ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54572— 2011

Добавки пищевые

КАЛИЯ ЦИТРАТЫ Е332

Общие технические условия

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 30 ноября 2011 г. № 664-ст

4 В настоящем стандарте учтены требования Кодекса Алиментариус «Пищевые добавки и контаминанты», Директивы 2008/84/ЕС

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Классификация 3
4 Общие технические требования 3
4.1 Характеристики 3
4.2 Требования к сырью 4
4.3 Упаковка 4
4.4 Маркировка 4
5 Требования безопасности 5
6 Правила приемки 5
7 Методы контроля 6
7.1 Отбор проб 6
7.2 Определение органолептических показателей 7
7.3 Тест на калий-ионы 7
7.4 Тест на цитрат-ионы 8
7.5 Определение массовой доли основного вещества 8
7.6 Определение массовой доли потерь при высушивании 13
7.7 Определение pH водного раствора цитрата калия E332(i) 14
7.8 Тест на щелочность цитрата калия E332(ii) 14
7.9 Тест на оксалаты 15
7.10 Определение токсичных элементов 15
8 Транспортирование и хранение 15
Библиография 16

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Добавки пищевые

КАЛИЯ ЦИТРАТЫ Е332

Общие технические условия

Food additives. Potassium citrates E332. General specifications

Дата введения — 2013—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку цитраты калия Е332, представляющую собой 1-замещенные (i) и 3-замещенные (ii) калиевые соли лимонной кислоты (далее — пищевые цитраты калия) и предназначенную для использования в пищевой промышленности.

Требования, обеспечивающие безопасность пищевых цитратов калия, изложены в 4.1.4, требования к качеству — в 4.1.2, 4.1.3, требования к маркировке — в 4.4.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 2859-1—2007 Статистические методы. Процедуры выборочного контроля по альтернативному признаку. Часть 1. Планы выборочного контроля последовательных партий на основе приемлемого уровня качества

ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ Р 51723—2001 Спирт этиловый питьевой 95 %-ный. Технические условия

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

ГОСТ Р 53361—2009 Мешки из бумаги и комбинированных материалов. Общие технические условия

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

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

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 908—2004 Кислота лимонная моногидрат пищевая. Технические условия

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

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

Издание официальное

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

ГОСТ 4143—78 Реактивы. Калий углекислый кислый. Технические условия

ГОСТ 4221—76 Реактивы. Калий углекислый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

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

ГОСТ 5815—77 Реактивы. Ангидрид уксусный. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 10896—78 Иониты. Подготовка к испытанию

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

ГОСТ 13647—78 Реактивы. Пиридин. Технические условия

ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов

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

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

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

ГОСТ 17308—88 Шпагаты. Технические условия

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

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

ГОСТ 20298—74 Смолы ионообменные. Катиониты. Технические условия

ГОСТ 21205—83 Кислота винная пищевая. Технические условия

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

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

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

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

ГОСТ 27067—86 Реактивы. Аммоний роданистый. Технические условия

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

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

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

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

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

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, 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 Классификация

Пищевые цитраты калия (Е332) подразделяют:
- на Е332(i) цитрат калия 1-замещенный;
- на Е332(ii) цитрат калия 3-замещенный.

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

Таблица 1

Обозначение и наименование пищевого цитрата калия	Химическое название	Формула	Молекулярная масса, а.е.м
Е332(i) цитрат калия 1-замещенный (Potassium dihydrogen citrate)	Калий лимоннокислый 1-замещенный безводный	$KC_6H_7O_7$	230,21
Е332(ii) цитрат калия 3-замещенный (Tripotassium citrate)	Калий лимоннокислый 3-замещенный 1-водный	$K_3C_6H_5O_7 \cdot H_2O$	324,42

4 Общие технические требования

4.1 Характеристики

4.1.1 Пищевые цитраты калия вырабатывают в соответствии с требованиями настоящего стандарта и применяют в соответствии с нормативными правовыми актами Российской Федерации*.

