной слоя от 1 до 1,5 см и планкой делят по диагонали на четыре треугольника. Две противоположные части пробы отбрасывают, а две оставшиеся соединяют, перемешивают и вновь делят на четыре треугольника. Операцию повторяют необходимое число раз, при этом продолжительность процедуры квартования должна быть минимальной.

6.1.4 Подготовленную суммарную пробу делят на две равные части, которые помещают в чистые, сухие, плотно закрывающиеся стеклянные или полимерные емкости.

Емкость с первой частью суммарной пробы направляют в лабораторию для проведения анализов.

Емкость со второй частью пробы опечатывают, пломбируют и хранят для повторного контроля в случае возникновения разногласий в оценке качества и безопасности пищевой фумаровой кислоты. Рекомендуемый срок хранения пробы при температуре от 18 °С до 25 °С и относительной влажности 70 % — два года.

6.1.5 Емкости с пробами снабжают этикетками, на которых должны быть указаны:

- полное наименование пищевой добавки и ее Е-номер (Е297);
- наименование и местонахождение изготовителя;
- номер партии;
- масса нетто партии;
- число упаковочных единиц в партии;
- дата изготовления;
- дата отбора проб;
- срок хранения пробы;
- фамилии лиц, проводивших отбор данной пробы;
- обозначение настоящего стандарта.

6.2 Определение органолептических показателей

Метод основан на органолептическом анализе внешнего вида, цвета и запаха пищевой фумаровой кислоты.

6.2.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,1 г.

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Лампы люминесцентные типа ЛД по ГОСТ 6825.

Стакан В(Н)-1–250 ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Стаканчик для взвешивания СВ-34/12 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)–100–1 по ГОСТ 1770.

Бумага белая.

Пластинка стеклянная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного устройства, посуды и материалов, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам, и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов по качеству не хуже вышеуказанных.

6.2.2 Отбор проб — по 6.1.

6.2.3 Условия проведения анализа

При проведении анализа должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха.....от 18 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха.....от 40 % до 90 %.

При работе с реактивами все анализы следует проводить в вытяжном шкафу.

6.2.4 Требования к квалификации оператора

К проведению анализов допускаются специалисты изучившие методику, прошедшие обучение работе с приборами и инструктаж по технике безопасности.

6.2.5 Проведение анализа

6.2.5.1 Внешний вид и цвет пищевой фумаровой кислоты определяют просмотром анализируемой пробы массой 50 г, помещенной на лист белой бумаги или стеклянную пластинку, при рассеянном дневном свете или освещении люминесцентными лампами. Освещенность поверхности рабочего стола должна быть не менее 500 лк.

6.2.5.2 Для определения запаха готовят раствор массовой долей 2 %. Для этого растворяют анализируемую пробу пищевой фумаровой кислоты массой 2 г в 98 $см^3$ дистиллированной воды температурой (90 ± 5) °С в стакане вместимостью 250 $см^3$. Чистый, без постороннего запаха стаканчик заполняют на 1/2 объема приготовленным раствором. Стаканчик закрывают крышкой и выдерживают в течение 1 ч при температуре воздуха (20 ± 2) °С. Запах определяют органолептически на уровне края стаканчика сразу же после открывания крышки.

6.3 Определение массовой доли основного вещества

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

6.3.1 Средства измерений, вспомогательные оборудование и устройства, посуда, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Бюретка 1–2–25–0,1 по ГОСТ 29251.

Колбы Кн-1–250 по ГОСТ 25336.

Стаканы стеклянные В(Н)-1–100 по ГОСТ 25336.

Цилиндр мерный 1–100–1 по ГОСТ 1770.

Фенолфталеин (индикатор).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а.

Метанол-яд по ГОСТ 6995.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и устройств, посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов по качеству не хуже вышеуказанных.

6.3.2 Отбор проб — по 6.1.

6.3.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.3.4 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

6.3.5 Подготовка к анализу

6.3.5.1 Раствор фенолфталеина с массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4919.1 (таблица 1, пункт 39).

Раствор хранят в стеклянном сосуде в условиях по 6.2.3 — не более 12 мес.

6.3.5.2 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/$дм^3$ по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.2). Коэффициент поправки K определяют по ГОСТ 25794.1 (подпункт 2.2.3) и проверяют один раз в месяц.

Раствор хранят в стеклянном сосуде в условиях по 6.2.3 — не более 12 мес.

6.3.6 Проведение анализа

В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 100 $см^3$ взвешивают анализируемую пробу пищевой фумаровой кислоты массой 1 г с записью до третьего десятичного знака, затем количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ и растворяют в 50 $см^3$ метанола и нагревают на водяной бане до полного растворения. Охлаждают, прибавляют две-три капли раствора фенолфталеина по 6.3.5.1 и титруют раствором гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/$дм^3$ по 6.3.5.2 до появления слабого розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

6.3.7 Обработка результатов

Массовую долю фумаровой кислоты X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{VK \cdot 0{,}002902 \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

K — коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3, определенный по 6.3.5.2;

0,002902 — эквивалентная масса фумаровой кислоты, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса анализируемой пробы по 6.3.6, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X}_1$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия приемлемости по 6.3.8.1.

6.3.8 Метрологические характеристики метода

6.3.8.1 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,20 %.

6.3.8.2 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,30 %.

6.3.8.3 Границы абсолютной погрешности определения массовой доли пищевой фумаровой кислоты Δ_1 = ± 0,2 % при P = 95 %.

6.3.9 Оформление результатов

Результат определения массовой доли пищевой фумаровой кислоты представляют в виде $(\overline{X}_1 \pm \Delta_1)$ %.

6.4 Определение температуры плавления

6.4.1 Отбор проб — по 6.1.

6.4.2 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.4.3 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

6.4.4 Температуру плавления пищевой фумаровой кислоты определяют по ГОСТ 18995.4.

6.5 Определение pH 3,3 %-ного водного раствора

Метод основан на определении показателя активности ионов водорода растворов пищевой фумаровой кислоты с массовой долей 3,3 % путем измерения pH при помощи pH-метра со стеклянным электродом.

6.5.1 Средства измерений, вспомогательное устройство, посуда и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.

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

pH-метр со стеклянным электродом с диапазоном измерения от 1 до 14 ед. pH, с допускаемой абсолютной погрешностью измерений ± 0,05 ед. pH.

Стакан В(Н)-1–100 ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная оплавленная.

Цилиндр мерный 1–100–1 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного устройства, посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов по качеству не хуже вышеуказанных.

6.5.2 Отбор проб — по 6.1.

6.5.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.5.4 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

6.5.5 Проведение анализа

Анализируемую пробу пищевой фумаровой кислоты массой (1,000 ± 0,001) г, помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют в 30 см^3 дистиллированной воды температурой (90 ± 5) °С, не содержащей углекислоты и приготовленной по ГОСТ 4517 (пункт 2.38), тщательно перемешивают, охлаждают, погружают электроды pH-метра в раствор и измеряют pH раствора при температуре (20 ± 2) °С.

Показания pH-метра определяют в соответствии с инструкцией к прибору.

Результаты записывают до второго десятичного знака.

6.5.6 Обработка результатов

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X}_2$, ед. pH, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия приемлемости по 6.5.7.1.

6.5.7 Метрологические характеристики метода

6.5.7.1 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,10 ед. pH.

6.5.7.2 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,20 ед. pH.

6.5.7.3 Границы абсолютной погрешности определения pH 3,3 %-ного водного раствора пищевой фумаровой кислоты Δ_2 = ± 0,1 ед. pH при P = 95 %.

6.5.8 Оформление результатов

Результат определения pH 3,3 %-ного водного раствора пищевой фумаровой кислоты представляют в виде ($\overline{X}_2 \pm \Delta_2$) ед. pH.

6.6 Определение массовой доли потерь при высушивании

Метод основан на способности фумаровой кислоты освобождаться от летучих веществ при температуре (120 ± 1) °С. Массовую долю потерь определяют по разности в массе пищевой фумаровой кислоты до и после высушивания.

6.6.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0005 г.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

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

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336.

Стаканчик СН 45/13 по ГОСТ 25336.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения.

6.6.2 Отбор проб — по 6.1.

6.6.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.6.4 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

6.6.5 Проведение анализа

Чистый пустой стаканчик для взвешивания сушат вместе с крышкой в открытом виде при температуре (105 ± 1) °С в сушильном шкафу до постоянной массы. Массу считают постоянной, если разница между двумя последовательными взвешиваниями не превышает 0,0005 г. В случае увеличения массы берут данные предыдущих взвешиваний.

Анализируемую пробу пищевой фумаровой кислоты массой 2 г с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака помещают в открытом виде вместе с крышкой в сушильный шкаф и сушат при температуре (120 ± 1) °С в течение 4 ч. После этого стаканчик быстро закрывают крышкой и охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры (см. 6.2.3) и взвешивают.

6.6.6 Обработка результатов

Массовую долю потерь при высушивании пищевой фумаровой кислоты X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(m - m_1)\,100}{m - m_2}, \qquad (2)$$

где m — масса сухого стаканчика с анализируемой пробой до высушивания, г;

m_1 — масса стаканчика с анализируемой пробой после высушивания, г;

m_2 — масса сухого стаканчика, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты.

Вычисления проводят с записью результата до третьего десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\bar{X}_3$, %, округленное до второго десятичного знака, если выполняются условия приемлемости по 6.6.7.1.

6.6.7 Метрологические характеристики метода

6.6.7.1 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,040 %.

6.6.7.2 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,060 %.

6.6.7.3 Границы абсолютной погрешности определения массовой доли потерь при высушивании пищевой фумаровой кислоты Δ_3 = ± 0,04 % при P = 95 %.

6.6.8 Оформление результатов

Результат определения массовой доли потерь при высушивании пищевой фумаровой кислоты представляют в виде ($\bar{X}_3 \pm \Delta_3$) %.

6.7 Определение массовой доли сульфатной золы

Метод основан на определении несгораемого остатка в виде сульфатов после прокаливания фумаровой кислоты при температуре (750 ± 50) °С, предварительно обработанной серной кислотой.

6.7.1 Средства измерений, вспомогательные оборудование и устройства, посуда, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0005 г.

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Печь муфельная диапазоном нагрева температуры от 50 °С до 1000 °С, обеспечивающая поддержание заданной температуры в пределах ± 25 °С.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Тигель № 5 по ГОСТ 9147.

Щипцы тигельные.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Пипетки 2–2–1–1 по ГОСТ 29227.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262.

Кальций хлористый по ГОСТ 450, плавленый, предварительно прокаленный.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и устройств, посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов по качеству не хуже вышеуказанных.

6.7.2 Отбор проб — по 6.1.

6.7.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.7.4 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

6.7.5 Проведение анализа

6.7.5.1 Фарфоровый тигель прокаливают в муфельной печи при температуре (750 ± 50) °С в течение 2—3 ч. После этого тигель охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием в течение 30 мин и

взвешивают с записью результата до четвертого десятичного знака. Прокаливание повторяют до постоянной массы, пока расхождение между двумя повторными взвешиваниями тигля (после охлаждения) составит не более 0,0005 г.

6.7.5.2 В предварительно прокаленном до постоянной массы тигле по 6.7.5.1 взвешивают 3 г анализируемой пробы пищевой фумаровой кислоты, с записью до четвертого десятичного знака. Пробу пищевой фумаровой кислоты в тигле смачивают от 0,5 до 1,0 $см^3$ серной кислоты и, осторожно нагревая на электроплитке, озоляют до белого с серо-розовым оттенком цвета. Затем прокаливают при температуре (750 ± 50) °С в муфельной печи в течение 2 ч.

После прокаливания тигель охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием в течение 30 мин и взвешивают с записью результата до четвертого десятичного знака. Прокаливание повторяют до тех пор, пока расхождение между двумя повторными взвешиваниями составит не более 0,0005 г.

6.7.6 Обработка результатов

Массовую долю сульфатной золы X_4, %, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(m_2 - m_1)\,100}{m}, \qquad (3)$$

где m — масса анализируемой пробы фумаровой кислоты по 6.7.5.2, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

m_2 — масса тигля с золой, г;

100 — коэффициент пересчета массовой доли сульфатной золы в проценты.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X}_4$, %, округленное до второго десятичного знака, если выполняются условия приемлемости по 6.7.7.1.

6.7.7 Метрологические характеристики метода

6.7.7.1 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,015 %.

6.7.7.2 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,020 %.

6.7.7.3 Границы абсолютной погрешности определения массовой доли сульфатной золы в пищевой фумаровой кислоте Δ_4 = ± 0,01 % при P = 95 %.

6.7.8 Оформление результатов

Результат определения массовой доли сульфатной золы в пищевой фумаровой кислоте представляют в виде $(\overline{X}_4 \pm \Delta_4)$ %.

6.8 Определение массовой доли малеиновой кислоты полярографическим методом

Метод основан на различной способности ненасыщенных карбоновых кислот восстанавливаться на ртутном катоде при электролизе. Изменение потенциала ртутно-капельного электрода в зависимости от проходящего через раствор электрического тока регистрируется в виде вольтамперных кривых, называемых полярограммами.

В электролитической ячейке в качестве рабочего электрода используют ртуть, вытекающую из тонкого капилляра — катода. Электрод сравнения — анод представляет собой слой ртути с большой поверхностью на дне сосуда. От внешнего источника тока на электроды подается постепенно увеличивающееся напряжение при наличии в анализируемом растворе веществ, способных окисляться или восстанавливаться, сила тока возрастает после достижения определенной величины приложенного напряжения, называемой потенциалом полуволны. Эта зависимость силы тока от приложенного напряжения выражается полярографической волной и регистрируется на самописце полярографа. Для количественного определения вещества используют прямо пропорциональную зависимость между силой предельного тока, выраженной высотой полярографической волны, и концентрацией вещества в растворе. Для получения строго количественных закономерностей в анализируемый раствор вводят избыток постороннего электролита — фон. В качестве фона применяют соли лития и другие разбавлен-

ные соли, кислоты, щелочи. Присутствие кислорода в анализируемом растворе мешает проведению анализа, поэтому его удаляют, пропуская через раствор инертный газ.

6.8.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и устройства, посуда и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.

Линейка с диапазоном измерений от 0 до 300 мм, погрешностью ± 0,5 мм по ГОСТ 427.

pH-метр со стеклянным электродом диапазоном измерения от 1 до 14 ед. pH, с допускаемой абсолютной погрешностью измерений ± 0,05 ед. pH.

Полярограф универсальный с диапазоном определяемых концентраций по кадмию от $1 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-8}$ моль/дм^3, в инверсионном режиме с предварительным накоплением до $1 \cdot 10^{-9}$ моль/дм^3 .

Электролизер.

Ртутно-капельный или пленочный электрод (отрицательной полярности).

Каломелевый электрод сравнения.

Мешалка магнитная.

Пипетки 2–2–1–5(25) по ГОСТ 29227.

Колбы мерные 1–100(500,1000)–2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1–500(1000) по ГОСТ 25336.

Цилиндр мерный 1–500–1 по ГОСТ 1770.

Бюретка 1–2–25–0,1 по ГОСТ 29251.

Стакан стеклянный В(Н)-1(2)–50(200,500) ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Желатин по ГОСТ 11293.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а.

Кислота малеиновая по ГОСТ 9803.

Калий фосфорнокислый двузамещенный 3-водный по ГОСТ 2493.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

Аммоний ванадиево-кислый мета по ГОСТ 9336.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Ртуть по ГОСТ 4658.

Цинк по ГОСТ 3640.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Фенолфталеин (индикатор).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и устройств, посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов по качеству не хуже вышеуказанных.

6.8.2 Отбор проб — по 6.1.

6.8.3 Условия проведения анализа

При подготовке и проведении анализа должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха ..... от 18 °С до 25 °С;
- относительная влажность .....от 40 % до 90 %;
- напряжение в электросети ..... 220 В;
- частота тока в электросети ..... от 49 до 51 Гц;
- обеспечиваемая мощность полярографа, потребляемая от сети .....60 Вт;
- создаваемый потенциал .....от минус 0,1 до минус 2 В.

6.8.4 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

6.8.5 Подготовка к анализу

6.8.5.1 Приготовление буферного раствора

В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 500 см^3 взвешивают 171,0 г калия фосфорнокислого двузамещенного 3-водного и растворяют в 300 см^3 дистиллированной воды, затем количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки, перемешивают. Полученный раствор в количестве 500 см^3 с помощью цилиндра переносят в коническую колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют калий фосфорнокислый однозамещенный до достижения значения pH раствора 7,0 ед. pH. Значение pH контролируют с помощью pH-метра в соответствии с инструкцией к прибору.

Буферный раствор хранят в стеклянной посуде при температуре (5 ± 1) °С — не более 1 мес.

6.8.5.2 Приготовление раствора желатина

В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 200 $см^3$ взвешивают 1,0 г желатина и растворяют с помощью магнитной мешалки в 65 $см^3$ кипяченой дистиллированной воды температурой (80 ± 5) °С, затем охлаждают и добавляют 35 $см^3$ этилового спирта в качестве консерванта.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.8.5.3 Раствор фенолфталеина с массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4919.1 (таблица 1, пункт 39).

Раствор хранят в стеклянном сосуде при температуре (20 ± 2) °С — не более 12 мес.

6.8.5.4 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$ по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.2). Коэффициент поправки K определяют по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.2.3) и проверяют один раз в месяц.

Раствор хранят в стеклянном сосуде в условиях по 6.2.3 — не более 12 мес.

6.8.5.5 Приготовление раствора сравнения

В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 50 $см^3$ взвешивают с записью до первого десятичного знака 20 г пищевой фумаровой кислоты и 0,01 г малеиновой кислоты, растворяют в дистиллированной воде и количественно переносят в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$, добавляют 300 $см^3$ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$ по 6.8.5.4, 2—3 капли раствора фенолфталеина по 6.8.5.3 и с помощью бюретки титруют раствором гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$ до появления слабого розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин. Содержимое колбы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор сравнения используют свежеприготовленный.

6.8.5.6 Очистка азота от кислорода

а) Насыщенный раствор ванадиево-кислого аммония готовят, растворяя 500 г аммония ванадиево-кислого мета в 1 $дм^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 16 % по ГОСТ 4517 (пункт 2.89).

б) Амальгаму цинка готовят из гранулированного цинка в растворе серной кислоты с массовой долей 5 % по ГОСТ 4517 (пункт 2.3).

в) Насыщенный раствор ванадиево-кислого аммония по 6.8.5.6а встряхивают с амальгамой цинка по 6.8.5.6б до получения фиолетовой окраски, свидетельствующей об образовании сульфата двухвалентного ванадия.

Раствор хранят в стеклянном сосуде в условиях по 6.8.3 — от 1,5 до 2 мес.

г) Азот из баллона с редуктором продувают через склянку, содержащую раствор сульфата двухвалентного ванадия по 6.8.5.6в, находящегося над гранулами амальгамы цинка по 6.8.5.6б.

6.8.5.7 Приготовление анализируемого раствора пищевой фумаровой кислоты

В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 50 $см^3$ взвешивают с записью до третьего десятичного знака 4 г анализируемой пробы пищевой фумаровой кислоты, растворяют в 25 $см^3$ дистиллированной воды температурой (90 ± 5) °С, охлаждают до температуры (20 ± 2) °С, добавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина по 6.8.5.3 и нейтрализуют раствором гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$ по 6.8.5.4 до появления слабого розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем раствора до метки.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.8.5.8 Подготовка анализируемого раствора пищевой фумаровой кислоты и раствора сравнения

а) Анализируемый раствор. В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают с помощью пипетки 25 $см^3$ анализируемого раствора пищевой фумаровой кислоты по 6.8.5.7, добавляют 50 $см^3$ буферного раствора по 6.8.5.1 и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

б) Раствор сравнения. В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают с помощью пипетки 25 $см^3$ раствора сравнения по 6.8.5.5, добавляют 50 $см^3$ буферного раствора по 6.8.5.1 и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

Растворы используют свежеприготовленные.

