ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55228— 2012

Добавки пищевые

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ЛИМОННОЙ И СОПУТСТВУЮЩИХ КИСЛОТ В ПРОИЗВОДСТВЕ ЛИМОННОЙ КИСЛОТЫ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт пищевых ароматизаторов, кислот и красителей» Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ «ВНИИПАКК» Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 154 «Пищевые добавки и ароматизаторы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 ноября 2012 г. № 1255-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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, 2013

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Добавки пищевые

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ЛИМОННОЙ И СОПУТСТВУЮЩИХ КИСЛОТ В ПРОИЗВОДСТВЕ ЛИМОННОЙ КИСЛОТЫ

Food additives. Method for the mass determining of citric acid and concomitant acids in production of citric acid

Дата введения — 2014—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовой доли лимонной и сопутствующих кислот (глюконовой и щавелевой) методом кальциевых солей в фильтратах культуральной жидкости, образующейся в процессе производства лимонной кислоты из различных видов углеводсодержащего сырья (меласса, сахар-песок, сахар-сырец, гидролизаты крахмала и др.).

Требования к показателю массовой доли лимонной и сопутствующих (глюконовой и щавелевой) кислот, определяемому по настоящему стандарту, устанавливаются в нормативных документах на производство лимонной кислоты.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 12.1.019—2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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 12.4.021—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 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

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

Издание официальное

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773—72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 4530—76 Реактивы. Кальций углекислый. Технические условия

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

ГОСТ 5712—78 Реактивы. Аммоний щавелевокислый 1-водный. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

ГОСТ 18481—81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. 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 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

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 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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

ГОСТ 29251—91 (ИСО 381-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

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 ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим выпускам ежемесячно издаваемого информационного указателя «Национальные стандарты», опубликованным в текущем году. 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 Метод анализа

3.1 Сущность метода

Метод определения массовой доли лимонной, глюконовой и щавелевой кислот основан на различной растворимости их кальциевых солей в воде или разбавленных растворах соляной или серной кислот, что позволяет осуществлять контроль технологического процесса.

Цитрат кальция плохо растворим в горячей воде и хорошо растворим в разбавленном растворе соляной кислоты. Оксалат кальция нерастворим в воде и в разбавленном растворе соляной кислоты, но растворим в разбавленном растворе серной кислоты, глюконат кальция хорошо растворим в воде.

3.2 Требования безопасности

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

3.2.2 Помещение, где проводят работы с реактивами, должно быть оснащено приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

3.2.3 Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.2.007.0 и по ГОСТ Р 12.1.019.

3.2.4 Организация обучения работающих безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

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

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

3.3 Условия проведения анализа

При подготовке и проведении анализа должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . от 20 °С до 25 °С;
- относительная влажность . . . . . от 40 % до 90 %;
- напряжение в электросети . . . . . 220 В;
- частота тока в электросети . . . . . от 49 до 51 Гц.

Все операции с реактивами следует проводить в вытяжном шкафу.

3.4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности ± 0,003 г.

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

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

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

Колбы Кн-1—250—34 ТС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1—250 ТС, В-1—100 ТС по ГОСТ 25336.

Пробирки П1-16—120 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1(3)—100—1, 1(3)—250—1 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные вместимостью 1,5,10 $см^3$ 1-го класса точности по ГОСТ 29227.

Пипетки с одной меткой вместимостью 5, 10, 15, 20, 25, 50,100 $см^3$ 1-го класса точности по ГОСТ 29169.

Воронка лабораторная типа В-36—80 ХС по ГОСТ 25336.

Бюретка стеклянная I—3—2—25—0,1 по ГОСТ 29251.

Ареометр АОН-1 по ГОСТ 18481.

Фильтры бумажные, обеззоленные, «Красная лента».

Бумага индикаторная.

Палочки стеклянные с оплавленным концом.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч. д. а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, х. ч.

Аммоний щавелевокислый 1-водный по ГОСТ 5712.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х. ч.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, х. ч.

Кальций хлористый технический по ГОСТ 450.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530, х. ч.

Фенолфталеин (индикатор).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

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.

3.5 Отбор и подготовка пробы

Из емкости с культуральной жидкостью через пробоотборник сливают порциями полученную в процессе ферментации анализируемую культуральную жидкость. Для анализа используют вторую и по-

следующие порции. Пробу отбирают в колбу вместимостью 500 см^3 в количестве не менее 250 см^3. При проведении ферментации в емкостях, содержащих менее 250 см^3 культуральной жидкости, для анализа используют содержимое нескольких колб так, чтобы объем суммарной пробы был не менее 250 см^3. Культуральную жидкость в колбе инактивируют нагреванием до температуры 80 °С, после чего освобождают от мицелия и взвешенных частиц путем фильтрации. Измеряют ареометром плотность фильтрата культуральной жидкости, используемого для анализа.

3.6 Подготовка к анализу

3.6.1 Определение общей массовой концентрации органических кислот в пересчете на моногидрат лимонной кислоты в фильтрате культуральной жидкости

Помещают 10 см^3 фильтрата культуральной жидкости в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают (раствор А). Затем 20 см^3 раствора А помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют (75 ± 5) см^3 дистиллированной воды и титруют раствором гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, приготовленным по ГОСТ 25794.1, в присутствии фенолфталеина до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 20 с.

Если массовая концентрация органических кислот в фильтрате культуральной жидкости K, определенная по формуле (1), ниже 80 г/дм^3, для приготовления раствора А берут 25 см^3 фильтрата культуральной жидкости, а не 10 см^3.

Массовую концентрацию органических кислот в пересчете на моногидрат лимонной кислоты в фильтрате культуральной жидкости C, г/дм^3, вычисляют по формуле

$$C = \frac{0{,}007V1000}{V_1} \cdot \frac{250}{V_2} = \frac{1750V}{V_1V_2}, \quad (1)$$

где 0,007 — масса моногидрата лимонной кислоты, соответствующая 1 см^3 гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, г/см^3;

V — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, см^3;

1000 — коэффициент пересчета см^3 в дм^3;

V_1 — объем раствора А, взятый на титрование, см^3;

V_2 — объем фильтрата культуральной жидкости, взятый на определение, см^3;

$\frac{250}{V_2}$ — разведение фильтрата культуральной жидкости по 3.5.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $C_{ср}$, г/дм^3, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 1,00 г/дм^3.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 2,00 г/дм^3.

Границы абсолютной погрешности определения массовой концентрации органических кислот в пересчете на моногидрат лимонной кислоты в фильтрате культуральной жидкости при P = 95 % составляют ± 1,5 г/дм^3.

3.6.2 В зависимости от величины массовой концентрации органических кислот в фильтрате культуральной жидкости, определенной по формуле (1), для проведения анализа берут фильтрат культуральной жидкости в объеме от 20 до 50 см^3 из расчета, что во взятой анализируемой пробе должно содержаться не менее 1 г и не более 2 г лимонной и сопутствующих кислот.

3.6.3 Приготовление раствора хлористого кальция с массовой долей 11,1 %

В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 100 см^3 взвешивают хлористый кальций массой (11,10 ± 0,01) и растворяют в 88,90 см^3 дистиллированной воды.

Срок хранения раствора хлористого кальция в плотно закрытой таре при температуре от 15 °С до 25 °С — не более 1 мес.

3.6.4 Приготовление раствора аммиака массовой концентрации 125 г/см^3

В мерную колбу (с пришлифованной пробкой) вместимостью 1000 см^3 вносят 500 см^3 аммиака водного. Доводят объем раствора аммиака в колбе до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора аммиака в плотно закрытой таре при температуре от 15 °С до 25 °С — не более 1 мес.

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

3.6.6 Приготовление раствора азотнокислого серебра с массовой долей 1 %

В предварительно взвешенной мерной колбе вместимостью 100 см^3 взвешивают азотнокислое серебро массой (1,00 ± 0,01) г, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до метки.

Срок хранения раствора азотнокислого серебра в плотно закрытой таре при температуре от 15 °С до 25 °С — не более 1 мес.

3.6.7 Раствор соляной кислоты с массовой долей 10 %, плотностью 1,047 г/см^3 готовят по ГОСТ 4517.

3.6.8 Приготовление насыщенного раствора щавелевокислого аммония

В предварительно взвешенной конической колбе вместимостью 250 см^3 взвешивают щавелевокислый аммоний 1-водный массой (34,60 ± 0,01) г, растворяют в 100 г кипящей дистиллированной воды.

Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа.

3.6.9 Раствор серной кислоты с массовой долей 10 %, плотностью 1,067 г/см^3 готовят по ГОСТ 4517.