4.1.2 По органолептическим показателям пищевые цитраты калия должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

Таблица 2 — Органолептические показатели

Наименование показателя	Характеристика показателя
Внешний вид, цвет	Кристаллический белый порошок или бесцветные кристаллы
Запах	Без запаха
Примечание — Допускается слегка желтоватый оттенок по цвету.	

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

Таблица 3 — Физико-химические показатели

Наименование показателя	Норма
Тест на калий-ионы	Выдерживает испытание
Тест на цитрат-ионы	Выдерживает испытание
Массовая доля основного вещества, %, не менее	99,0
Массовая доля потерь при высушивании, %, не более: Е332(i) Е332(ii) 1-водный	 0,5 6,0
pH водного раствора цитрата калия массовой долей 1 %, ед. pH: Е332(i) Е332(ii)	 От 3,5 до 3,9 включ. Не нормируется
Тест на щелочность Е332(i)	Выдерживает испытания
Тест на оксалаты	Выдерживает испытания

* До введения соответствующих нормативных правовых актов Российской Федерации — в соответствии с нормативными документами федеральных органов исполнительной власти [1].

4.1.4 Содержание токсичных элементов (свинца) в пищевых цитратах калия не должно превышать норм, установленных нормативными правовыми актами Российской Федерации*.

4.2 Требования к сырью

4.2.1 Для производства пищевых цитратов калия используют следующее сырье:
- кислоту лимонную пищевую по ГОСТ 908;
- калия гидроокись по ГОСТ 24363;
- калий углекислый по ГОСТ 4221;
- калий углекислый кислый по ГОСТ 4143.

4.2.2 Допускается применение аналогичного отечественного и импортного сырья, соответствующего требованиям нормативных документов, обеспечивающих получение пищевого цитрата калия в соответствии с требованиями настоящего стандарта, и разрешенного к применению в пищевой промышленности.

4.3 Упаковка

4.3.1 Пищевые цитраты калия упаковывают в продуктовые мешки из мешочных тканей по ГОСТ 30090, бумажные мешки открытые марки НМ и ПМ по ГОСТ Р 53361, ящики из гофрированного картона для пищевых продуктов по ГОСТ 13512. Внутрь продуктовых мешков из мешочных тканей, бумажных мешков марки НМ, ящиков из гофрированного картона должны вставляться мешки-вкладыши по ГОСТ 19360 из пищевой полиэтиленовой нестабилизированной пленки марки Н, толщиной не менее 0,08 мм по ГОСТ 10354.

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

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

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

4.3.4 Допускается применение других видов тары и упаковочных средств, изготовленных из материалов, использование которых в контакте с пищевыми цитратами калия обеспечивает сохранение их качества и безопасности.

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

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

4.4 Маркировка

4.4.1 На каждую упаковочную единицу с пищевыми цитратами калия наносят маркировку любым способом, обеспечивающим ее четкое обозначение, с указанием:
- полного наименования пищевой добавки и ее Е-номера**;
- наименования и местонахождения (юридический адрес) изготовителя;
- товарного знака изготовителя (при наличии);
- массы нетто;
- массы брутто;
- номера партии;
- даты изготовления;
- срока годности по 8.3;
- условий хранения по 8.2;
- обозначения настоящего стандарта.

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

---

* До введения соответствующих нормативных правовых актов Российской Федерации — нормативными документами федеральных органов исполнительной власти [1].

** Номер пищевой добавки — в соответствии с Европейской системой кодификации.

5 Требования безопасности

5.1 Пищевые цитраты калия нетоксичны, пожаро- и взрывобезопасны.

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

5.3 При работе с пищевыми цитратами калия необходимо использовать спецодежду, средства индивидуальной защиты и соблюдать правила личной гигиены, предусмотренные соответствующими инструкциями.

5.4 Помещения, в которых проводят работы с пищевыми цитратами калия, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.

5.5 Контроль воздуха рабочей зоны осуществляет изготовитель в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

6 Правила приемки

6.1 Пищевые цитраты калия принимают партиями.

Партией считают количество пищевых цитратов калия, полученное за технологический цикл, одной даты изготовления, в одинаковой упаковке, одновременно предъявленное на испытание и приемку, оформленное одним документом, удостоверяющим его качество и безопасность.

6.2 Документ, удостоверяющий качество и безопасность пищевых цитратов калия, должен содержать следующую информацию:

- номер и дату выдачи удостоверения;
- полное наименование пищевой добавки и ее Е-номер;
- наименование и местонахождение (юридический адрес) изготовителя;
- товарный знак изготовителя (при наличии);
- номер партии;
- дату изготовления;
- массу нетто партии;
- число упаковочных единиц в партии;
- срок годности;
- органолептические и физико-химические показатели качества, фактические и согласно настоящему стандарту;
- показатели безопасности, согласно настоящему стандарту и определенные в соответствии с 6.9;
- обозначение настоящего стандарта;
- номер и дату выдачи удостоверения.

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

6.4 При проведении приемо-сдаточных испытаний применяют одноступенчатый выборочный план при нормальном контроле, специальном уровне контроля S-4, приемлемом уровне качества AQL, равном 6,5, по ГОСТ Р 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

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

6.6 Контроль массы нетто пищевых цитратов калия в каждой упаковочной единице, попавшей в выборку, проводят по разности массы брутто и массы упаковочной единицы, освобожденной от содержимого.

Предел допускаемых отрицательных отклонений от номинальной массы нетто пищевых цитратов калия в каждой упаковочной единице — по 4.3.5.

6.7 Приемка партии пищевых цитратов калия по массе нетто, качеству упаковки и правильности маркировки упаковочных единиц

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

6.7.2 Если число упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки, правильности маркировки и массе нетто пищевых цитратов калия, больше или равно браковочному числу (см. таблицу 4), контроль проводят на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Партию принимают, если выполняются условия 6.7.1.

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

6.8 Приемка партии пищевых цитратов калия по органолептическим и физико-химическим показателям

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

6.8.2 При получении неудовлетворительных результатов по органолептическим и физико-химическим показателям хотя бы по одному из показателей проводят повторный контроль по этому показателю на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Результаты повторного контроля являются окончательными и распространяются на всю партию.

При получении неудовлетворительных результатов при повторном контроле партию бракуют.

6.8.3 Органолептические и физико-химические показатели пищевых цитратов калия в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты контроля распространяют только на пищевые цитраты калия в этой упаковке.

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

7 Методы контроля

7.1 Отбор проб

7.1.1 Для составления суммарной пробы пищевых цитратов калия из разных мест каждой упаковочной единицы, отобранной по 6.4, отбирают мгновенные пробы с помощью пробоотборника (щупа), погружая его не менее чем на 3/4 глубины.

Масса мгновенной пробы должна быть не более 100 г.

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

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

Рекомендуемая масса суммарной пробы — не менее 500 г.

7.1.3 При необходимости уменьшения суммарной пробы может быть использован метод квартования. Для этого суммарную пробу высыпают на чистый стол и разравнивают тонким слоем в виде квадрата. Затем ее деревянными планками со скошенными ребрами ссыпают с двух противоположных сторон на середину так, чтобы образовался валик. Суммарную пробу с концов валика также ссыпают на середину, снова разравнивают в виде квадрата толщиной слоя от 1,0 до 1,5 см и планкой делят по диагонали на четыре треугольника. Две противоположные части пробы отбрасывают, а две оставшиеся соединяют, перемешивают и вновь делят на четыре треугольника. Деление повторяют необходимое число раз.

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

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

Емкость со второй частью пробы опечатывают, пломбируют и хранят для повторного контроля в случае возникновения разногласий в оценке качества и безопасности пищевых цитратов калия.

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

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

7.2 Определение органолептических показателей

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

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

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,1 г.

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.

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

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

Цилиндр 1(3)—100—1 по ГОСТ 1770.

Лампы люминесцентные типа ЛД по ГОСТ 6825.

Бумага белая.

Стеклянная пластинка.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.2.2 Отбор проб — по 7.1.

7.2.3 Проведение анализа

7.2.3.1 Внешний вид и цвет пищевых цитратов калия определяют просмотром анализируемой 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.

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

7.3 Тест на калий-ионы

7.3.1 Средства измерений, посуда, вспомогательные устройства, реактивы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,01 г.

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

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

Пипетки 2—2—1—5(10) по ГОСТ 29227.

Цилиндры 1—50(100)—1 по ГОСТ 1770.

Пробирки П1(2)-14-120 ХС по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная оплавленная.
Электроплитка по ГОСТ 14919.
Газовая горелка.
Платиновая проволока по ГОСТ 18389.
Кислота винная пищевая по ГОСТ 21205.
Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, ч.
Спирт этиловый по ГОСТ Р 51723.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
7.3.2 Отбор проб — по 7.1.

7.3.3 Подготовка к анализу

Приготовление раствора уксуснокислого натрия (ацетата натрия)

Уксуснокислый натрий массой 10 г растворяют в 90 $см^3$ дистиллированной воды. Срок хранения раствора — не более 6 мес.

7.3.4 Проведение анализа

Способ 1. Метод основан на образовании белого кристаллического осадка битартрата калия.

Анализируемую пробу массой от 0,5 до 1,0 г помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$ и растворяют в 50 $см^3$ дистиллированной воды. К 2 $см^3$ раствора пробы добавляют 1 $см^3$ винной кислоты, 1 $см^3$ раствора ацетата натрия, 0,5 $см^3$ 95 %-ного спирта и перемешивают. Постепенное образование белого кристаллического осадка подтверждает присутствие ионов калия.

Способ 2. Метод основан на окрашивании в присутствии ионов калия бесцветного пламени в фиолетовый цвет.

Кристаллы пробы цитрата калия, смоченные соляной кислотой, вносят на платиновой проволоке в пламя горелки. Окрашивание бесцветного пламени в фиолетовый цвет указывает на присутствие в пробе ионов калия.

7.4 Тест на цитрат-ионы

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

7.4.1 Средства измерений, посуда, вспомогательное оборудование и реактивы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,01 г.

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

Стакан В(Н)-1(2)—100 ТС(ТХС) по ГОСТ 25336.
Цилиндр 1(3)—100—1 по ГОСТ 1770.
Пипетки 2—2—1—5(10) по ГОСТ 29227.
Электроплитка по ГОСТ 14919.
Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815.
Пиридин по ГОСТ 13647.
7.4.2 Отбор проб — по 7.1.

7.4.3 Условия проведения анализа

При проведении испытаний должны быть соблюдены следующие условия:
температура окружающего воздуха .....от 18 °С до 25 °С;
относительная влажность воздуха .....от 40 % до 75 %.
Испытание следует проводить в вытяжном шкафу.

7.4.4 Проведение анализа

В стакан вместимостью 100 $см^3$ помещают от 0,3 до 0,5 г анализируемой пробы, затем добавляют 5 $см^3$ пиридина и 1 $см^3$ уксусного ангидрида и смесь нагревают до температуры (70 ± 2) °С. Появление красного окрашивания свидетельствует о присутствии в растворе цитрат-ионов.

7.5 Определение массовой доли основного вещества

7.5.1 Определение массовой доли основного вещества цитрата калия Е332(i)

Метод основан на нейтрализации 1-замещенного цитрата калия Е332(i) раствором гидроокиси натрия в присутствии фенолфталеина.

Массовую долю основного вещества определяют в анализируемой пробе, высушенной до постоянной массы.

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

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,0001 г.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения от 0 °С до 200 °С, ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

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

Эксикатор 2—250 по ГОСТ 25336.

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

Колба 2—1000—1 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-1—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

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

Воронка В-36—80 ХС по ГОСТ 25336.

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

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

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

Рукавицы тканевые или держатели для стаканчика.

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Фенолфталеин (индикатор).

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.5.1.2 Отбор проб — по 7.1.

7.5.1.3 Условия проведения анализа — по 7.4.3.

7.5.1.4 Подготовка к анализу

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

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

7.5.1.5 Проведение анализа

В стаканчике для взвешивания, высушенном по 7.6.4, взвешивают анализируемую пробу массой от 2,0 до 2,5 г с записью результата до третьего десятичного знака и сушат в открытом стаканчике вместе с крышкой по 7.6.5. Высушенную пробу из стаканчика количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды, добавляют две-три капли раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до слабого розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

7.5.1.6 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества цитрата калия Е332(i) X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{ЭKV \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где Э — эквивалентная масса цитрата калия Е332(i), соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации точно 1 моль/дм^3, г/см^3;
$Э_{E332\ (i)}$ = 0,11511;

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

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 сухой пробы, г, вычисляемая по формуле

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

где m_2 — масса сухого стаканчика с крышкой и анализируемой пробой по 7.5.1.5 после высушивания, г;

m_1 — масса сухого стаканчика с крышкой, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{1ср}$, %, 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 = 0,2 %.

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,4 %.

Границы абсолютной погрешности определений массовой доли основного вещества цитрата калия Е332(i) ± 0,2 % при P = 95 %.

7.5.2 Определение массовой доли основного вещества цитрата калия Е332(ii). Способ 1

Метод основан на титриметрическом определении 3-замещенного цитрата калия при взаимодействии его в неводных средах с хлорной кислотой.

Массовую долю основного вещества определяют в анализируемой пробе, высушенной до постоянной массы.

7.5.2.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,0001 г.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения от 0 °С до 200 °С, ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

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

Эксикатор 2—250 по ГОСТ 25336.

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

Колба 2—1000—1 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-1—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

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

Воронка В-36—80 ХС по ГОСТ 25336.

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

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

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

Рукавицы тканевые или держатели для стаканчика.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815.

Кислота хлорная.

Метиловый фиолетовый (индикатор).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.5.2.2 Отбор проб — по 7.1.

7.5.2.3 Условия проведения анализа — по 7.4.3.

7.5.2.4 Подготовка к анализу

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

Раствор метилового фиолетового в уксусной кислоте массовой долей 0,1 % готовят по ГОСТ 4919.1.

7.5.2.5 Проведение анализа

В стаканчике для взвешивания, высушенном по 7.6.4, взвешивают анализируемую пробу массой 0,4 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака и сушат в открытом стаканчике вместе с крышкой по 7.6.5. Высушенную пробу из стаканчика количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 100 см^3 ледяной уксусной кислоты и растворяют при переме-

шивании. Затем добавляют две-три капли раствора метилового фиолетового и титруют уксуснокислым раствором хлорной кислоты до перехода окраски раствора в зеленую, не исчезающую в течение 1 мин. При титровании бюретка, наполненная раствором хлорной кислоты по 7.5.2.4, должна быть закрыта поглотительной трубкой с хлористым кальцием.

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

7.5.2.6 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества цитрата калия Е332(ii) X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{0{,}01021K(V - V_1) \cdot 100}{m}, \quad (3)$$

где 0,01021 — эквивалентная масса безводного цитрата калия Е332 (ii), соответствующая 1 см^3 раствора хлорной кислоты молярной концентрации точно 0,1 моль/дм^3, г/см^3;

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

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

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

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

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

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

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

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,4 %.

Границы абсолютной погрешности определения массовой доли основного вещества цитрата калия Е332(ii) ± 0,2 % при P = 95 %.

7.5.3 Определение массовой доли основного вещества цитрата калия Е332(ii). Способ 2

Метод основан на обмене ионов калия K^+ цитрата калия на ионы водорода H^+ на катионите КУ-2-8 с последующим кислотно-основным титрованием образовавшейся лимонной кислоты.

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

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,0001.

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

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

Бюретка I—1—2—25(50)—0,1 по ГОСТ 29251.

Колба 2—250—2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2—500—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка 2—2—1—25 по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1(3)—250—1 по ГОСТ 1770.

Стакан В(Н)-1—400 ТХС по ГОСТ 25336.

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

Баня водяная.

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

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067.

Вода дистиллированная по ГОСТ 4517.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.

Катионит марки КУ-2-8 по ГОСТ 20298.

Метиловый оранжевый (индикатор).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.

Фенолфталеин (индикатор).

7.5.3.2 Отбор проб — по 7.1.

7.5.3.3 Условия проведения анализа — по 7.4.3.

7.5.3.4 Подготовка к анализу

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

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

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

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

д) Дистиллированную воду, не содержащую углекислого газа, готовят по ГОСТ 4517.

е) Раствор роданида аммония массовой долей 30 % готовят по ГОСТ 4517.

ж) Подготовка катионита

Катионит отсеивают от пыли и крупных частиц на ситах. Для анализа используют фракции размером от 0,3 до 1,5 мм. Для удаления загрязнений и минеральных примесей и перевода в Н-форму катионит помещают в стакан вместимостью 400 см^3, несколько раз обрабатывают раствором соляной кислоты по 7.5.3.4 а), нагретым на водяной бане до температуры (55 ± 5) °С. После чего катионит загружают в колонку до высоты столба от 100 до 150 мм и продолжают подготовку по ГОСТ 10896, отмывая нагретым раствором соляной кислоты до отрицательной реакции на ион железа (проба с раствором роданистого аммония), затем дистиллированной водой по 7.5.3.4 д) до нейтральной реакции по метиловому оранжевому 7.5.3.4 г) (до изменения окраски от красного до желтого).

В слое катионита не должно быть воздуха.

Катионит хранят в колонке или емкости под слоем воды — 6 мес.

7.5.3.5 Проведение анализа

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

7.5.3.6 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества цитрата калия Е332(ii) X_3, %, вычисляют по формуле

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

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

Э — эквивалентная масса цитрата калия, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм^3, г/см^3: для 1-водного цитрата калия Е332(ii) Э = 0,01081;

K — поправочный коэффициент титра раствора гидроокиси калия определяют по ГОСТ 25794.1, используя установочный раствор стандарт-титра (фиксанал) c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н);

250 — объем раствора цитрата калия Е332(ii), см^3;

100 — коэффициент пересчета результата анализа в проценты;

m — масса анализируемой пробы по 7.5.3.5, г;

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

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

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

Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,5 %.

Границы абсолютной погрешности определения массовой доли основного вещества цитрата калия E332(ii) ± 0,3 % при P = 95 %.

7.6 Определение массовой доли потерь при высушивании

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

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

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,0001 г.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения от 0 °С до 200 °С, ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

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

Эксикатор 2—250 по ГОСТ 25336 с хлористым кальцием, предварительно обезвоженным при температуре (300 ± 50) °С в течение 2 ч.

Рукавицы тканевые или держатели для стаканчика.

Стаканчики для взвешивания СН-60/14 или СН-34/12 по ГОСТ 25336.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

7.6.2 Отбор проб — по 7.1.

7.6.3 Условия проведения анализа — по 7.4.3.

7.6.4 Подготовка к анализу

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

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

7.6.5 Проведение анализа

В подготовленный к испытанию стаканчик вносят 2-3 г анализируемой пробы, стаканчик закрывают крышкой и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака. Пробу распределяют равномерным слоем постукиванием по стаканчику и сушат в открытом стаканчике вместе с крышкой в течение 4 ч соответственно при температуре: $T_{E332(i)}$ = (105 ± 2) °С; $T_{E332(ii)}$ = (180 ± 2) °С.

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

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

7.6.6 Обработка результатов

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

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

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

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

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m_1 — масса сухого стаканчика с крышкой, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $X_{4ср}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия: абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 5,0 % отн.

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

Показатель точности (границы относительной погрешности) ± 5 % отн. при P = 95 %.

7.7 Определение pH водного раствора цитрата калия Е332(i)

Метод основан на определении показателя активности ионов водорода раствора цитрата калия Е332(i) массовой долей 1 % при помощи pH-метра со стеклянным электродом.

7.7.1 Средства измерений, посуда и реактивы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,01 г.

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

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

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

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

Палочка стеклянная оплавленная.

Цилиндр мерный 1—100—1 по ГОСТ 1770.

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

7.7.2 Отбор проб — по 7.1.

7.7.3 Условия проведения анализа — по 7.4.3.

7.7.4 Проведение анализа

Анализируемую пробу цитрата калия массой 1 г, взвешенную с записью результата до первого десятичного знака, помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют при перемешивании в 99 см^3 дистиллированной воды.

В стакан вместимостью 50 см^3 помещают (40 ± 5) см^3 раствора цитрата калия, погружают в раствор электроды pH-метра и измеряют pH раствора при температуре (20,0 ± 2,0) °С в соответствии с инструкцией к прибору.

7.7.5 Обработка результатов

Результаты измерений записывают до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение pH двух параллельных измерений с округлением результата до первого десятичного знака, если выполняются условия приемлемости: абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,1 ед. pH.

Абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,2 ед. pH.

Границы абсолютной погрешности метода измерений pH $\pm$ 0,1 ед. pH при P = 95 %.

7.8 Тест на щелочность цитрата калия Е332(ii)

Метод основан на изменении цвета щелочного раствора цитрата калия Е332(ii) в присутствии индикаторов.

7.8.1 Средства измерений, посуда и реактивы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,1 г.

Стаканчики для взвешивания СВ 19/9 (24/10) по ГОСТ 25336.

Стаканы В(Н)-1—50(100) ТС(ТСХ) по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1—50(100)—1 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2—2—1—5(10) по ГОСТ 29227.

Пробирки П1(2)-14—120 по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная стандарт-титр (фиксанал).

Лакмус (индикатор).

Фенолфталеин (индикатор).

7.8.2 Отбор проб — по 7.1.

7.8.3 Условия проведения анализа — по 7.4.3.

7.8.4 Подготовка к анализу

Раствор лакмуса готовят по ГОСТ 4919.1.

Раствор фенолфталеина готовят по ГОСТ 4919.1.

7.8.5 Проведение анализа

Способ 1. Анализируемую пробу массой 1 г помещают в стакан вместимостью 50 $см^3$, растворяют в 20 $см^3$ дистиллированной воды, прибавляют одну-две капли лакмуса. Бесцветная окраска раствора должна измениться на синюю.

Способ 2. Анализируемую пробу готовят по способу 1. К раствору прибавляют 0,2 $см^3$ раствора серной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н) и одну-две капли фенолфталеина. Бесцветная окраска раствора не должна измениться в розовый цвет.

7.9 Тест на оксалаты

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

7.9.1 Средства измерений, посуда, материалы, реактивы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,01 г.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

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

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

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

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

Пипетка 2—1—2—2 по ГОСТ 29227.

Палочка стеклянная оплавленная.

Фильтры обеззоленные «синяя лента».

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кальций уксуснокислый по ГОСТ 3159.

7.9.2 Отбор проб — по 7.1.

7.9.3 Условия проведения анализа — по 7.4.3.

7.9.4 Подготовка к анализу

Приготовление раствора уксуснокислого кальция массовой долей 10 %

Уксуснокислый кальций массой 10,0 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и растворяют в 90 $см^3$ дистиллированной воды.

Срок хранения раствора — 3 мес.

7.9.5 Проведение анализа

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

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

7.10 Определение токсичных элементов

7.10.1 Отбор проб — по 7.1.

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

8 Транспортирование и хранение

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

8.2 Пищевые цитраты калия хранят в упаковке изготовителя в сухих отапливаемых складских помещениях на деревянных стеллажах или поддонах при относительной влажности воздуха не более 70 %.

8.3 Срок годности и условия хранения устанавливает изготовитель.

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

Библиография

[1] СанПиН 2.3.2.1293—2003 Продовольственное сырье и пищевые продукты. Гигиенические требования по применению пищевых добавок

УДК 663.05:006.354 ОКС 67.220.20 Н91 ОКП 91 1230

Ключевые слова: пищевая добавка, пищевые цитраты калия, классификация, показатели качества и безопасности, упаковка, маркировка, приемка, методы испытания, транспортирование и хранение

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *А.В. Бестужевой*

Сдано в набор 10.12.2012. Подписано в печать 27.02.2013. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,65. Тираж 175 экз. Зак. 211.

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