6.8.5.9 Подготовка к работе полярографа

Подготовку к работе и запуск полярографа осуществляют в соответствии с инструкцией к прибору.

6.8.6 Проведение анализа

Электролитическую ячейку (электролизер) промывают 2—3 порциями анализируемого раствора по 6.8.5.8а, затем заполняют ее этим раствором и доводят температуру до значения в диапазоне от 24,5 °С до 25,5 °С, добавляют две капли раствора желатина по 6.8.5.2, удаляют воздух путем пропу-

скания азота через раствор не менее 5 мин. Помещают в электролитическую ячейку ртутно-капельный электрод, подходящий для полярографа, регулируют чувствительность тока по мере необходимости, записывают полярограмму при потенциале от минус 1,05 до минус 1,70 В со скоростью 0,1 В/мин, с использованием насыщенного каломелевого электрода в качестве электрода сравнения.

Полярограмму раствора сравнения по 6.8.5.8б, получают аналогично процедуре получения полярограммы анализируемого раствора по 6.8.5.8а.

На зарегистрированных самописцем полярограммах линейкой измеряют высоту пика, соответствующую потенциалу полярографической волны восстановления малеиновой кислоты, равному минус 1,33 В.

6.8.7 Обработка результатов

Массовую долю малеиновой кислоты в пробе, X_5, %, вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{VC\,[i_u / (i_s - i_u)]}{1000\,m}\,100, \qquad (3)$$

где V — объем анализируемого раствора, помещенный в электролизер, см^3;

C — массовая концентрация малеиновой кислоты в растворе сравнения по 6.8.5.8б, г/дм^3;

i_u — высота волны восстановления малеиновой кислоты в анализируемом растворе по полярограмме, мм;

i_s — высота волны восстановления малеиновой кислоты в растворе сравнения по полярограмме, мм;

1000 — коэффициент пересчета в см^3;

m — масса анализируемой пробы по 6.8.5.7, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X}_5$, %, округленное до второго десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по 6.8.8.1.

6.8.8 Метрологические характеристики метода

6.8.8.1 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,020 %.

6.8.8.2 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,030 %.

6.8.8.3 Границы абсолютной погрешности определения массовой доли малеиновой кислоты Δ_5 = ± 0,02 % при P = 95 %.

6.8.9 Оформление результатов

Результат определения массовой доли малеиновой кислоты представляют в виде ($\overline{X}_5 \pm \Delta_5$) %.

6.9 Тест на 1,2-дикарбоновую кислоту

Метод основан на флюоресценции раствора в ультрафиолетовом излучении при взаимодействии (реакции) дикарбоновых кислот с азокрасителем.

6.9.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и устройства, посуда, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0005 г.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

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

Лампа ультрафиолетовая.

Пробирка градуированная П-1–15–0,1 ТХС по ГОСТ 1770.

Стакан В-1–150 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 2–2–1–5 по ГОСТ 29227.

Цилиндр мерный 1–100–1 по ГОСТ 1770.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Резорцин по ГОСТ 9970.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Фенолфталеин (индикатор).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и устройства, посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов по качеству не хуже вышеуказанных.

6.9.2 Отбор проб — по 6.1.

6.9.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.9.4 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

6.9.5 Подготовка к анализу

6.9.5.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия массовой долей 40 %

В стакане вместимостью 150 $см^3$ взвешивают 40 г гидроокиси натрия, добавляют 60 $см^3$ дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения, и охлаждают до температуры (20 ± 2) °С.

Раствор хранят в стеклянном сосуде при температуре (20 ± 2) °С — не более 12 мес.

6.9.5.2 Раствор фенолфталеина с массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4919.1 (таблица 1, пункт 39).

Раствор хранят в стеклянном сосуде при температуре (20 ± 2) °С — не более 12 мес.

6.9.6 Проведение анализа

Анализируемую пробу пищевой фумаровой кислоты массой (0,050 ± 0,001) г и резорцин массой (0,0025 ± 0,0005) г помещают в пробирку, добавляют 1 $см^3$ серной кислоты, нагревают в сушильном шкафу при (130 ± 2) °С в течение 5 мин и охлаждают до температуры (20 ± 2) °С. Прибавляют пипетками 5 $см^3$ дистиллированной воды, 2—3 капли раствора фенолфталеина по 6.9.5.2 и по каплям раствор гидроокиси натрия по 6.9.5.1 до появления слабого розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин. Раствор охлаждают до температуры воздуха (20 ± 2) °С, доводят объем раствора до 10 $см^3$ и помещают под ультрафиолетовую лампу. Раствор должен флюоресцировать сине-зеленым цветом, что подтверждает наличие в анализируемой пробе 1,2-дикарбоновой кислоты.

6.10 Тест на двойную связь

Метод основан на обесцвечивании брома веществами, содержащими двойные связи.

6.10.1 Средства измерений, посуда, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.

Пипетки 2–2–1–5(10) по ГОСТ 29227.

Пробирка П2–21–70 по ГОСТ 25336.

Бром по ГОСТ 4109, ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам, и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов, по качеству не хуже вышеуказанных.

6.10.2 Отбор проб по 6.1.

6.10.3 Условия проведения анализа — по 6.2.3.

6.10.4 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.

6.10.5 Подготовка к анализу

6.10.5.1 Бромную воду (насыщенный водный раствор брома) готовят по ГОСТ 4517 (пункт 2.32).

Раствор используют свежеприготовленный.

6.10.6 Проведение анализа

Анализируемую пробу пищевой фумаровой кислоты массой (0,020 ± 0,001) г помещают в пробирку и добавляют пипеткой 1 $см^3$ бромной воды по 6.10.5.1. Исчезновение оранжевой окраски после взбалтывания содержимого пробирки подтверждает наличие двойных связей.

6.11 Определение токсичных элементов

6.11.1 Отбор проб — по 6.1.
6.11.2 Требования к квалификации оператора — 6.2.4.
6.11.3 Массовую долю свинца определяют по ГОСТ 26932 или ГОСТ 30178.
6.11.4 Массовую долю мышьяка определяют по ГОСТ 26930.
6.11.5 Массовую долю ртути определяют по ГОСТ 26927.

7 Транспортирование и хранение

7.1 Пищевую фумаровую кислоту перевозят в крытых транспортных средствах всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на соответствующих видах транспорта.

7.2 Пищевую фумаровую кислоту хранят в упаковке изготовителя в сухих отапливаемых складских помещениях на деревянных стеллажах или поддонах при температуре от 10 °С до 25 °С и относительной влажности воздуха не более 70 %.

7.3 Срок годности пищевой фумаровой кислоты устанавливает изготовитель.

Библиография

[1] ТР ТС 029/2012 Технический регламент Таможенного союза «Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов и технологических вспомогательных средств»

[2] ТР ТС 021/2011 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности пищевой продукции»

[3] ТР ТС 005/2011 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности упаковки»

[4] ТР ТС 022/2011 Технический регламент Таможенного союза «Пищевая продукция в части ее маркировки»

[5] ИСО 2859-1:1999 Процедуры выборочного контроля по качественным признакам. Часть 1. Планы выборочного контроля с указанием приемлемого уровня качества (AQL) для последовательного контроля партий

УДК 663.05:006.354 МКС 67.220.20

Ключевые слова: пищевая добавка, фумаровая кислота, Е297

Редактор *А.Э. Попова*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Тираж 40 экз. Зак. 3818.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»,
123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru