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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31726— 2012

Добавки пищевые

КИСЛОТА ЛИМОННАЯ БЕЗВОДНАЯ Е330

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 ПОДГОТОВЛЕН 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 15 ноября 2012 г. № 42)

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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1688-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31726—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2013 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 53040—2008

6 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, 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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Технические требования . . . 3
3.1 Характеристики . . . 3
3.2 Требования к сырью и материалам . . . 4
3.3 Упаковка . . . 4
3.4 Маркировка . . . 5
4 Требования безопасности . . . 5
5 Правила приемки . . . 5
6 Методы контроля . . . 7
6.1 Отбор и подготовка проб . . . 7
6.2 Определение органолептических показателей . . . 8
6.3 Тест на ионы водорода . . . 8
6.4 Тест на цитрат-ионы . . . 8
6.5 Определение массовой доли безводной лимонной кислоты . . . 9
6.6 Определение массовой доли воды . . . 10
6.7 Определение массовой доли сульфатной золы . . . 10
6.8 Определение массовой доли оксалатов . . . 11
6.9 Определение массовой доли сульфатов . . . 12
6.10 Тест на легкообугливаемые вещества . . . 13
6.11 Тест на ферроцианиды . . . 14
6.12 Тест на железо . . . 14
6.13 Определение массовой доли свинца . . . 15
6.14 Определение массовой доли мышьяка . . . 15
7 Транспортирование и хранение . . . 15
8 Рекомендации по применению . . . 15

Поправка к ГОСТ 31726—2012 Добавки пищевые. Кислота лимонная безводная Е330. Технические условия

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Армения	AM	Минэкономразвития Республики Армения

(ИУС № 6 2019 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Добавки пищевые

КИСЛОТА ЛИМОННАЯ БЕЗВОДНАЯ Е330

Технические условия

Food additives. Citric acid anhydrous E330. Specifications

Дата введения — 2013—07—01

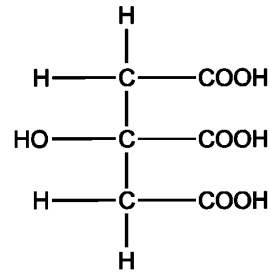
1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку кислоту лимонную безводную Е330, получаемую из углеводсодержащего сырья в результате микробиологического синтеза (ферментации) с использованием нетоксикогенных штаммов гриба Aspergillus niger и предназначенную для использования в пищевой промышленности.

Формулы:

химическая $C_6H_8O_7$,

структурная



Молекулярная масса 192,13.

Требования, обеспечивающие безопасность пищевой безводной лимонной кислоты, изложены в 3.1.5, требования к качеству — в 3.1.3 и 3.1.4, требования к маркировке — в 3.4.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ ИСО 2859-1—2009 Статистические методы. Процедуры выборочного контроля по альтернативному признаку. Часть 1. Планы выборочного контроля последовательных партий на основе приемлемого уровня качества

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

Издание официальное

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

ГОСТ 21—94 Сахар-песок. Технические условия

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 199—78 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 857—95 Кислота соляная синтетическая техническая. Технические условия

ГОСТ 1692—85 Известь хлорная. Технические условия

ГОСТ 1760—86 Подпергамент. Технические условия

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

ГОСТ 2184—77 Кислота серная техническая. Технические условия

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

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

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

ГОСТ 3652—69 Реактивы. Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

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

ГОСТ 4108—72 Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия

ГОСТ 4145—74 Реактивы. Калий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4147—74 Реактивы. Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4212—76 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4453—74 Уголь активный осветляющий древесный порошкообразный. Технические условия

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

ГОСТ 4525—77 Реактивы. Кобальт хлористый 6-водный. Технические условия

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

ГОСТ 5100—85 Сода кальцинированная техническая. Технические условия

ГОСТ 5456—79 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 5815—77 Реактивы. Ангидрид уксусный. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6816—79 Калий железистосинеродистый технический. Технические условия

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

ГОСТ 7699—78 Крахмал картофельный. Технические условия

ГОСТ 8253—79 Мел химически осажденный. Технические условия

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

ГОСТ 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. 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 14262—78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14870—77 Продукты химические. Методы определения воды

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 19360—74 Мешки-вкладыши пленочные. Общие технические условия

ГОСТ 20298—74 Смолы ионообменные. Катиониты. Технические условия

ГОСТ 20301—74 Смолы ионообменные. Аниониты. Технические условия

ГОСТ 22180—76 Реактивы. Кислота щавелевая. Технические условия

ГОСТ 24104—2001* Весы лабораторные. Общие технические требования

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

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

ГОСТ 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

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 Пищевую безводную лимонную кислоту вырабатывают в соответствии с требованиями настоящего стандарта, по технологическим инструкциям (регламентам).

3.1.2 Пищевая безводная лимонная кислота хорошо растворима в воде и этаноле.

3.1.3 По органолептическим показателям пищевая безводная лимонная кислота должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Органолептические показатели

Наименование показателя	Характеристика показателя
Внешний вид	Сухой, сыпучий кристаллический порошок без комков, на ощупь не липкий, без посторонних включений
Цвет	Белый
Вкус	Кислый, без постороннего привкуса
Запах	Без запаха

3.1.4 По химическим показателям пищевая безводная лимонная кислота должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

Таблица 2 — Химические показатели

Наименование показателя	Характеристика показателя
Тест на ионы водорода	Выдерживает испытание
Тест на цитрат-ионы	Выдерживает испытание
Массовая доля безводной лимонной кислоты, %, не менее	99,5

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

Окончание таблицы 2

Наименование показателя	Характеристика показателя
Массовая доля воды, %, не более	0,5
Массовая доля сульфатной золы, %, не более	0,05
Массовая доля оксалатов, млн$^{-1}$ (мг/кг), не более	100
Массовая доля сульфатов, млн$^{-1}$ (мг/кг), не более	150
Тест на легкообугливаемые вещества	Выдерживает испытание
Тест на ферроцианиды	Выдерживает испытание
Тест на железо	Выдерживает испытание

3.1.5 По показателям, обеспечивающим безопасность (содержанию токсичных элементов), пищевая безводная лимонная кислота должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 3.

Таблица 3 — Показатели безопасности

Наименование показателя	Характеристика показателя
Массовая доля свинца, млн$^{-1}$ (мг/кг), не более	0,5
Массовая доля мышьяка, млн$^{-1}$ (мг/кг), не более	0,7

3.2 Требования к сырью и материалам

3.2.1 Для производства пищевой безводной лимонной кислоты используют следующее сырье и основные материалы:

- мелассу свекловичную;
- сахар-песок по ГОСТ 21;
- сахар-сырец;
- крахмал кукурузный;
- крахмал картофельный по ГОСТ 7699;
- крахмал пшеничный;
- гидролизаты крахмала;
- материал посевной;
- воду питьевую;
- кислоту серную техническую контактную улучшенную или первого сорта по ГОСТ 2184;
- соду кальцинированную техническую марки Б по ГОСТ 5100;
- калий железистосинеродистый технический по ГОСТ 6816;
- известь по техническим требованиям производства пищевой лимонной кислоты;
- мел химически осажденный по ГОСТ 8253;
- уголь активный осветляющий древесный порошкообразный марки ОУ-А или ОУ-В по ГОСТ 4453;
- известь хлорная по ГОСТ 1692;
- катионит марки КУ—2—8 или КУ—2—8чС по ГОСТ 20298;
- анионит марки АВ—17—8 или АВ—17—8чС по ГОСТ 20301;
- кислоту соляную синтетическую техническую по ГОСТ 857.

3.2.2 Сырье и материалы должны обеспечивать качество и безопасность пищевой безводной лимонной кислоты.

3.3 Упаковка

3.3.1 Пищевую безводную лимонную кислоту упаковывают в продуктовые мешки по ГОСТ 30090, бумажные непропитанные трехслойные мешки марки НМ по ГОСТ 2226, ящики из гофрированного картона для пищевых продуктов по ГОСТ 13512. Внутрь мешков или ящиков должны вставляться мешки-вкладыши по ГОСТ 19360 из «пищевой» полиэтиленовой нестабилизированной пленки марки Н толщиной не менее 0,08 мм по ГОСТ 10354.

3.3.2 Полиэтиленовые мешки-вкладыши после их заполнения заваривают или завязывают шпагатом из лубяных волокон по ГОСТ 17308 или другим шпагатом 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 зашивки.

3.3.4 При внутригородских перевозках допускается упаковывание пищевой безводной лимонной кислоты в ящики из гофрированного картона по 3.3.1 с застилкой подпергаментом марки П-3 по ГОСТ 1760, полностью покрывающим всю внутреннюю поверхность тары (включая и верх) без каких-либо зазоров и промежутков.

3.3.5 Допускается применение других видов тары и упаковочных средств, изготовленных из материалов, использование которых в контакте с пищевой безводной лимонной кислотой обеспечивает ее качество и безопасность.

3.3.6 Масса нетто упаковочной единицы должна быть от 10 до 40 кг.

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

3.3.8 Пищевую безводную лимонную кислоту, отправляемую в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, упаковывают по ГОСТ 15846.

3.4 Маркировка

3.4.1 На каждую упаковочную единицу с пищевой безводной лимонной кислотой наносят маркировку любым способом, обеспечивающим ее четкое обозначение, с указанием:

- наименования пищевой добавки и ее индекса*;
- наименования и местонахождения (юридический адрес) изготовителя;
- товарного знака изготовителя (при наличии);
- массы нетто;
- массы брутто;
- номера партии;
- даты изготовления;
- срока и условий хранения;
- обозначения настоящего стандарта.

3.4.2 Транспортная маркировка упаковочной единицы должна соответствовать требованиям ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционных знаков: «Беречь от влаги» и «Крюками не брать».

4 Требования безопасности

4.1 Пищевая безводная лимонная кислота нетоксична, пожаро- и взрывобезопасна.

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

4.3 При работе с пищевой безводной лимонной кислотой необходимо использовать спецодежду, средства индивидуальной защиты и соблюдать правила личной гигиены, предусмотренные соответствующими инструкциями.

4.4 Помещения, в которых проводят работы с пищевой безводной лимонной кислотой, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.

4.5 Концентрация лимонной кислоты в воздухе рабочей зоны не должна превышать предельно допустимой нормы 1 мг/м^3. Контроль воздуха рабочей зоны проводит производитель в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

5 Правила приемки

5.1 Пищевую безводную лимонную кислоту принимают партиями.

Партией считают количество пищевой безводной лимонной кислоты, полученное за один технологический цикл, одной даты изготовления, в одинаковой упаковке, одновременно предъявленное на испытание и приемку, оформленное одним документом, удостоверяющим ее качество и безопасность.

---

* Индекс в соответствии с Европейской системой кодификации пищевых добавок.

5.2 Документ, удостоверяющий качество и безопасность пищевой безводной лимонной кислоты, должен содержать следующую информацию:

- номер и дату выдачи удостоверения;
- наименование пищевой добавки и ее индекс;
- наименование и местонахождение (юридический адрес) изготовителя;
- товарный знак изготовителя (при наличии);
- номер партии;
- дату изготовления;
- массу нетто;
- число упаковочных единиц в партии;
- срок и условия хранения;
- органолептические и химические показатели качества по настоящему стандарту и фактические;
- показатели, обеспечивающие безопасность, по настоящему стандарту и фактические;
- обозначение настоящего стандарта.

5.3 Для проверки соответствия пищевой безводной лимонной кислоты требованиям настоящего стандарта проводят приемо-сдаточные испытания по качеству упаковки, правильности нанесения маркировки, массе нетто, органолептическим и химическим показателям и периодические испытания по показателям безопасности.

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

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

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

5.6 Контроль массы нетто пищевой безводной лимонной 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 в каждой упаковочной единице — по 3.3.7.

5.7 Приемка партии пищевой безводной лимонной кислоты по массе нетто, качеству упаковки и правильности маркировки упаковочных единиц

5.7.1 Партию принимают, если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто пищевой безводной лимонной кислоты, меньше или равно приемочному числу (см. таблицу 4).

5.7.2 Если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто пищевой безводной лимонной кислоты, больше или равно браковочному числу (см. таблицу 4), контроль проводят на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Партию принимают, если выполняются условия по 5.7.1.

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

5.8 Приемка партии пищевой безводной лимонной кислоты по органолептическим и химическим показателям

5.8.1 Для контроля органолептических и химических показателей пищевой безводной лимонной кислоты из каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку в соответствии с требованиями таблицы 4, проводят отбор мгновенных проб и составляют суммарную пробу по 6.1.

5.8.2 При получении неудовлетворительных результатов по органолептическим и 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.

5.8.3 Органолептические и химические показатели пищевой безводной лимонной кислоты в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты испытаний распространяют только на пищевую безводную лимонную кислоту в этой упаковке.

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

6 Методы контроля

6.1 Отбор и подготовка проб

6.1.1 Для составления суммарной пробы пищевой безводной лимонной кислоты из разных мест каждой упаковочной единицы, отобранной по 5.4, 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.

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

Масса суммарной пробы должна быть не менее 500 г.

6.1.3 Если масса суммарной пробы значительно превышает 500 г, ее сокращают методом 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, 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 делят планкой по диагонали на четыре треугольника. Две противоположных части пробы отбрасывают, а две оставшиеся соединяют, перемешивают и вновь делят на четыре треугольника. Процедуру повторяют до тех пор, пока масса суммарной пробы не достигнет нужной величины.

6.1.4 Подготовленную суммарную пробу делят на две равные части и помещают в чистые сухие плотно закрывающиеся банки или полиэтиленовые пакеты из «пищевой» пленки по ГОСТ 10354. Пакеты заваривают или завязывают нитками.

Одну часть суммарной пробы опечатывают, пломбируют и оставляют для повторных испытаний в случае возникновения разногласий в оценке качества пищевой безводной лимонной кислоты. Эту часть суммарной пробы сохраняют до окончания срока хранения. Вторую часть пробы передают в лабораторию для проведения испытаний.

6.1.5 Емкости с пробами снабжают этикетками с указанием следующей информации:

- наименования пищевой добавки и ее индекса;
- наименования и местонахождения изготовителя;
- номера партии;
- массы нетто партии;
- число упаковочных единиц в партии;
- даты изготовления;
- даты отбора проб;
- срока хранения;
- фамилии лиц, проводивших отбор данной пробы;
- обозначения настоящего стандарта.

6.2 Определение органолептических показателей

Метод основан на органолептической оценке внешнего вида, цвета, вкуса и запаха пищевой безводной лимонной кислоты.

6.2.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,1 г.

Стакан В(Н)—1—250 ТС(ТСХ) по ГОСТ 25336.

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

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

Бумага белая.

Стеклянная пластинка.

Стаканчик СВ — 34/12 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770.

Лампы люминесцентные типа ЛД по ГОСТ 6825.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.2.2 Проведение испытаний

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

6.2.2.2 Для определения запаха готовят раствор массовой долей 2 %. Для этого растворяют навеску пробы массой 2 г, взвешенную с записью результата до первого десятичного знака, 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.

6.2.2.3 Для определения вкуса часть раствора, приготовленного по 6.2.2.2, отбирают чайной ложкой и пробуют кончиком языка на вкус.

6.3 Тест на ионы водорода

Метод основан на изменении цвета раствора, содержащего ионы водорода, в присутствии индикатора (лакмуса).

6.3.1 Средства измерений и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,1 г.

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

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2—2—1—5(10) по ГОСТ 29227.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Лакмус (индикатор); готовят по ГОСТ 4919.1.

6.3.2 Подготовка к испытанию

Навеску пробы массой от 1 до 2 г растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды.

6.3.3 Проведение испытания

К 10 см^3 приготовленного раствора добавляют 2—3 капли раствора лакмуса.

Изменение цвета раствора из бесцветного в красный свидетельствует о наличии ионов водорода (кислая среда).

6.4 Тест на цитрат-ионы

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

6.4.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,01 г.

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

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2—2—1—5(10) по ГОСТ 29227.

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

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815.

Пиридин по ГОСТ 13647.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.4.2 Условия проведения испытания

Испытание следует проводить в вытяжном шкафу.

6.4.3 Проведение испытания

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.

6.5 Определение массовой доли безводной лимонной кислоты

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

6.5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Бюретки 1—1—2—25(50)-0,1 по ГОСТ 29251.

Колбы Кн-1-250 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, 24/10) или СН-34/12 (45/13, 60/14) по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770.

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

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Фенолфталеин (индикатор).

Спирт этиловый ректификованный.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.5.2 Подготовка к испытанию

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

6.5.2.2 Спиртовой раствор фенолфталеина с массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4919.1

6.5.3 Проведение испытания

В сухом стаканчике взвешивают 2 г анализируемой пробы с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака. Навеску из стаканчика количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды, добавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до слабого розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

6.5.4 Обработка результатов

Массовую долю безводной лимонной кислоты X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{0{,}064KV \cdot 100}{m}, \qquad (1)$$

где 0,064 — эквивалентная масса безводной лимонной кислоты, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации точно 1 моль/дм^3, г/см^3;

K — поправочный коэффициент титра раствора гидроокиси натрия;

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

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m — масса навески пробы, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака с записью результата до первого десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных измерений.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не должен превышать 0,2 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не должен превышать 0,4 %.

Границы абсолютной погрешности метода ±0,2 % при P = 95 %.

6.6 Определение массовой доли воды

Определение массовой доли воды методом Фишера — по ГОСТ 14870.

6.7 Определение массовой доли сульфатной золы

Метод основан на определении несгораемого остатка в виде сульфатов после прокаливания лимонной кислоты, предварительно обработанной серной кислотой.

6.7.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, устройства и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,00001 г.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Печь муфельная.

Стаканчики для взвешивания СВ-24/10 или СН-34/12.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Тигель № 5 по ГОСТ 9147.

Щипцы тигельные.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262.

Кальций хлористый по ГОСТ 450, плавленый, предварительно прокаленный.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.7.2 Условия проведения испытания

Озоление пробы проводят в вытяжном шкафу.

6.7.3 Подготовка к испытанию

Фарфоровый тигель прокаливают в муфельной печи в течение 3 ч. После этого тигель охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием 0,5 ч и взвешивают с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака. Прокаливание повторяют до постоянной массы, пока расхождение между двумя повторными взвешиваниями тигля (после охлаждения) будет составлять не более 0,0002 г.

6.7.4 Проведение испытания

Навеску пробы массой 3 г, взвешенную с записью результата до четвертого десятичного знака, помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы тигель и добавляют 0,5 см^3 серной кислоты, смачивая всю пробу. Тигель осторожно нагревают на электроплитке до озоления пробы. Затем тигель с озоленной пробой прокаливают при температуре (800 ± 25) °С в муфельной печи в течение 1 ч.

После прокаливания тигель охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием 0,5 ч и взвешивают с записью результата до четвертого десятичного знака. Прокаливание повторяют до тех пор, пока расхождение между двумя повторными взвешиваниями будет составлять не более 0,0002 г.

6.7.5 Обработка результатов

Массовую долю сульфатной золы X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(m_2 - m_1)100}{m}, \qquad (2)$$

где m_2 — масса тигля с золой, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

m — масса навески пробы, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты.

Массовую долю сульфатной золы вычисляют до третьего десятичного знака с записью результата до второго десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных измерений.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не должен превышать 0,01 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не должен превышать 0,02 %.

Границы абсолютной погрешности метода ±0,01 % при P = 95 %.

6.8 Определение массовой доли оксалатов

Метод основан на осаждении оксалат-ионов раствором уксуснокислого кальция и определении труднорастворимого оксалата кальция нефелометрическим методом.

6.8.1 Средства измерений и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,00001 г.

Фотоколориметр-нефелометр, обеспечивающий измерение при длине волны (480 ± 10) нм с погрешностью не более ±1 %.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Колбы Кн-2—50—22/34 ТХС по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания СВ-14/8 или СН-34/12 по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1—50—1 и 1—100—1 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1—2—1—1(2) и 2а—2—1—25 по ГОСТ 29227.

Пробирки П1-16-15ХС по ГОСТ 25336.

Колбы 2-25-2 по ГОСТ 1770.

Кальций уксуснокислый по ГОСТ 3159, ч. д. а.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180, ч. д. а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.8.2 Подготовка к испытанию

6.8.2.1 Раствор щавелевой кислоты с массовой концентрацией 1 мг/см^3 готовят по ГОСТ 4212.

6.8.2.2 Приготовление раствора уксуснокислого кальция

Раствор уксуснокислого кальция с массовой долей 10 % готовят растворением 10 г уксуснокислого кальция в 90 см^3 дистиллированной воды.

6.8.2.3 Приготовление раствора сравнения

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 вносят 2 см^3 уксуснокислого кальция и доводят до метки дистиллированной водой.

6.8.2.4 Построение калибровочного графика

В мерные колбы вместимостью 25 см^3 вносят 0,0; 0,4; 0,8; 1,2; 1,6 см^3 раствора щавелевой кислоты (1 см^3 содержит 1 мг $C_2O_4^{2-}$), в каждую колбу прибавляют 2 см^3 раствора уксуснокислого кальция и доводят дистиллированной водой до метки. Приготовленные растворы содержат 0,0; 0,4; 0,8; 1,2; 1,6 мг $C_2O_4^{2-}$.

По истечении 30 мин измеряют оптическую плотность растворов на фотоколориметре-нефелометре при длине волны (480 ± 10) нм в кюветах с рабочей длиной слоя 50 мм по отношению к раствору сравнения.

По усредненным значениям двух параллельных измерений строят калибровочный график, откладывая по оси абсцисс содержание оксалатов в калибровочных растворах, а по оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

Периодически не реже одного раза в 3 мес данные для построения и сам калибровочный график уточняют, используя свежеприготовленные растворы.

6.8.3 Проведение испытания

Навеску пробы массой 5 г, взвешенную с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака, растворяют в 20 см^3 дистиллированной воды, прибавляют 2 см^3 раствора уксуснокислого кальция и доводят в мерной колбе вместимостью 25 см^3 дистиллированной водой до метки.

По истечении 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоколориметре-нефелометре при длине волны (480 ± 10) нм в кюветах с рабочей длиной слоя 50 мм по отношению к раствору сравнения, приготовленному по 6.8.2.3.

6.8.4 Обработка результатов

Массовую долю оксалатов X_3, млн$^{-1}$ (мг/кг), вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 1000}{m}, \qquad (3)$$

где m_1 — масса оксалатов, найденная по калибровочному графику, мг;

1000 — коэффициент пересчета массы навески m в кг;

m — масса навески пробы, г.

Вычисления проводят до первого десятичного знака с записью результата до целого числа.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных измерений.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости, не должен превышать 10 мг/кг при P = 95 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости, не должен превышать 15 мг/кг при P = 95 %.

Границы абсолютной погрешности метода ±10 мг/кг при вероятности P = 95 %.

6.9 Определение массовой доли сульфатов

Метод основан на осаждении сульфат-ионов раствором хлористого бария и определении труднорастворимого сульфата бария нефелометрическим методом.

6.9.1 Средства измерений и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,00001 г.

Фотоколориметр-нефелометр, обеспечивающий измерение при длине волны (480 ± 10) нм с погрешностью не более ±1 %.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Стаканчики для взвешивания СВ-19/9 или СН 60/14 по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1—50—1 и 1—100—1 по ГОСТ 1770.

Колбы 2—100—2 и 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1—2—1—2(5) и 2а—2—1—25 по ГОСТ 29227.

Колбы Кн-1—100 по ГОСТ 25336.

Колбы 2—50—2 по ГОСТ 1770.

Пробирки П1-25—200 ХС по ГОСТ 25336.

Бария хлорид по ГОСТ 4108, х. ч.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.9.2 Подготовка к испытанию

6.9.2.1 Раствор хлористого бария с массовой долей 20 % готовят по ГОСТ 4517.

6.9.2.2 Раствор соляной кислоты с массовой долей 10 % готовят по ГОСТ 4517.

6.9.2.3 Раствор сернокислого калия с массовой концентрацией 0,181 г/дм^3 (0,1 мг/см^3 SO_4^{2-}) готовят по ГОСТ 4212.

6.9.2.4 Раствор крахмала с массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4517.

6.9.2.5 Приготовление раствора сравнения

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят 1 см^3 раствора соляной кислоты, 3 см^3 раствора крахмала и тщательно перемешивают, затем прибавляют 3 см^3 раствора хлористого бария, перемешивают и доводят до метки дистиллированной водой.

6.9.2.6 Построение калибровочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см^3 вносят 0; 2; 4; 6; 8; 10 см^3 раствора сернокислого калия (1 см^3 содержит 0,1 мг SO_4^{2-}), в каждый раствор прибавляют 25 см^3 дистиллированной воды, 1 см^3 раствора соляной кислоты, 3 см^3 раствора крахмала и тщательно перемешивают в течение 1 мин. Затем прибавляют 3 см^3 раствора хлористого бария, перемешивают и доводят объем до метки дистиллированной водой. Приготовленные растворы содержат 0,0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 мг SO_4^{2-}.

Через 15 мин измеряют оптическую плотность растворов на фотоколориметре-нефелометре при длине волны (480 ± 10) нм в кюветах с рабочей длиной слоя 50 мм по отношению к раствору сравнения.

По усредненным значениям двух параллельных измерений строят калибровочный график, откладывая по оси абсцисс содержание сульфатов в калибровочных растворах, а по оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

Периодически не реже одного раза в 3 мес данные построения и сам калибровочный график уточняют, используя свежеприготовленные растворы.

6.9.3 Проведение испытания

Навеску пробы массой 2 г, взвешенную с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака, количественно переносят в коническую колбу, растворяют в 43 см^3 дистиллированной воды, добавляют 1 см^3 раствора соляной кислоты, 3 см^3 раствора крахмала и тщательно перемешивают в течение 1 мин. Затем медленно прибавляют 3 см^3 хлористого бария и тщательно перемешивают.

Через 15 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора на фотоколориметре-нефелометре при длине волны (480 ± 10) нм в кюветах с рабочей длиной слоя 50 мм по отношению к раствору сравнения, приготовленному по 6.9.2.5.

6.9.4 Обработка результатов

Массовую долю сульфатов X_4, млн$^{-1}$ (мг/кг), вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot 1000}{m}, \quad (4)$$

где m_1 — масса сульфатов, найденная по калибровочному графику, мг;

1000 — коэффициент пересчета массы навески пробы m в кг;

m — масса навески пробы лимонной кислоты, г.

Вычисления проводят до первого десятичного знака с записью результата до целого числа.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных измерений.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости, не должен превышать 10 мг/кг при P = 95 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости, не должен превышать 15 мг/кг при P = 95 %.

Границы абсолютной погрешности метода ±10 мг/кг, при вероятности P = 95 %.

6.10 Тест на легкообугливаемые вещества

Метод основан на озолении примесей лимонной кислоты серной кислотой при 90 °С и визуальном сравнении интенсивности полученной окраски раствора с окраской раствора сравнения.

6.10.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, устройства и реактивы

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С и ценой деления 0,5 °С по ГОСТ 28498.

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

Колбы 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1—2—1—5(10) по ГОСТ 29227.

Пробирки П2Т-25ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—500 по ГОСТ 1770.

Ступка и пестик по ГОСТ 9147.

Термостат или баня водяная.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Кобальт хлористый по ГОСТ 4525, ч. д. а.

Железо хлорное (железо III хлорид) по ГОСТ 4147, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.10.2 Подготовка к испытанию

6.10.2.1 Раствор соляной кислоты (1:39) готовят разбавлением по объему соляной кислоты плотностью 1,36 г/см^3 (одна часть) дистиллированной водой (39 частей).

6.10.2.2 Приготовление раствора хлорного железа

Навеску хлорного железа массой 4,5 г, взвешенную с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в соляной кислоте, доводят объем раствором соляной кислоты до метки и перемешивают.

6.10.2.3 Приготовление раствора хлористого кобальта

Навеску хлористого кобальта массой 5,95 г, взвешенную с записью результата до третьего десятичного знака, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в соляной кислоте, доводят объем раствором соляной кислоты до метки и перемешивают.

6.10.2.4 Приготовление раствора сравнения

К 0,6 см^3 раствора хлористого кобальта добавляют 5,1 см^3 раствора хлорного железа и перемешивают. Раствор сравнения должен быть свежеприготовленным.

6.10.3 Проведение испытания

Навеску тщательно растертой пробы массой 0,5 г, взвешенную с записью результата до третьего десятичного знака, помещают в пробирку и осторожно прибавляют 5 см^3 серной кислоты. Пробирку помещают в термостат или водяную баню с температурой 90 °С, через 1 мин содержимое пробирки тщательно перемешивают и выдерживают при указанной температуре в течение 15 мин. Затем пробу быстро охлаждают до температуры (20 ± 2) °С.

Безводная лимонная кислота выдерживает испытание на легкообугливаемые вещества, если окраска испытуемого раствора (двух параллельных испытаний) не интенсивнее окраски раствора сравнения.

6.11 Тест на ферроцианиды

Метод основан на визуальном сравнении окраски берлинской лазури, образуемой в испытуемом растворе при взаимодействии ферроцианидов с раствором хлорного железа, с окраской раствора сравнения.

6.11.1 Средства измерений и реактивы

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

Стаканчик для взвешивания СВ-19/9 по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1—100(250) по ГОСТ 25336.

Пипетки 2—2—1—10 по ГОСТ 29227.

Цилиндры 1—100(500)—1 по ГОСТ 1770.

Пробирки П1-25—200 ХС по ГОСТ 25336.

Колба 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Железо хлорное (железо (III) хлорид) по ГОСТ 4147, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Кислота лимонная моногидрат по ГОСТ 3652, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.11.2 Подготовка к испытанию

6.11.2.1 Приготовление раствора хлорного железа

Навеску хлорного железа массой 100 г, взвешенную с записью результата до третьего десятичного знака, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доводят объем до метки дистиллированной водой.

6.11.2.2 Приготовление раствора сравнения

Навеску лимонной кислоты моногидрата (ГОСТ 3652) массой 2 г, взвешенную с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака, растворяют в 10 $см^3$ дистиллированной воды, прибавляют три капли раствора хлорного железа и две капли соляной кислоты.

6.11.3 Проведение испытания

Навеску пробы массой 1,82 г, взвешенную с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака, растворяют в 10 $см^3$ дистиллированной воды в пробирке. К полученному раствору прибавляют три капли раствора хлорного железа и две капли соляной кислоты.

Безводная лимонная кислота выдерживает испытание на ферроцианиды, если окраска испытуемого раствора (двух параллельных испытаний) не интенсивнее окраски раствора сравнения.

6.12 Тест на железо

Метод основан на образовании с 1,10-фенантролином комплексного соединения железа (II), окрашенного в оранжево-красный цвет. Предварительное восстановление железа проводят солянокислым гидроксиламином.

6.12.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Баня водяная.

Колбы 2—25—2 и 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1—2—1—2(5) и 2а—2—1—25 по ГОСТ 29227.

Стаканы В—2—100 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1—100—1 и 1—500—1 по ГОСТ 1770.

Пробирки П2-16—150 ХС по ГОСТ 25336.

Бумага индикаторная универсальная.

Склянка из оранжевого стекла по ГОСТ 3885 (пункт 4.2).

Аммиак водный раствор с массовой долей 25 % по ГОСТ 3760.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, ч. д. а.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, х. ч.

1,10-фенантролин, раствор готовят по ГОСТ 4517.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.12.2 Подготовка к испытанию

6.12.2.1 Раствор уксусной кислоты с массовой концентрацией 120 г/дм^3 готовят разбавлением 114 см^3 уксусной кислоты плотностью 1,05 г/см^3 дистиллированной водой до метки в колбе вместимостью 1000 см^3.

6.12.2.2 Раствор серной кислоты с концентрацией 0,01 моль/дм^3 (0,01 н) готовят по ГОСТ 25794.1.

6.12.2.3 Приготовление буферного раствора (pH 5)

Навеску уксуснокислого натрия массой 38 г, взвешенную с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в 500 см^3 воды. Прибавляют 58 см^3 раствора уксусной кислоты, доводят объем раствора до метки и перемешивают.

6.12.2.4 Приготовление реактива на железо

К 200 см^3 воды прибавляют 100 см^3 буферного раствора, 10 г солянокислого гидроксиламина, 0,1 г 1,10-фенантролина и перемешивают. Раствор хранят в склянке из оранжевого стекла с притертой пробкой.

6.12.2.5 Приготовление раствора сравнения

Раствор железа (III) с массовой концентрацией 1 мг/см^3 (основной раствор) готовят по ГОСТ 4212. Из основного раствора готовят раствор с массовой концентрацией железа 0,001 мг/см^3. В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 1 см^3 основного раствора и доводят до метки раствором серной кислоты с концентрацией 0,01 моль/дм^3 (0,01 н).

В стакан помещают 2 см^3 раствора, содержащего 0,001 мг железа в 1 см^3, прибавляют 15 см^3 дистиллированной воды, добавляют раствор аммиака до pH = 5 по универсальной индикаторной бумаге и перемешивают, прибавляют 5 см^3 реактива на железо, погружают на 10 мин в кипящую водяную баню и охлаждают. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

6.12.3 Проведение испытания

Навеску пробы массой 2 г, взвешенную с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака, растворяют в 15 см^3 дистиллированной воды в стакане, прибавляют раствор аммиака до pH = 5 по универсальной индикаторной бумаге и перемешивают, прибавляют 5 см^3 реактива на железо, погружают на 10 мин в кипящую водяную баню и охлаждают. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Безводная лимонная кислота выдерживает испытание на железо, если окраска испытуемого раствора (двух параллельных испытаний) не интенсивнее окраски раствора сравнения.

6.13 Определение массовой доли свинца

Определение массовой доли свинца — по ГОСТ 26932, ГОСТ 30178 или по нормативным документам стран, принявших стандарт. В случае возникновения разногласий используют метод по ГОСТ 30178.

6.14 Определение массовой доли мышьяка

Определение массовой доли мышьяка — по ГОСТ 26930.

7 Транспортирование и хранение

7.1 Пищевую безводную лимонную кислоту перевозят в крытых транспортных средствах всеми видами транспорта в соответствии в правилами транспортирования грузов, действующими на соответствующих видах транспорта.

7.2 Пищевую безводную лимонную кислоту хранят в упаковке изготовителя в сухих отапливаемых складских помещениях на деревянных стеллажах или поддонах при относительной влажности воздуха не более 70 %.

7.3 Срок хранения пищевой безводной лимонной кислоты — не более двух лет со дня изготовления.

8 Рекомендации по применению

8.1 Пищевую безводную лимонную кислоту Е330 используют в различных отраслях пищевой промышленности в качестве регулятора кислотности, подкислителя, стабилизатора окраски, антиокислителя, комплексообразователя, катализатора гидролиза и инверсии.

УДК:661.734.14:006.354 МКС 67.220.20 Н91

Ключевые слова: пищевая добавка, пищевая безводная лимонная кислота, показатели качества и безопасности, упаковка, маркировка, правила приемки, методы испытаний, транспортирование и хранение, рекомендации по применению

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 13.10.2014. Подписано в печать 30.10.2014. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,72. Тираж 84 экз. Зак. 4415.

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

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

Изменение № 1 ГОСТ 31726—2012 Добавки пищевые. Кислота лимонная безводная Е330. Технические условия

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 86-П от 29.03.2016)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 12102

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AM, KG, KZ, RU [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Содержание. Пункт 6.13 изложить в новой редакции:

«6.13 Определение токсичных элементов»;

пункт 6.14 и раздел 8 исключить;

дополнить элементом «Библиография».

Раздел 1. Первый абзац после слова «промышленности» дополнить словами: «как регулятор кислотности и антиокислитель пищевых продуктов»;

второй, третий и четвертый абзацы исключить.

Раздел 2. Ссылку на ГОСТ 1692—85 дополнить знаком сноски — *; дополнить сноской:

«* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 54562—2011 «Известь хлорная. Технические условия»;

заменить ссылки: ГОСТ 1760—86 на ГОСТ 1760—2014, ГОСТ 2184—77 на ГОСТ 2184—2013;

ссылку на ГОСТ 2226—88 (ИСО 6590-1—83, ИСО 7023—83) и его наименование заменить на:

«ГОСТ 2226—2013 Мешки из бумаги и комбинированных материалов. Общие технические условия»;

ссылку на ГОСТ ИСО 2859-1—2009 и его наименование исключить;

ссылку на ГОСТ 7699—78 дополнить знаком сноски — *; дополнить сноской:

«* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53876—2010 «Крахмал картофельный. Технические условия»;

ссылку на ГОСТ 13512—91 дополнить знаком сноски — *; дополнить сноской:

«* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 54463—2011 «Тара из картона и комбинированных материалов для пищевой продукции. Технические условия»;

ссылку на ГОСТ 24104—2001*, его наименование и сноску исключить;

дополнить ссылками:

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

ГОСТ OIML R76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ ISO 2859-1—2009* Статистические методы. Процедуры выборочного контроля по альтернативному признаку. Часть 1. Планы выборочного контроля последовательных партий на основе приемлемого уровня качества

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 2859-1—2007;

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

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

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

ГОСТ 30538—97 Продукты пищевые. Методика определения токсичных элементов атомно-эмиссионным методом

ГОСТ 30561—2013 Меласса свекловичная. Технические условия

---

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2017—01—01.

ГОСТ 31266—2004* Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51766—2001.

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

ГОСТ 31935—2012 Крахмал пшеничный. Технические условия

ГОСТ 32034—2013 Гидролизаты крахмала. Общие технические условия

ГОСТ 32159—2013 Крахмал кукурузный. Общие технические условия».

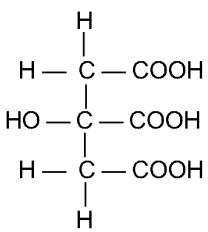
Пункт 3.1.1 изложить в новой редакции:

«3.1.1 Пищевая безводная лимонная кислота (пищевая добавка Е330) представляет собой одну из форм лимонной кислоты.

Формулы безводной лимонной кислоты:

эмпирическая $C_6H_8O_7$

структурная



Молекулярная масса 192,13 а.е.м.

Пищевую безводную лимонную кислоту изготавливают в соответствии с требованиями [1], [2] и настоящего стандарта, применяют в пищевых продуктах в соответствии с требованиями [1] или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего стандарт».

Пункт 3.1.4. Таблица 2. Исключить третью строку.

Пункт 3.1.5 изложить в новой редакции:

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

Подраздел 3.1 дополнить пунктом 3.1.6:

«3.1.6 Массовая доля основного вещества в пищевой безводной лимонной кислоте должна соответствовать требованиям [1] или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего стандарт».

Пункт 3.2.1. Дополнить словами второй абзац: «по ГОСТ 30561»;

пятый абзац: «по ГОСТ 32159»;

седьмой абзац: «по ГОСТ 31935»;

восьмой абзац: «по ГОСТ 32034»;

семнадцатый абзац. Заменить слово: «хлорная» на «хлорную».

Пункт 3.2.2 изложить в новой редакции:

«3.2.2 Допускается применение аналогичного сырья, по показателям безопасности соответствующего требованиям [1] или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего стандарт, обеспечивающих получение пищевой безводной лимонной кислоты в соответствии с требованиями настоящего стандарта».

Пункт 3.3.5 изложить в новой редакции:

«3.3.5 Допускается применение других видов тары и упаковочных средств, обеспечивающих сохранность пищевой безводной лимонной кислоты при хранении и транспортировании и изготовленных из материалов, соответствующих требованиям, установленным [3] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт».

Пункты 3.4.1, 3.4.2 изложить в новой редакции:

«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».

Пункт 4.3 изложить в новой редакции:

«4.3 При работе с пищевой безводной лимонной кислотой необходимо использовать спецодежду и средства индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.011 и соблюдать правила личной гигиены».

Раздел 4 дополнить пунктом 4.6:

«4.6 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007».

Пункт 5.1. Второй абзац изложить в новой редакции:

«Партией считают количество пищевой безводной лимонной кислоты, полученное за один технологический цикл, произведенное одним изготовителем по одному нормативному документу, в одинаковой упаковке, сопровождаемое товаросопроводительной документацией, обеспечивающей прослеживаемость продукции».

Пункт 5.2 исключить.

Пункт 5.4. Первый абзац. Заменить аббревиатуру: «ИСО» на «ISO»;

таблица 4. Графа «Число упаковочных единиц в партии, шт.». Заменить слово: «Число» на «Количество».

Пункт 5.9 изложить в новой редакции:

«5.9 Порядок и периодичность контроля показателей безопасности (содержание мышьяка, свинца, ртути) устанавливает изготовитель в программе производственного контроля».

Пункт 6.1.4. Второй абзац. Заменить слова: «срока хранения» на «срока годности продукта».

Пункт 6.1.5. Второй абзац изложить в новой редакции:

«- полного наименования пищевой добавки и ее Е-номера»;

шестой абзац. Заменить слово: «число» на «количество».

Пункты 6.2.1, 6.3.1, 6.4.1, 6.7.1, 6.8.1, 6.9.1, 6.11.1, 6.12.1. Заголовки дополнить словом: «**, посуда**».

Пункт 6.5.1. Заголовок. Исключить слова: «**вспомогательные устройства**»; дополнить словом: «**, посуда**».

Пункты 6.2.1, 6.3.1. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,1 г».

Пункт 6.2.1. Седьмой абзац. После слова «Стаканчик» дополнить словами: «для взвешивания»;

дополнить абзацем:

«Допускается применение других средств измерений, посуды, вспомогательных устройств и материалов, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных».

Пункт 6.3.1 дополнить абзацем (после первого):

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

Пункты 6.3.1, 6.5.1, 6.8.1, 6.9.1, 6.11.1 дополнить абзацем:

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

Пункт 6.4.1. Изложить в новой редакции второй абзац:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,01 г»;

четвертый абзац: «Цилиндр 1 (3)—25 по ГОСТ 1770»;

пятый абзац: «Пипетки 2—2—1—5 по ГОСТ 29227»;

дополнить абзацем (после второго):

«Стаканчик для взвешивания СВ-14/8 (19/9) по ГОСТ 25336»;

девятый абзац исключить.

Пункты 6.4.1, 6.10.1 дополнить абзацем:

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

Пункты 6.5.1, 6.7.1, 6.8.1, 6.9.1, 6.10.1, 6.11.1, 6.12.1. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0005 г».

Пункт 6.5.1. Тринадцатый абзац. После слова «ректификованный» дополнить словами: «по ГОСТ 5962».

Пункты 6.5.4, 6.7.5, 6.8.4, 6.9.4. Экспликация. Пояснение к значению «m» изложить в новой редакции:

«*m* — масса анализируемой пробы».

Пункты 6.5.4, 6.7.5. Последний абзац. После слова «при» дополнить словом: «вероятности».

Пункт 6.7.1. Четвертый абзац дополнить словами: «по ГОСТ 25336»;

дополнить абзацем (после четвертого):

«Цилиндр 1 (3)—10 по ГОСТ 1770»;

одиннадцатый абзац исключить;

дополнить абзацем:

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

Пункт 6.8.1. Восьмой абзац исключить; дополнить абзацем (после четвертого):

«Стакан В (Н)-1(2)—150 по ГОСТ 25336».

Подпункт 6.8.2.3. Второй абзац перед словом «уксуснокислого» дополнить словом: «раствора».

Пункт 6.8.4. Формула (3). Экспликация. Второй абзац. Заменить слово: «навески» на «пробы».

Пункт 6.9.1. Исключить пятый, шестой и десятый абзацы.

Пункт 6.9.4. Формула (4). Экспликация. Второй абзац. Исключить слово: «навески».

Пункт 6.10.1. Заголовок. Исключить слово: «**, устройства**»; дополнить словом: «**, посуда**»; дополнить абзацем (после четвертого):

«Стакан В-1—100 (250) по ГОСТ 25336».

Подпункт 6.10.2.4. Второй абзац изложить в новой редакции:

«В пробирку помещают 0,6 см^3 раствора хлористого кобальта, добавляют 5,1 см^3 раствора хлорного железа и перемешивают».

Пункт 6.11.1. Пятый абзац исключить.

Подпункт 6.11.2.2. Второй абзац. Исключить ссылку: (ГОСТ 3652); после слов «дистиллированной воды» дополнить словами: «в пробирке».

Пункт 6.12.1 дополнить абзацами (после пятого):

«Стаканчик для взвешивания СВ-19/9 по ГОСТ 25336.

Стакан В-1-50 (400) по ГОСТ 25336»;

дополнить абзацем:

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

Подпункт 6.12.2.3. Второй абзац. После слов «500 см^3» дополнить словом: «дистиллированной»; после слов «до метки» дополнить словами: «дистиллированной водой».

Подпункт 6.12.2.4. Второй абзац. После слов «200 см^3» дополнить словом: «дистиллированной».

Пункт 6.12.3. Дополнить абзацем (перед последним):

«Испытуемый раствор и раствор сравнения переливают в пробирки».

Подраздел 6.13 изложить в новой редакции:

«**6.13 Определение токсичных элементов**

6.13.1 Отбор проб — по 6.1.

6.13.2 Массовую долю ртути определяют по ГОСТ 26927.

6.13.3 Массовую долю свинца определяют по ГОСТ 26932, ГОСТ 30178, ГОСТ 30538.

6.13.4 Массовую долю мышьяка определяют по ГОСТ 26930, ГОСТ 30538, ГОСТ 31628 или ГОСТ 31266.*

---

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

Подраздел 6.14 исключить.

Пункт 7.3 изложить в новой редакции:

«7.3 Срок годности пищевой безводной лимонной кислоты устанавливает изготовитель согласно нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт».

Раздел 8 исключить.

Стандарт дополнить элементом «Библиография»:

«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»

Библиографические данные. Ключевые слова. Исключить слова: «рекомендации по применению».

(ИУС № 8 2016 г.)

gost.e-ecolog.ru