3.6.10 Раствор марганцовокислого калия молярной концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.2.

3.6.11 Раствор хлористого аммония с массовой долей 10 % готовят по ГОСТ 4517.

Срок хранения раствора хлористого аммония в плотно закрытой таре при температуре от 15 °С до 25 °С — не более 1 мес.

3.7 Проведение анализа

3.7.1 Определение суммарной массовой доли лимонной и щавелевой кислот в фильтрате культуральной жидкости

Пробу фильтрата культуральной жидкости в объеме по 3.6.2 помещают в термостойкий стакан вместимостью 250 см^3, приливают раствор хлористого кальция по 3.6.3, количество которого рассчитывают так, чтобы на 1 г общего содержания кислот в пробе приходилось 9 см^3 раствора хлористого кальция.

Содержимое стакана нагревают до кипения, нейтрализуют раствором аммиака по 3.6.4 по фенолфталеину по 3.6.5 (до появления розового окрашивания) и кипятят 10 мин. После этого стакан помещают на 30 мин на кипящую водяную баню. При этом образуется осадок цитрата кальция и оксалата кальция, а глюконат кальция остается в растворе. Горячий раствор фильтруют через бумажный фильтр, промывают осадок на фильтре дистиллированной водой температурой (90 ± 10) °С до отрицательной реакции на присутствие хлорид-ионов в промывной воде. Для определения присутствия хлорид-ионов отбирают в пробирку 1 см^3 последней порции промывной воды и добавляют несколько капель раствора азотнокислого серебра по 3.6.6. Отсутствие помутнения свидетельствует о полном удалении хлорид-ионов. Объем фильтрата и промывных вод определяют с помощью цилиндра, учитывая объем промывной воды, отобранной для определения присутствия хлорид-ионов.

Осадок цитрата кальция и оксалата кальция растворяют в 30 см^3 раствора соляной кислоты по 3.6.7 и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3. Объем доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают (раствор Б).

Помещают 50 см^3 раствора Б в термостойкий стакан вместимостью 250 см^3. Содержимое стакана нагревают до кипения и добавляют 15 см^3 кипящего насыщенного раствора щавелевокислого аммония по 3.6.8 (для осаждения ионов кальция), нейтрализуют раствором аммиака по 3.6.4 по фенолфталеину по 3.6.5 до появления розового окрашивания. Раствор кипятят в течение 10 мин, охлаждают до температуры от 20 °С до 25 °С и фильтруют через бумажный фильтр. Осадок промывают дистиллированной водой температурой от 20 °С до 25 °С до отрицательной реакции на присутствие хлорид-ионов. После промывки осадок растворяют в 30 см^3 раствора серной кислоты по 3.6.9, нагревают до температуры 80 °С и титруют раствором марганцовокислого калия по 3.6.10 до появления розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

Суммарную массовую долю лимонной и щавелевой кислот в пересчете на моногидрат лимонной кислоты в фильтрате культуральной жидкости $\Sigma X_{лщ}$, %, вычисляют по формуле

$$\Sigma X_{лщ} = \frac{\left[(0{,}007 \cdot 10V_1) + \frac{0{,}055V_2}{100}\right]}{V_3\rho} \cdot 100, \quad (2)$$

где 0,007 — количество моногидрата лимонной кислоты, соответствующее 1 см^3 марганцовокислого калия молярной концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3, г;

10 — коэффициент пересчета количества раствора Б, взятого для осаждения ионов кальция щавелевокислым аммонием;

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия молярной концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

0,055 — растворимость цитрата кальция в 100 см^3 горячей воды, г;

V_2 — объем фильтрата и промывной воды, см^3;

V_3 — объем фильтрата культуральной жидкости, взятый на анализ по 3.6.2, см^3;

100 — коэффициент пересчета взятого объема фильтрата культуральной жидкости на 100 см^3;

ρ — плотность фильтрата культуральной жидкости, определенная по 3.5, г/см^3.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\Sigma X_{лщ\,ср.}$, %, округленное до второго десятичного знака, если выполняются условия приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r =2,500 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 5,000 %.

Границы абсолютной погрешности определения суммарной массовой доли лимонной и щавелевой кислот в фильтрате культуральной жидкости при P = 95 % составляют ± 3,5 %.

3.7.2 Определение массовой доли щавелевой кислоты в фильтрате культуральной жидкости

Пробу фильтрата культуральной жидкости в объеме по 3.6.2 помещают в термостойкий стакан вместимостью 250 см^3, приливают раствор хлористого кальция по 3.6.3, количество которого рассчитывают так, чтобы на 1 г общего содержания кислот в пробе приходилось 9 см^3 хлористого кальция.

Содержимое стакана нагревают до кипения и кипятят от 10 до 15 мин на электроплитке, после этого стакан помещают на 30 мин на кипящую водяную баню. Затем раствор охлаждают до температуры от 20 °С до 25 °С, фильтруют через бумажный фильтр, осадок промывают дистиллированной водой температурой от 20 °С до 25 °С до отрицательной реакции на присутствие в промывной воде хлорид-ионов (к 1 см^3 промывной воды, отобранной в пробирку, добавляют несколько капель раствора азотнокислого серебра по 3.6.6, отсутствие помутнения свидетельствует о полном удалении хлорид-ионов.). Осадок оксалата кальция растворяют 30 см^3 раствора серной кислоты по 3.6.9, нагревают до температуры 80 °С и титруют раствором марганцовокислого калия по 3.6.10 до появления розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

Массовую долю щавелевой кислоты в пересчете на моногидрат лимонной кислоты в фильтрате культуральной жидкости $X_щ$, %, вычисляют по формуле

$$X_щ = \frac{0{,}007V_1}{V_3\rho} \cdot 100, \quad (3)$$

где 0,007 — количество моногидрата лимонной кислоты, соответствующее 1 см^3 марганцовокислого калия молярной концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3, г;

V_1 — объем марганцовокислого калия молярной концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

V_3 — объем фильтрата культуральной жидкости, взятый на анализ по 3.6.2, см^3;

ρ — плотность фильтрата культуральной жидкости, определенная по 3.5, г/см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $X_{щ\,ср.}$, %, округленное до второго десятичного знака, если выпол-

няются условия приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r =2,500 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 5,000 %.

Границы абсолютной погрешности определения массовой доли щавелевой кислоты в фильтрате культуральной жидкости при P = 95 % составляют ± 3,50 %.

3.7.3 Определение массовой доли лимонной кислоты в фильтрате культуральной жидкости

Массовую долю лимонной кислоты в фильтрате культуральной жидкости $X_л$, % вычисляют по формуле

$$X_л = \Sigma X_{лщ} - X_щ, \quad (4)$$

где $\Sigma X_{лщ}$ — суммарная массовая доля лимонной и щавелевой кислот в пересчете на моногидрат лимонной кислоты в фильтрате культуральной жидкости (см. формулу 2), %;

$X_щ$ — массовая доля щавелевой кислоты в пересчете на моногидрат лимонной кислоты в фильтрате культуральной жидкости (см. формулу 3), %.

Границы абсолютной погрешности определения массовой доли лимонной кислоты в фильтрате культуральной жидкости при P = 95 % составляют ± 5,00 %.

3.7.4 Определение массовой доли кальция в фильтрате культуральной жидкости

Пробу фильтрата культуральной жидкости в количестве по 3.6.2 помещают в термостойкий стакан вместимостью 250 см^3, нагревают до кипения и добавляют 10 см^3 кипящего насыщенного раствора щавелевокислого аммония по 3.6.8. Раствор кипятят в течение 10 мин, охлаждают до температуры от 20 °С до 25 °С, фильтруют через бумажный фильтр и промывают осадок дистиллированной водой температурой от 20 °С до 25 °С до отрицательной реакции на присутствие хлорид-ионов (к 1 см^3 промывной воды, отобранной в пробирку, добавляют несколько капель раствора азотнокислого серебра по 3.6.6, отсутствие помутнения свидетельствует о полном удалении хлорид-ионов). После этого осадок растворяют в 30 см^3 раствора серной кислоты по 3.6.9, нагревают до температуры 80 °С и титруют раствором марганцовокислого калия по 3.6.10 до появления розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

Массовую долю кальция в пересчете на моногидрат лимонной кислоты в фильтрате культуральной жидкости, $X_к$, % , вычисляют по формуле

$$X_к = \frac{0{,}007 V_1}{V_3 \rho} \cdot 100, \quad (5)$$

где 0,007 — количество моногидрата лимонной кислоты, соответствующее 1 см^3 марганцовокислого калия молярной концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3, г/см^3;

V_1 — объем марганцовокислого калия молярной концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

V_3 — объем фильтрата культуральной жидкости, взятый на анализ по 3.6.2, см^3;

ρ — плотность фильтрата культуральной жидкости, определенная по 3.5, г/см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $X_{к\ ср.}$, %, округленное до второго десятичного знака, если выполняются условия приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 2,500 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 5,000 %.

Границы абсолютной погрешности определения массовой доли кальция в фильтрате культуральной жидкости при P = 95 % составляют ± 3,50 %.

3.7.5 Определение массовой доли глюконовой кислоты в фильтрате культуральной жидкости

Пробу фильтрата культуральной жидкости в объеме по 3.6.2 помещают в термостойкий стакан вместимостью 250 см^3, нагревают до кипения, добавляют углекислый кальций, количество которого

рассчитывают так, чтобы на 1 г общей массовой концентрации органических кислот в пробе по 3.6.1 приходилось 0,78 г углекислого кальция. После оседания пены раствор кипятят в течение 10 мин и проверяют реакцию среды по индикаторной бумаге. В случае кислой реакции к раствору добавляют 0,1 г углекислого кальция, кипятят 2 — 4 мин и проверяют реакцию среды по индикаторной бумаге. Так поступают до достижения нейтральной реакции. После этого добавляют 0,5 см^3 раствора хлористого аммония по 3.6.11 и помещают на 30 мин на кипящую водяную баню. Горячий раствор фильтруют через бумажный фильтр и осадок промывают дистиллированной водой температурой (90 ± 10) °С до отрицательной реакции на присутствие хлорид-ионов (к 1 см^3 промывной воды, отобранной в пробирку, добавляют несколько капель раствора азотнокислого серебра по 3.6.6, отсутствие помутнения свидетельствует о полном удалении хлорид-ионов). Объем фильтрата и промывных вод измеряют мерным цилиндром, учитывая объем промывной воды, отобранной для определения хлорид-ионов. После этого фильтрат и промывные воды нагревают до кипения, приливают 15 см^3 кипящего насыщенного раствора щавелевокислого аммония по 3.6.8 (для осаждения ионов кальция). Раствор кипятят в течение 10 мин, охлаждают до температуры от 20 °С до 25 °С, фильтруют через бумажный фильтр и промывают осадок дистиллированной водой температурой от 20 °С до 25 °С до отрицательной реакции на присутствие хлорид-ионов. Осадок растворяют в 30 см^3 раствора серной кислоты по 3.6.9, нагревают до температуры 80 °С и титруют раствором марганцовокислого калия по 3.6.10 до появления розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

Массовую долю глюконовой кислоты в пересчете на моногидрат лимонной кислоты в фильтрате культуральной жидкости $X_г$, %, вычисляют по формуле

$$X_г = \frac{\left[(0{,}007 \cdot V_1) - \frac{0{,}055 V_2}{100}\right]}{V_3 \rho} \cdot 100 - X_к, \qquad (6)$$

где 0,007 — количество моногидрата лимонной кислоты, соответствующее 1 см^3 марганцовокислого калия молярной концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3, г/см^3;

V_1 — объем марганцовокислого калия молярной концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

0,055 — растворимость цитрата кальция в 100 см^3 горячей воды, г;

V_2 — объем фильтрата и промывной воды, см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

V_3 — объем фильтрата культуральной жидкости, взятый на анализ по 3.6.2, см^3;

ρ — плотность фильтрата культуральной жидкости, определенная по 3.5, г/см^3;

$X_к$ — массовая доля кальция в фильтрате культуральной жидкости по формуле (5), %.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $X_{г\,ср.}$, %, округленное до второго десятичного знака, если выполняются условия приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 2,500 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 5,000 %.

Границы абсолютной погрешности определения массовой доли глюконовой кислоты в фильтрате культуральной жидкости при P = 95 % составляют ± 3,50 %.

УДК 663.05:006.354 Н09 ОКС 67.220.20 ОКСТУ 9199

Ключевые слова: добавки пищевые, лимонная кислота, глюконовая кислота, щавелевая кислота, массовая доля, культуральная жидкость, метод кальциевых солей

Редактор *Е.В. Никулина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 10.06.2013. Подписано в печать 23.07.2013. Формат 60x84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40.
Уч.-изд. л. 1,10. Тираж 113 экз. Зак. 794.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru