МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31227— 2013

Добавки пищевые

НАТРИЯ ЦИТРАТЫ Е331

Общие технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

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 Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом пищевых ароматизаторов, кислот и красителей Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИПАКК Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 18 октября 2013 г. № 60-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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1712-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31227—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2015 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 31227—2004

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, 2014

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Добавки пищевые

НАТРИЯ ЦИТРАТЫ Е331

Общие технические условия

Food additives. Sodium citrates E331. General specifications

Дата введения — 2015—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку цитраты натрия Е331, представляющую собой 1-замещенные (i), 2-замещенные (ii) и 3-замещенные (iii) натриевые соли лимонной кислоты (далее — пищевые цитраты натрия) и предназначенную для использования в пищевой промышленности.

Требования, обеспечивающие безопасность пищевых цитратов натрия, изложены в 4.1.5, к качеству — в 4.1.3, 4.1.4, к маркировке — в 4.4.

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

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 908–2004 Кислота лимонная моногидрат пищевая. Технические условия

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

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

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

ГОСТ 4201—79 Реактивы. Натрий углекислый кислый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

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

ГОСТ 5815—77 Реактивы. Кислота винная. Технические условия

ГОСТ 5823—78 Реактивы. Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6825—91 Лампы люминесцентные трубчатые для общего освещения

ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 10896—78 Иониты. Подготовка к испытанию

ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13512—91 Ящики из гофрированного картона для кондитерских изделий. Технические условия

ГОСТ 13647—78 Реактивы. Пиридин. Технические условия

ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов

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

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

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

ГОСТ 17308—88 Шпагаты. Технические условия

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

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

ГОСТ 20298—74 Смолы ионообменные. Катиониты. Технические условия

ГОСТ 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 25794.3—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов

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

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

ГОСТ 31628—2012 Продукты пищевые и продовольственное сырье. Инверсионно-вольтамперометрический метод определения массовой концентрации мышьяка

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 Классификация

Пищевые цитраты натрия (Е331) подразделяют:
- на Е331(i) цитрат натрия 1-замещенный;
- Е331(ii) цитрат натрия 2-замещенный;
- Е331(iii) цитрат натрия 3-замещенный.

Обозначения, наименования, химические названия, формулы и молекулярные массы пищевых цитратов натрия приведены в таблице 1.

Таблица 1

Обозначение и наименование пищевого цитрата натрия	Химическое название	Формула	Молекулярная масса, а. е. м.
Е331(i) цитрат натрия 1-замещенный	Натрий лимоннокислый 1-замещенный (безводный)	$NaC_6H_7O_7$	214,11
	Натрий лимоннокислый 1-замещенный 1-водный	$NaC_6H_7O_7 \cdot H_2O$	232,23
Е331(ii) цитрат натрия 2-замещенный	Натрий лимоннокислый 2-замещенный 1,5-водный	$Na_2C_6H_6O_7 \cdot 1,5 \cdot H_2O$	263,11
Е331(iii) цитрат натрия 3-замещенный	Натрий лимоннокислый 3-замещенный (безводный)	$Na_3C_6H_5O_7$	258,07
	Натрий лимоннокислый 3-замещенный 2-водный	$Na_3C_6H_5O_7 \cdot 2H_2O$	294,11
	Натрий лимоннокислый 3-замещенный 5,5-водный	$Na_3C_6H_5O_7 \cdot 5,5 \cdot H_2O$	357,16

4 Технические требования

4.1 Характеристики

4.1.1 Пищевые цитраты натрия вырабатывают в соответствии с требованиями [1] и настоящего стандарта и применяют в пищевых продуктах в соответствии с требованиями [1] и [2] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

4.1.2 Пищевые цитраты натрия хорошо растворимы в воде и не растворимы в этиловом спирте.

4.1.3 По органолептическим показателям пищевые цитраты натрия должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

Таблица 2

Наименование показателя	Характеристика показателя
Внешний вид, цвет	Кристаллический белый порошок или бесцветные кристаллы
Запах	Без запаха

4.1.4 По физико-химическим показателям пищевые цитраты натрия должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 3.

Таблица 3

Наименование показателя	Характеристика и значение показателя
Тест на натрий-ионы	Выдерживает испытание
Тест на цитрат-ионы	Выдерживает испытание
Массовая доля основного вещества на безводной основе, %, не менее	99*
Массовая доля потерь при высушивании, %, не более: E331(i): Безводный 1-водный E331(ii): 1,5-водный E331(iii): Безводный 2-водный 5,5-водный	 0,4 8,8 13,0 1,0 13,0 30,0
pH 1 %-ного водного раствора цитрата натрия, ед. pH: E331(i) E331(ii) E331(iii)	 От 3,4 до 3,8 включ. От 4,9 до 5,2 включ. От 7,5 до 9,0 включ.
Тест на оксалаты	Выдерживает испытания
* Для государств — членов Таможенного союза данный норматив установлен в [1].	

4.1.5 Содержание токсичных элементов (мышьяка, свинца, ртути) в пищевых цитратах натрия не должно превышать норм, установленных [1] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

4.2 Требования к сырью

4.2.1 Для производства пищевых цитратов натрия используют следующее сырье:

- кислоту лимонную пищевую по ГОСТ 908;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328;
- натрий углекислый по ГОСТ 83;
- натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201.

4.2.2 Допускается применение аналогичного сырья, обеспечивающего получение пищевых цитратов натрия в соответствии с требованиями настоящего стандарта и разрешенного к применению в пищевой промышленности на территории государства, принявшего стандарт.

4.3 Упаковка

4.3.1 Пищевые цитраты натрия упаковывают в продуктовые мешки из мешочных тканей по ГОСТ 30090, бумажные открытые мешки марки НМ и ПМ по нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт, ящики из гофрированного картона для пищевых продуктов по ГОСТ 13512. Внутрь продуктовых мешков из мешочных тканей, бумажных мешков марки НМ, ящиков из гофрированного картона должны вставляться мешки-вкладыши по ГОСТ 19360 из пищевой полиэтиленовой нестабилизированной пленки марки Н, толщиной не менее 0,08 мм по ГОСТ 10354.

Тип и размеры мешков, предельную массу упаковываемого пищевого цитрата натрия устанавливает изготовитель.

4.3.2 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.

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

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

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

4.3.6 Пищевые цитраты натрия, отправляемые в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, упаковывают по ГОСТ 15846.

4.4 Маркировка

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

4.4.2 Транспортная маркировка 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.

5 Требования безопасности

5.1 Пищевые цитраты натрия не токсичны, пожаро- и взрывобезопасны.

5.2 По степени воздействия на организм человека пищевые цитраты натрия в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относятся к веществам умеренно опасным — третьему классу опасности.

5.3 При работе с пищевыми цитратами натрия необходимо использовать спецодежду, средства индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.011 и соблюдать правила личной гигиены.

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

5.5 Организация обучения работающих безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

5.6 Помещения, в которых проводят работы с пищевыми цитратами натрия, и помещения, где проводят работы с реактивами, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

5.7 Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.2.007.0 и нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

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

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

6 Правила приемки

6.1 Пищевые цитраты натрия принимают партиями.

Партией считают количество пищевых цитратов натрия одного наименования, полученное за один технологический цикл, в одинаковой упаковке, произведенное одним изготовителем по одному документу, сопровождаемое товаросопроводительной документацией, обеспечивающей прослеживаемость продукции.

6.2 Для проверки соответствия пищевых цитратов натрия требованиям настоящего стандарта проводят приемо-сдаточные испытания по качеству упаковки, правильности нанесения маркировки, массе нетто, органолептическим и физико-химическим показателям и периодические испытания по показателям, обеспечивающим безопасность.

6.3 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 4.

Таблица 4

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

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

6.5 Контроль массы нетто пищевых цитратов натрия 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 пищевых цитратов натрия в каждой упаковочной единице — по 4.3.5.

6.6 Приемка партии пищевых цитратов натрия по массе нетто, качеству упаковки и правильности маркировки упаковочных единиц

6.6.1 Партию принимают, если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто пищевых цитратов натрия, меньше или равно приемочному числу (см. таблицу 4).

6.6.2 Если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто пищевых цитратов натрия, больше или равно браковочному числу (см. таблицу 4), контроль проводят на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Партию принимают, если выполняются условия 6.6.1.

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

6.7 Приемка партии пищевых цитратов натрия по органолептическим и физико-химическим показателям

6.7.1 Для контроля органолептических и физико-химических показателей пищевых цитратов натрия из каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку в соответствии с требованиями таблицы 4, проводят отбор мгновенных проб и составляют суммарную пробу по 7.1.

6.7.2 При получении неудовлетворительных результатов хотя бы по одному из органолептических или физико-химических 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.

6.7.3 Органолептические и физико-химические показатели пищевых цитратов натрия в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты испытаний распространяют только на пищевые цитраты натрия в этой упаковке.

6.8 Порядок и периодичность контроля показателей, обеспечивающих безопасность, устанавливает изготовитель в программе производственного контроля.

7 Методы контроля

7.1 Отбор и подготовка проб

7.1.1 Для составления суммарной пробы пищевых цитратов натрия из разных мест каждой упаковочной единицы, отобранной по 6.4, 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.

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

Рекомендуемая масса суммарной пробы должна быть не менее 500 г.

7.1.3 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 1,0 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. Процедуру повторяют необходимое число раз, при этом продолжительность квартования должна быть минимальной.

7.1.4 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 пищевых цитратов натрия.

Рекомендуемый срок хранения пробы — два года.

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

- полное наименование пищевой добавки и ее индекс;
- 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.

7.2 Определение органолептических показателей

Метод основан на органолептической оценке внешнего вида, цвета и запаха пищевых цитратов натрия.

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

Весы, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности ±0,1 г по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

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.

Лампы люминесцентные типа ЛД по ГОСТ 6825.

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

Бумага белая.

Пластинка стеклянная.

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

Цилиндр 1(3)–100–1 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

7.2.2 Отбор проб — по 7.1.

7.2.3 Проведение анализа

7.2.3.1 Внешний вид и цвет пищевых цитратов натрия определяют просмотром 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.

7.2.3.2 Для определения запаха готовят раствор массовой долей 2 %. Для этого растворяют пробу массой 2 г в 98 $см^3$ дистиллированной воды 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 ± 5) °С. Запах определяют органолептически на уровне края стаканчика сразу же после открывания крышки.

7.3 Тест на натрий-ионы

7.3.1 Средства измерений, вспомогательные оборудование и устройства, посуда, материалы и реактивы

Весы, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности ±0,1 г по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Газовая горелка.

Стаканчики для взвешивания СВ-19/9 (24/10) или СН-34/12 по ГОСТ 25336.

Платиновая проволока по ГОСТ 18389.

Стаканы В(Н)-1–100(250) ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Пипетки 2–2–1–5(10) по ГОСТ 29227.

Цилиндры 1–50(100)–1 по ГОСТ 1770.

Воронка В-56–80 ХС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Палочка стеклянная оплавленная.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61, х. ч.

Уранилацетат, массовой долей основного вещества не менее 99,0 %, ч. д. а.

Цинк уксуснокислый по ГОСТ 5823, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

7.3.2 Отбор проб – по 7.1.

7.3.3 Условия проведения анализа

При проведении испытаний должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . от 18 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . от 40 % до 75 %.

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

7.3.4 Подготовка к анализу

7.3.4.1 Приготовление раствора уранилацетата

Уранилацетат массой 10 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют при нагревании в растворе, содержащем 54 см^3 дистиллированной воды и 1,7 см^3 ледяной уксусной кислоты.

Срок хранения раствора при температуре (20 ±2) °С — не более 3 мес.

7.3.4.2 Приготовление раствора уксуснокислого цинка (ацетата цинка)

Уксуснокислый цинк массой 30 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют при нагревании в растворе, содержащем 52 см^3 дистиллированной воды и 1 см^3 ледяной уксусной кислоты.

Срок хранения раствора при температуре (20 ±2) °С — не более 3 мес.

7.3.4.3 Приготовление раствора цинкуранилацетата

Растворы уранилацетата по 7.3.4.1 и ацетата цинка по 7.3.4.2 смешивают и через 24 ч фильтруют.

Раствор используют свежеприготовленным.

7.3.4.4 Приготовление раствора уксусной кислоты в соотношении (1:5)

Раствор уксусной кислоты в соотношении (1:5) готовят в стакане вместимостью 250 см^3 разбавлением по объему уксусной кислоты массовой долей 99,5 % (одна часть) дистиллированной водой (пять частей).

Срок хранения раствора при температуре (20 ±2) °С — не более 3 мес.

7.3.5 Проведение анализа

Способ 1. Метод основан на образовании осадка, окрашенного в желтый цвет, при взаимодействии ионов натрия с уранилацетатом цинка.

Пробу массой от 0,5 до 1,0 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды. К 5 см^3 раствора добавляют для подкисления от 1 до 2 см^3 раствора уксусной кислоты по 7.3.4.4 , фильтруют, затем прибавляют 1 см^3 раствора цинкуранилацетата по 7.3.4.3. Образование желтого кристаллического осадка подтверждает присутствие в растворе ионов натрия.

Способ 2. Метод основан на способности соединений натрия окрашивать бесцветное пламя в желтый цвет.

Платиновую проволоку нагревают в пламени горелки и быстро вносят в анализируемую пробу пищевого цитрата натрия. Затем прилипшие к раскаленной проволоке кристаллы осторожно сплавляют в пламени горелки (спиртовки), опускают в концентрированную соляную кислоту и снова помещают в пламя.

Окрашивание бесцветного пламени в желтый цвет указывает на присутствие в пробе ионов натрия.

7.4 Тест на цитрат-ионы

Метод основан на образовании цитрат-ионами с пиридином и уксусным ангидридом соединения, окрашенного в красный цвет.

7.4.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Весы, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности ±0,01 г по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

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

Цилиндр 1(3)–100–1 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2–2–1–5(10) по ГОСТ 29227.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815.

Пиридин по ГОСТ 13647.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

7.4.2 Отбор проб — по 7.1.

7.4.3 Условия проведения анализа — по 7.3.3.

7.4.4 Проведение анализа

В стакане вместимостью 100 см^3 к смеси, содержащей 5 см^3 пиридина и 1 см^3 уксусного ангидрида, добавляют от 0,3 до 0,5 г анализируемой пробы, и смесь нагревают до температуры 70 °С. Появление красного окрашивания свидетельствует о присутствии в растворе цитрат-ионов.

7.5 Определение массовой доли основного вещества

7.5.1 Определение массовой доли основного вещества пищевых цитратов натрия Е331(i) и Е331(ii)

Метод основан на титриметрическом определении при нейтрализации раствором гидроокиси натрия в присутствии фенолфталеина.

Массовую долю основного вещества определяют на безводной основе предварительно высушенной анализируемой пробы.

7.5.1.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Весы со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,3 мг, и погрешностью от нелинейности ±0,6 мг.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения температуры от 0 °С до 200 °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.

Эксикатор 2–250 по ГОСТ 25336.

Бюретки I–1–2–25(50)–0,1 по ГОСТ 29251.

Колба 2–1000–1 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-1–250–34 ТХС по ГОСТ 25336.

Капельница 2–50 ХС или 3–7/11 ХС по ГОСТ 25336.

Воронка В-36–80 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания СВ-14/8(19/9) по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1–50–1, 1(3)–100–1 по ГОСТ 1770.

Склянка с тубусом 3–3(5) по ГОСТ 25336.

Рукавицы тканевые или держатели для стаканчика.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Фенолфталеин (индикатор).

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

Кислота соляная молярной концентрации c (HCl) = 1 моль/дм^3 (1 н) из стандарт-титра (фиксанала).

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

7.5.1.2 Отбор проб — по 7.1.

7.5.1.3 Условия проведения анализа — по 7.3.3.

7.5.1.4 Подготовка к анализу

Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3 (1 н) готовят по ГОСТ 25794.1.

Срок хранения раствора при температуре (20 ±2) °С — не более 1 мес.

Спиртовой раствор фенолфталеина массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4919.1.

Раствор хранят в защищенном от света месте при температуре (20 ±2) °С — не более одного года.

Сушку стаканчика для взвешивания проводят по 7.6.4.

7.5.1.5 Проведение анализа

В сухом стаканчике взвешивают от 2,000 до 2,500 г анализируемой пробы с записью результата до третьего десятичного знака и сушат в открытом стаканчике вместе с крышкой по 7.6.5. Высушенную пробу из стаканчика количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды, добавляют две-три капли спиртового раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до слабого розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

7.5.1.6 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества пищевых цитратов натрия Е331(i) и Е331(ii) X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{Э K V 100}{m}, \quad (1)$$

где $Э$ — эквивалентная масса безводного цитрата натрия Е331(i) и Е331(ii), соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3, г/см^3; $Э_{E331(i)}$ = = 0,10706; $Э_{E331(ii)}$ = 0,26311;

K — поправочный коэффициент титра раствора гидроокиси натрия определяют по ГОСТ 25794.1, используя установочный раствор стандарт-титр (фиксанал) соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 1 моль/дм^3 (1 н);

V — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3, израсходованный на титрование пробы, см^3;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m — масса сухой пробы, г, вычисляемая по формуле

$$m = m_2 - m_1, \quad (2)$$

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

m_1 — масса сухого стаканчика с крышкой, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $X_{1ср}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,20 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,40 %.

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли основного вещества пищевых цитратов натрия Е331(i) и Е331(ii) ±0,2 % при P = 95 %.

7.5.2 Определение массовой доли основного вещества пищевых цитратов натрия Е331(iii). Способ 1

Метод основан на титриметрическом определении при титровании 3-замещенного цитрата натрия хлорной кислотой в неводных средах.

Массовую долю основного вещества определяют на безводной основе предварительно высушенной анализируемой пробы.

7.5.2.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Весы со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,3 мг, и погрешностью от нелинейности ±0,6 мг.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения температуры от 0 °С до 200 °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, погрешностью ±2 °С.

Эксикатор 2–250 по ГОСТ 25336.

Трубка хлоркальциевая ТХ-П-1–17 по ГОСТ 25336.

Бюретки I–1–2–25(50)–0,1 по ГОСТ 29251.

Колба 2–1000–1 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-1–250–34 ТХС по ГОСТ 25336.

Капельница 2–50 ХС или 3-7/11 ХС по ГОСТ 25336.

Воронка В-36–80 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания СВ-14/8(19/9) по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1(3)–100–1 по ГОСТ 1770.

Рукавицы тканевые или держатели для стаканчика.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815.

Кислота хлорная.

Метиловый фиолетовый (индикатор).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

7.5.2.2 Отбор проб — по 7.1

7.5.2.3 Условия проведения анализа — по 7.3.3.

7.5.2.4 Подготовка к анализу

Раствор хлорной кислоты молярной концентрации c ($HClO_4$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н) готовят по ГОСТ 25794.3.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 2) °С — не более 3 мес.

Раствор метилового фиолетового в уксусной кислоте массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4919.1.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 2) °С — не более 3 мес.

Сушку стаканчика для взвешивания проводят по 7.6.4.

7.5.2.5 Проведение анализа

В подготовленном сухом стаканчике взвешивают от 0,300 до 0,350 г анализируемой пробы с записью результата до третьего десятичного знака и сушат вместе с крышкой по 7.6.5. Высушенную пробу из стаканчика количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 100 см^3 ледяной уксусной кислоты и растворяют при перемешивании. Затем добавляют две-три капли раствора метилового фиолетового и титруют раствором хлорной кислоты до перехода окраски раствора в зеленую, не исчезающую в течение 1 мин. При титровании бюретка, наполненная раствором хлорной кислоты, должна быть закрыта поглотительной трубкой с хлористым кальцием.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольное определение. Для этого в коническую колбу вместимостью 250 см^3 вносят 100 см^3 уксусной кислоты, две-три капли раствора индикатора метилового фиолетового и титруют раствором хлорной кислоты до перехода окраски раствора в зеленую, не исчезающую в течение 1 мин.

7.5.2.6 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества пищевых цитратов натрия Е331(iii) X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{0{,}0086\,K(V - V_1)100}{m}, \qquad (3)$$

где 0,0086 — эквивалентная масса безводного цитрата натрия Е331(iii), соответствующая 1 см^3 раствора хлорной кислоты молярной концентрации точно c ($HClO_4$) = 0,1 моль/дм^3, г/см^3;

K — поправочный коэффициент титра раствора хлорной кислоты, определяемый по ГОСТ 25794.3;

V — объем раствора хлорной кислоты молярной концентрации c ($HClO_4$) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование пробы, см^3;

V_1 — объем раствора хлорной кислоты молярной концентрации c ($HClO_4$) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование в контрольном определении, см^3;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m — масса сухой пробы, г, определяемая по формуле (2).

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{2ср}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,20 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,40 %.

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли основного вещества пищевых цитратов натрия Е331(iii) ±0,2 % при P = 95 %.

7.5.3 Определение массовой доли основного вещества пищевых цитратов натрия Е331(iii). Способ 2

Метод основан на обмене ионов натрия Na^+ пищевых цитратов натрия на ионы водорода H^+ на катионите КУ-2-8 и кислотно-основном титровании образовавшейся лимонной кислоты.

7.5.3.1 Средства измерений, вспомогательные оборудование и устройства, посуда, реактивы и материалы

Весы со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,3 мг, и погрешностью от нелинейности ±0,6 мг.

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

Баня водяная.

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

Катионит марки КУ-2-8 по ГОСТ 20298.

Колонка ионообменная диаметром (19 ± 1) мм и рабочей высотой не менее 150 мм с расширением в верхней части. В качестве опорного слоя для катионита служит стеклянная пористая пластинка с размером пор менее 0,3 мм.

Стаканчики для взвешивания СВ-14/8(19/9) по ГОСТ 25336.

Бюретка I–1–2–50–0,1 по ГОСТ 29251.

Колба 2–250–2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2–500–34 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка 2–2–1–25 по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1(3)–250–1 по ГОСТ 1770.

Стакан В(Н)-1–400 ТХС по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислого газа, готовят по ГОСТ 4517.

Кислота соляная молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 (1 н) из стандарт-титра (фиксанала).

Кислота соляная плотностью 1,15—1,19 г/см^3 по ГОСТ 3118, ч.

Метиловый оранжевый (индикатор).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Фенолфталеин (индикатор).

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

7.5.3.2 Отбор проб — по 7.1.

7.5.3.3 Условия проведения анализа — по 7.3.3.

7.5.3.4 Подготовка к анализу

а) Раствор соляной кислоты массовой долей 5 % готовят по ГОСТ 4517.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 2) °С — не более одного года.

б) Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н) готовят по ГОСТ 25794.1.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 2) °С — не более 1 мес.

Поправочный коэффициент титра раствора гидроокиси натрия определяют используя установочный раствор стандарт-титра (фиксанал) c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н).

в) Спиртовой раствор фенолфталеина массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4919.1.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 2) °С — не более одного года.

г) Раствор метилового оранжевого массовой долей 0,1 % готовят по ГОСТ 4919.1.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 2) °С — не более одного года.

д) Катионит отсеивают от пыли и крупных частиц на ситах. Для анализа используют фракции размером от 0,3 до 1,5 мм. Для удаления загрязнений и минеральных примесей и перевода в Н-форму катионит помещают в стакан, несколько раз обрабатывают раствором соляной кислоты по 7.5.3.4а), нагретым на водяной бане до температуры (55 ± 5) °С. После чего катионит загружают в колонку до высоты столба от 100 до 150 мм и продолжают его подготовку по ГОСТ 10896, отмывая нагретым раствором соляной кислоты до отрицательной реакции на ион железа, затем дистиллированной водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому по 7.5.3.4г) (до изменения окраски от красного до желтого).

В слое катионита не должно быть воздуха, для этого осуществляют подачу раствора соляной кислоты и дистиллированной воды в колонку снизу вверх.

Катионит хранят в колонке или емкости под слоем дистиллированной воды.

7.5.3.5 Проведение анализа

В сухом стаканчике взвешивают от 1,500 до 2,000 г анализируемой пробы с записью результата до третьего десятичного знака. Пробу количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают; отбирают пипеткой 25 см^3 полученного раствора и пропускают его со скоростью (5,5 ± 0,5) см^3/мин через колонку, наполненную катионитом по 7.5.3.4д). Катионит в колонке промывают дистиллированной водой объемом 250 см^3 с той же скоростью. Раствор и промывные воды собирают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, затем прибавляют одну-две капли фенолфталеина по 7.5.3.4в) и титруют раствором гидроокиси натрия по 7.5.3.4б) до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 5 мин.

7.5.3.6 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества пищевых цитратов натрия Е331(iii) X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{V Э K \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 25}, \qquad (4)$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н), израсходованный на титрование пробы, см^3;

$Э$ — эквивалентная масса пищевых цитратов натрия, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, г/см^3:

для безводного цитрата натрия Е331(iii) $Э$ = 0,00860;

для 2-водного цитрата натрия Е331(iii) $Э$ = 0,00980;

для 5,5-водного цитрата натрия Е331(iii) $Э$ = 0,01191;

K — поправочный коэффициент титра раствора гидроокиси натрия, определяемый по ГОСТ 25794.1;

250 — объем раствора цитрата натрия Е331(iii), см^3;

100 — коэффициент пересчета результата анализа в проценты;

m — масса анализируемой пробы по 7.5.3.5, г;

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

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{3ср}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,30 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,50 %.

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли основного вещества пищевых цитратов натрия Е331(iii) ±0,3 % при P = 95 %.

Методы по 7.5.2 (способ 1) и 7.5.3 (способ 2) обеспечивают сопоставимость результатов испытаний определения массовой доли основного вещества пищевых цитратов натрия Е331(iii).

7.6 Определение массовой доли потерь при высушивании

Метод основан на гравиметрическом определении потерь при высушивании цитратов натрия до постоянной массы.

7.6.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

Весы со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,3 мг, и с погрешностью от нелинейности ±0,6 мг.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения температуры от 0 °С до 200 °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.

Эксикатор 2–250 по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания СН-60/14 или СН-45/13 по ГОСТ 25336.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

Рукавицы тканевые или держатели для стаканчика.

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

7.6.2 Отбор проб — по 7.1.

7.6.3 Условия проведения анализа — по 7.3.3.

7.6.4 Подготовка к анализу

Открытый стеклянный стаканчик вместе с крышкой помещают в сушильный шкаф, нагретый до температуры высушивания соответствующего цитрата (см. 7.6.5), и выдерживают в течение 0,5 ч. Затем стаканчик закрывают крышкой, помещают в эксикатор, на 1/3 заполненный обезвоженным хлористым кальцием, охлаждают до температуры, не превышающей более чем на 3 °С температуру окружающего воздуха по 7.6.3, и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака.

Высушивание стаканчика с крышкой повторяют при тех же условиях до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний составит не более 0,001 г.

7.6.5 Проведение анализа

В подготовленный к испытанию стаканчик вносят от 2,000 до 3,000 г анализируемой пробы, стаканчик закрывают крышкой и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака. Пробу распределяют равномерным слоем постукиванием по стаканчику и сушат в открытом стаканчике вместе с крышкой в течение 4 ч соответственно при температуре: $T_{E331(i)}$ = 105 °С; $T_{E331(ii)}$ = 115 °С, $T_{E331(iii)}$ = 180 °С.

После этого стаканчик с высушенной пробой быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе над обезвоженным хлористым кальцием до температуры, не превышающей более чем на 3 °С температуру окружающего воздуха по 7.6.3, и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака.

Высушивание стаканчика с пробой повторяют с продолжительностью сушки от 1 до 2 ч до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний составит не более 0,001 г.

7.6.6 Обработка результатов

Массовую долю потерь при высушивании X_4, %, вычисляют по формуле

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

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

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

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m_1 — масса сухого стаканчика с крышкой, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{4ср}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 5 % отн.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 7,5 % отн.

Границы относительной погрешности определений массовой доли потерь при высушивании ±5 % отн. при P = 95 %.

7.7 Определение pH водного раствора

Метод основан на определении показателя активности ионов водорода растворов пищевых цитратов натрия массовой долей 1 % путем измерения при помощи pH-метра со стеклянным электродом.

7.7.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Весы, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности ±0,001 г по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

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

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

Стаканчики для взвешивания СВ-14/8 или СВ-19/9 по ГОСТ 25336.

Стаканы В(Н)-1–50(250) 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 и вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивы по качеству не хуже вышеуказанных.

7.7.2 Отбор проб — по 7.1.

7.7.3 Условия проведения анализа — по 7.3.3.

7.7.4 Проведение определения

Пробу цитрата натрия массой 1 г, взвешенную с записью результата до первого десятичного знака, помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют при перемешивании в 100 см^3 дистиллированной воды.

В стакан вместимостью 50 см^3 помещают (40 ± 5) см^3 раствора цитрата натрия, погружают в раствор электроды pH-метра и измеряют pH раствора в соответствии с инструкцией к прибору.

7.7.5 Обработка результатов

Результаты определения записывают до второго десятичного знака. За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение pH двух параллельных измерений $X_{5ср}$, ед. pH, округленных до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,10 ед. pH.

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

Границы абсолютной погрешности определения pH ± 0,1 ед. pH при P = 95 %.

7.8 Тест на оксалаты

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

7.8.1 Средства измерений, посуда, материалы и реактивы

Весы, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности ±0,001 г по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Стаканчики для взвешивания СВ-19/9 или СН-34/12 по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные 1–25(100)–1 по ГОСТ 1770.

Стаканы В(Н)-1–50(250) ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.

Воронка В-75–110(140) ХС по ГОСТ 25336.

Пипетка 2–1–2–2 по ГОСТ 29227.

Палочка стеклянная оплавленная.

Фильтры обеззоленные «синяя лента».

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кальций уксуснокислый по ГОСТ 3159.

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

7.8.2 Отбор проб – по 7.1.

7.8.3 Условия проведения анализа — по 7.3.3.

7.8.4 Подготовка к анализу

Раствор уксуснокислого кальция массовой долей 10 % готовят растворением уксуснокислого кальция массой (10,0 ±0,1) г в 90 см^3 дистиллированной воды в стакане вместимостью 250 см^3.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 2) °С — не более 3 мес.

7.8.5 Проведение анализа

Пробу массой (5,00 ± 0,05) г растворяют в 25 см^3 дистиллированной воды в стакане вместимостью 50 см^3. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента». Затем к раствору прибавляют 2 см^3 уксуснокислого кальция по 7.8.4.

По истечении 1 ч не должно наблюдаться помутнение раствора и образование осадка.

7.9 Определение токсичных элементов

7.9.1 Отбор проб — по 7.1.

7.9.2 Условия проведения анализа — по 7.3.3.

7.9.3 Массовую долю свинца определяют по ГОСТ 26932, ГОСТ 30178.

7.9.4 Массовую долю мышьяка определяют по ГОСТ 26930, ГОСТ 31628.

7.9.5 Массовую долю ртути определяют по ГОСТ 26927.

8 Транспортирование и хранение

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

8.2 Пищевые цитраты натрия хранят в упаковке изготовителя в сухих отапливаемых складских помещениях при температуре от 10 °С до 25 °С на деревянных стеллажах или поддонах при относительной влажности воздуха не более 70 %.

8.3 Срок годности и условия хранения устанавливает изготовитель.

8.4 Рекомендуемый срок годности пищевых цитратов натрия — два года со дня изготовления.

Библиография

[1] Технический регламент Таможенного союза 029/2012 «Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов и технологических вспомогательных средств»
[2] Технический регламент Таможенного союза 021/2011 «О безопасности пищевой продукции»
[3] Технический регламент Таможенного союза 005/2011 «О безопасности упаковки»
[4] Технический регламент Таможенного союза 022/2011 «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, цитраты натрия, Е331(i) цитрат натрия 1-замещенный, Е331(ii) цитрат натрия 2-замещенный, Е331(iii) цитрат натрия 3-замещенный, показатели качества и безопасности, упаковка, маркировка, правила приемки, методы контроля, транспортирование, хранение

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *Е.В. Беспрозванная*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 16.10.2014. Подписано в печать 06.11.2014. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,75. Тираж 53 экз. Зак. 4431.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru