МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
490—
2006**

КИСЛОТА МОЛОЧНАЯ ПИЩЕВАЯ

Технические условия

Издание официальное

БЗ 1—2004/255

Москва
Стандартинформ
2007

gost.e-ecolog.ru

Поправка к ГОСТ 490—2006 Добавки пищевые. Кислота молочная Е270. Технические условия

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Пункт 3. Таблица согласования	—	Узбекистан | UZ | Узстандарт

(ИУС № 2 2016 г.)

Поправка к ГОСТ 8.332—2013, ГОСТ 12.2.121—2013, ГОСТ 12.2.122—2013, ГОСТ 108—2014, ГОСТ 490—2006, ГОСТ 745—2014, ГОСТ 1760—2014, ГОСТ 4570—2014, ГОСТ 4974—2014, ГОСТ 5312—2014, ГОСТ 6034—2014, ГОСТ 10444.12—2013, ГОСТ 14138—2014, ГОСТ 21715—2013, ГОСТ 26602.1—99, ГОСТ 26602.2—99, ГОСТ 26602.3—99, ГОСТ 28038—2013, ГОСТ 30324.0.4—2002 (МЭК 60601-1-4:1996), ГОСТ 30324.30—2002 (МЭК 60601-2-30:1995), ГОСТ 30324.35—2002 (МЭК 60601-2-35:1996), ГОСТ 30324.2.41—2012 (IEC 60601-2-41:2000), ГОСТ 30324.2.47—2012 (IEC 60601-2-47:2001), ГОСТ 30494—2011, ГОСТ 31622—2012, ГОСТ 31624—2012, ГОСТ 31698—2013, ГОСТ 32283—2013, ГОСТ 32572—2013, ГОСТ 32573—2013, ГОСТ 32574—2013, ГОСТ 32782—2014, ГОСТ 32930—2014, ГОСТ ISO 5833—2011

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие	—	Узбекистан | UZ | Узстандарт

(ИУС № 7 2016 г.)

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—97 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт пищевых ароматизаторов, кислот и красителей Российской академии сельскохозяйственных наук» (ГУ ВНИИПАКК), Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 154 «Пищевые кислоты, эссенции ароматические пищевые и ароматизаторы, красители пищевые синтетические»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 29 от 24 июня 2006 г.)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Министерство торговли и экономического развития Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Национальный институт стандартов и метрологии Кыргызской Республики
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 21 ноября 2006 г. № 259-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 490—2006 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 ноября 2007 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 490—79

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта публикуется в указателе «Национальные стандарты».

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Национальные стандарты», а текст изменений — в информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Национальные стандарты»

© Стандартинформ, 2007

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 Требования охраны окружающей среды 6
6 Правила приемки 6
7 Методы контроля 9
7.1 Отбор проб 9
7.2 Тесты на молочную кислоту 9
7.3 Определение внешнего вида, цвета 10
7.4 Определение вкуса 10
7.5 Определение запаха 11
7.6 Определение массовой доли молочной кислоты 11
7.7 Определение массовой доли золы 12
7.8 Определение массовой доли железа 13
7.9 Определение массовой доли сульфатов 15
7.10 Определение массовой доли хлоридов 18
7.11 Проба на редуцирующие вещества 21
7.12 Проба на легкообугливаемые вещества 22
7.13 Проба на лимонную, щавелевую, фосфорную и винную кислоты 22
7.14 Проба на цианиды 22
7.15 Определение массовой доли свинца 23
8 Транспортирование и хранение 23
9 Рекомендации по применению 23
Приложение А (рекомендуемое) Ферментативный метод определения изомеров молочной кислоты 24
Приложение Б (справочное) Нормативные документы действующие на территории Российской Федерации 26
Библиография 27

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КИСЛОТА МОЛОЧНАЯ ПИЩЕВАЯ

Технические условия

Lactic acid for use in foodstuffs. Specifications

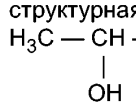
Дата введения — 2007—11—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую молочную кислоту (далее — молочную кислоту), получаемую сбраживанием углеводсодержащего сырья молочнокислыми бактериями рода Lactobacillus, синтезирующими *D*(-)-, *L*(+)-, *DL*-молочные кислоты, и предназначенную для использования в пищевой промышленности в качестве пищевой добавки (Е 270), и устанавливает технические требования к ней и методы контроля.

Формулы: эмпирическая $C_3H_6O_3$;

структурная



Химическое наименование — 2-гидроксипропионовая кислота.

Относительная молекулярная масса — 90,08.

Требования, обеспечивающие безопасность молочной кислоты, изложены в 3.1.5, требования к качеству — в 3.1.1 — 3.1.4, требования к маркировке — в 3.4.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 12.1.005—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 12.4.011—89 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация

ГОСТ 17.2.3.02—78 Охрана природы. Атмосфера. Правила установления допустимых выбросов вредных веществ промышленными предприятиями

ГОСТ 21—94 Сахар-песок. Технические условия

ГОСТ 857—95 Кислота соляная синтетическая техническая. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2184—77 Кислота серная техническая. Технические условия

ГОСТ 2263—79 Натр едкий технический. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 4108—72 Барий хлорид 2-водный. Технические условия
ГОСТ 4147—74 Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия
ГОСТ 4148—78 Железо (II) сернокислое 7-водное. Технические условия
ГОСТ 4165—78 Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия
ГОСТ 4166—76 Натрий сернокислый. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4212—76 Реактивы. Приготовление растворов для колориметрического и нефелометрического анализа
ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия
ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 4453—74 Уголь активный осветляющий древесный порошкообразный. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. 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 5845—79 Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия
ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 6816—79 Калий железистосинеродистый технический. Технические условия
ГОСТ 7376—89 Картон гофрированный. Общие технические условия
ГОСТ 7933—89 Картон для потребительской тары. Общие технические условия
ГОСТ 8253—79 Мел химически осажденный. Технические условия
ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 9262—77 Кальция гидроокись. Технические условия
ГОСТ 10117.1—2001 Бутылки стеклянные для пищевых жидкостей. Общие технические условия
ГОСТ 10117.2—2001 Бутылки стеклянные для пищевых жидкостей. Типы, параметры и основные размеры
ГОСТ 10163—76 Крахмал растворимый. Технические условия
ГОСТ 11078—78 Натр едкий очищенный. Технические условия
ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
ГОСТ 13358—84 Ящики дощатые для консервов. Технические условия
ГОСТ 13516—86 Ящики из гофрированного картона для консервов, пресервов и пищевых жидкостей. Технические условия
ГОСТ 13950—91 Бочки стальные сварные и закатные с гофрами на корпусе. Технические условия
ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов
ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
ГОСТ 15846—2002 Продукция, отправляемая в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение
ГОСТ 18251—87 Лента клеевая на бумажной основе. Технические условия
ГОСТ 18481—81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия
ГОСТ 19433—88 Грузы опасные. Классификация и маркировка
ГОСТ 20298—74 Смолы ионообменные. Катиониты. Технические условия
ГОСТ 20301—74 Смолы ионообменные. Аниониты. Технические условия
ГОСТ 20477—86 Лента полиэтиленовая с липким слоем. Технические условия
ГОСТ 20490—75 Калий марганцовокислый. Технические условия
ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования
ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 25776—83 Продукция штучная и в потребительской таре. Упаковка групповая в термоусадочную пленку
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 26929—94 Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов

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

ГОСТ 27067—86 Аммоний роданистый. 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 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ 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 Молочная кислота должна вырабатываться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическим инструкциям или регламентам с соблюдением санитарных норм и правил, утвержденных в порядке, установленном в государствах-участниках Соглашения.

3.1.2 Тесты на молочную кислоту должны быть положительными.

3.1.3 По органолептическим показателям молочная кислота должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Органолептические показатели

Наименование показателя	Характеристика
Внешний вид	Прозрачная сиропообразная жидкость
Цвет	Не интенсивнее светло-желтого
Вкус	Кислый
Запах	Без запаха или слабый характерный

3.1.4 По физико-химическим показателям молочная кислота должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

Таблица 2 — Физико-химические показатели

Наименование показателя	Характеристика
Тест на молочную кислоту	Выдерживает испытание
Массовая доля молочной кислоты, %, не менее	47,5
Массовая доля золы, %, не более	0,3
Массовая доля железа, % или мг/кг, не более	0,001 или 10,0
Массовая доля сульфатов, %, не более	0,25
Массовая доля хлоридов, %, не более	0,2
Проба на редуцирующие вещества	Выдерживает испытание
Проба на легкообугливаемые вещества	Выдерживает испытание
Проба на лимонную, щавелевую, фосфорную и винную кислоты	Выдерживает испытание

3.1.5 По показателям безопасности молочная кислота должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 3.

Таблица 3 — Показатели безопасности

Наименование показателя	Характеристика
Массовая доля свинца, мг/кг, не более	5,0
Проба на цианиды	Выдерживает испытание

3.2 Требования к сырью и материалам

3.2.1 Для производства молочной кислоты должны использоваться следующие сырье и материалы:
- сахар-песок для промышленной переработки по ГОСТ 21;
- мел химически осажденный по ГОСТ 8253;
- кислота серная техническая контактная улучшенная по ГОСТ 2184;
- уголь активный осветляющий древесный порошкообразный марки ОУ-А по ГОСТ 4453;
- калий железистосинеродистый 3-водный технический по ГОСТ 6816;
- смола ионообменная, анионит АВ-17-8 или АВ-17-8чС по ГОСТ 20301;
- смола ионообменная, катионит КУ-2-8, КУ-2-8чС или КУ-23 по ГОСТ 20298;
- натр едкий технический по ГОСТ 2263 или натр едкий очищенный по ГОСТ 11078;
- кислота соляная синтетическая техническая по ГОСТ 857;
- вода питьевая по нормативным документам, устанавливающим гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения, действующим в государствах-участниках Соглашения.

3.2.2 Допускается применение других видов сырья и материалов, соответствующих требованиям действующих нормативных документов, обеспечивающих получение конечного продукта в соответствии с требованиями настоящего стандарта и разрешенных к применению в пищевой промышленности в порядке, установленном в государствах-участниках Соглашения.

3.3 Упаковка

3.3.1 Потребительская тара

3.3.1.1 Молочную кислоту, предназначенную для реализации в розничной торговле, фасуют в бутылки из стекла по ГОСТ 10117.1, ГОСТ 10117.2, полиэтилена и других материалов, разрешенных для контакта с данным видом продукта в порядке, установленном в государствах-участниках Соглашения.

Бутылки укупоривают колпачками, изготовленными из материалов, разрешенных для контакта с данным видом продукта в порядке, установленном в государствах-участниках Соглашения.

3.3.1.2 Допускается применение других видов потребительской тары, обеспечивающих сохранность молочной кислоты при хранении и транспортировании и изготовленных из материалов, разрешенных для контакта с данным видом продукта в порядке, установленном в государствах-участниках Соглашения.

3.3.2 Транспортная тара

3.3.2.1 Бутылки с молочной кислотой упаковывают в коробки с перегородками из картона по ГОСТ 7376, ящики из гофрированного картона по ГОСТ 13516 или дощатые ящики по ГОСТ 13358, термоусадочную пленку по ГОСТ 25776 с картонной подложкой по ГОСТ 7933, в пластмассовые многооборотные ящики с использованием вспомогательных упаковочных средств, обеспечивающих сохранность продукта и целостность тары при транспортировании.

Коробки, ящики из картона с молочной кислотой оклеивают в продольном и поперечном направлениях клеевой лентой на бумажной основе по ГОСТ 18251 или полиэтиленовой лентой с липким слоем по ГОСТ 20477.

3.3.2.2 Молочную кислоту, предназначенную для промышленного применения, разливают в стальные бочки по ГОСТ 13950, полиэтиленовые канистры с крышками, полиэтиленовые бочки различной вместимости и другие виды транспортной тары из материалов, разрешенных для контакта с данным видом продукта в порядке, установленном в государствах-участниках Соглашения.

Канистры, бочки и другие виды транспортной тары с молочной кислотой упаковывают в соответствии с требованиями грузоперевозчика с использованием вспомогательных упаковочных средств, обеспечивающих сохранность продукции и целостность тары при транспортировании.

3.3.3 Отрицательное отклонение массы нетто молочной кислоты, фактически содержащейся в единице потребительской или транспортной тары от ее номинального количества, должно соответствовать требованиям ГОСТ 8.579 (таблицы А.1 и А.2).

3.3.4 Молочную кислоту, отправляемую в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, упаковывают по ГОСТ 15846.

3.4 Маркировка

3.4.1 При маркировке продукции должны соблюдаться нормы законодательства, действующего в каждом из государств-участников Соглашения.

3.4.2 На каждую упаковочную единицу молочной кислоты в потребительской таре (этикетку или упаковку) наносят маркировку любым способом, обеспечивающим ее четкое обозначение с указанием*:

- наименования продукта;
- наименования и местонахождения (юридический адрес, включая страну) изготовителя, упаковщика, экспортера, импортера;
- товарного знака изготовителя (при наличии);
- группового наименования и индекса пищевой добавки согласно Европейской цифровой системе (Е 270);
- массовой доли молочной кислоты;
- массы нетто;
- номера партии;
- даты изготовления;
- даты упаковывания;
- срока хранения;
- условий хранения;
- рекомендаций по применению в соответствии с разделом 9;
- обозначения настоящего стандарта.

3.4.3 Маркировка транспортной тары должна соответствовать требованиям ГОСТ 14192 с нанесением соответствующих манипуляционных знаков: «Верх» — для молочной кислоты, упакованной в канистры, бочки; «Хрупкое. Осторожно», «Верх» — для молочной кислоты, упакованной в бутылки из стекла, коробки и ящики.

3.4.3.1 Вид опасности груза указывают в соответствии с ГОСТ 19433. Молочная кислота относится к коррозионным веществам (класс опасности груза 8, подкласс 8.1).

Соответствующий знак опасности наносят перед манипуляционным знаком по ГОСТ 14192.

3.4.3.2 Дополнительно транспортная маркировка должна содержать:

- наименование продукта;
- наименование и местонахождение (юридический адрес, включая страну) изготовителя, упаковщика, экспортера, импортера;
- товарный знак изготовителя (при наличии);
- групповое наименование и индекс пищевой добавки согласно Европейской цифровой системе (Е 270);
- массовую долю молочной кислоты;
- массу нетто;
- массу брутто;
- номер партии;
- дату изготовления;
- дату упаковывания;
- срок хранения;
- условия хранения;
- обозначение настоящего стандарта.

4 Требования безопасности

4.1 Молочная кислота нетоксична, пожаро- и взрывобезопасна.

4.2 По степени воздействия на организм человека молочная кислота в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относится к веществам малоопасным — четвертому классу опасности.

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51074—2003.

4.3 При работе с молочной кислотой необходимо пользоваться средствами индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.011 и соблюдать правила личной гигиены.

4.4 При попадании молочной кислоты на кожу — промыть водой с мылом, при попадании в глаза — промыть большим количеством воды.

4.5 Контроль воздуха рабочей зоны осуществляет производитель в соответствии с ГОСТ 12.1.005 с периодичностью, согласованной в порядке, установленным в государствах-участниках Соглашения.

5 Требования охраны окружающей среды

5.1 Контроль предельно допустимых концентраций (ПДК) вредных веществ в воздухе должен осуществляться в соответствии с ГОСТ 17.2.3.02 и другими нормативными документами государств-участников Соглашения с периодичностью, определенной в порядке, установленном в государствах-участниках Соглашения.

5.2 Охрана почвы от загрязнения бытовыми и промышленными отходами должна осуществляться в соответствии с требованиями нормативных документов по охране почвы от загрязнений государств-участников Соглашения.

5.3 Сточные воды при производстве пищевой молочной кислоты должны подвергаться очистке и соответствовать гигиеническим требованиям нормативных документов по охране поверхностных вод государств-участников Соглашения.

5.4 Очистка сточных вод, водопотребление и водоотведение должны осуществляться в соответствии с действующим законодательством и нормативными документами государств-участников Соглашения.

6 Правила приемки

6.1 Молочную кислоту принимают партиями.

Партией считают любое количество молочной кислоты одной даты изготовления, упакованной в однородную тару, одновременно предъявленной на испытание и приемку, оформленной одним удостоверением качества.

6.2 В удостоверении качества указывают:

- дату выдачи и номер удостоверения качества;
- наименование продукции;
- наименование и местонахождение (юридический адрес, включая страну) предприятия-изготовителя, упаковщика, экспортера, импортера продукта;
- товарный знак изготовителя (при наличии);
- групповое наименование и индекс пищевой добавки согласно Европейской цифровой системе (Е 270);
- массовую долю молочной кислоты;
- дату изготовления;
- массу нетто продукции;
- срок хранения;
- условия хранения;
- номер бочки, канистры;
- органолептические и физико-химические показатели качества по настоящему стандарту и фактические;
- обозначение настоящего стандарта.

Удостоверение качества подписывают ответственные лица предприятия-изготовителя с указанием должности и заверяют оригинальной печатью.

6.3 Для проверки соответствия молочной кислоты требованиям настоящего стандарта проводят приемосдаточные и периодические испытания.

6.4 Приемосдаточные испытания на соответствие требованиям настоящего стандарта проводят методом выборочного контроля для каждой партии молочной кислоты по качеству упаковки, правильности нанесения маркировки, массы нетто продукции, органолептическим и физико-химическим показателям.

6.5 Приемка партии молочной кислоты, предназначенной для промышленного применения

6.5.1 При проведении приемосдаточных испытаний применяют одноступенчатый выборочный план при нормальном контроле и специальном уровне контроля *S*-4 при приемлемом уровне качества AQL, равном 6,5*.

Выборку единиц транспортной тары осуществляют методом случайного отбора в соответствии с таблицей 4.

Таблица 4

Количество единиц потребительской или транспортной тары в партии, шт.	Объем выборки, шт.	Приемочное число	Браковочное число
От 2 до 15 включ.	2	0	1
От 16 до 25 включ.	3	0	1
От 26 до 90 включ.	5	1	2
От 91 до 150 включ.	8	1	2
От 151 до 500 включ.	13	2	3
От 501 до 1200 включ.	20	3	4
От 1201 до 10000 включ.	32	5	6
От 10001 до 35000	50	7	8

6.5.2 Контроль качества упаковки и правильности маркировки проводят внешним осмотром всех единиц транспортной тары, попавших в выборку.

6.5.3 Контроль массы нетто молочной кислоты в каждой единице транспортной тары, попавшей в выборку, проводят по разности массы брутто и массы транспортной тары, освобожденной от содержимого. Предел допускаемых отрицательных отклонений от номинальной массы нетто молочной кислоты в каждой единице транспортной тары — по 3.3.3.

6.5.4 Приемка партии молочной кислоты по массе нетто, качеству упаковки и правильности маркировки транспортной тары

6.5.4.1 Партию принимают, если количество единиц транспортной тары в выборке, не отвечающих требованиям по массе нетто, качеству упаковки и правильности маркировки молочной кислоты, меньше или равно приемочному числу (таблица 4).

6.5.4.2 В случае, когда количество единиц транспортной тары в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки и правильности маркировки, массе нетто молочной кислоты, больше или равно браковочному числу (таблица 4), контроль проводят на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Партию принимают, если выполняются условия по 6.5.4.1.

Партию бракуют и отправляют на доработку, если количество единиц транспортной тары в удвоенном объеме выборки, не отвечающих требованиям по качеству упаковки и правильности маркировки, массе нетто молочной кислоты, больше или равно браковочному числу.

6.5.5 Приемка партии молочной кислоты по органолептическим и физико-химическим показателям

6.5.5.1 Для контроля органолептических и физико-химических показателей молочной кислоты от каждой единицы транспортной тары, попавшей в выборку в соответствии с требованиями таблицы 4, проводят отбор проб и составляют объединенную пробу по 7.1.

6.5.5.2 При получении неудовлетворительных результатов по органолептическим и физико-химическим показателям хотя бы по одному из показателей проводят повторные испытания по этому показателю на удвоенном объеме выборки от этой же партии. При повторном получении неудовлетворительных результатов испытания партию бракуют и отправляют на доработку.

6.5.5.3 Органолептические и физико-химические показатели молочной кислоты в поврежденной таре, попавшей в выборку из принятой партии, проверяют отдельно. При получении удовлетворительных результатов испытания их распространяют только на продукцию в этой таре.

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 50779.71—99.

6.6 Приемка партии молочной кислоты, предназначенной для реализации в розничной торговле

6.6.1 Для контроля применяют одноступенчатый выборочный план при нормальном контроле и специальном уровне контроля *S*-1 при приемлемом уровне качества AQL, равном 6,5*.

Выборку единиц транспортной тары с продукцией осуществляют методом случайного отбора в соответствии с таблицей 5.

Таблица 5

Количество единиц транспортной тары в партии, шт.	Объем выборки, шт.	Приемочное число	Браковочное число
До 50 включ.	2	0	1
Св. 50 до 500 включ.	3	0	1
Св. 500	5	1	2

6.6.2 Контроль качества упаковки и правильности маркировки проводят внешним осмотром каждой единицы транспортной тары, попавшей в выборку.

6.6.3 Приемка партии молочной кислоты по качеству упаковки и правильности маркировки транспортной тары

6.6.3.1 Партию принимают, если количество единиц транспортной тары в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки и правильности маркировки, меньше или равно приемочному числу (таблица 5).

6.6.3.2 В случае, когда количество единиц транспортной тары в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки и правильности маркировки, больше или равно браковочному числу (таблица 5), контроль проводят на удвоенном объеме выборки от этой партии. Партию принимают, если выполняется условие по 6.6.3.1.

Партию бракуют и отправляют на доработку, если количество единиц транспортной тары в удвоенном объеме выборки, не отвечающих требованиям по качеству упаковки и правильности маркировки, больше или равно браковочному числу.

6.6.4 Для контроля качества упаковки и правильности маркировки, органолептических и физико-химических показателей, массы нетто молочной кислоты в каждой единице потребительской тары, из отобранных ранее единиц транспортной тары по 6.6.1 (таблица 5), проводят выборку единиц потребительской тары в соответствии с таблицей 4. Для контроля применяют одноступенчатый выборочный план при нормальном контроле и специальном уровне контроля *S*-4 при приемлемом уровне качества AQL, равном 6,5*.

Выборку потребительской тары осуществляют методом случайного отбора.

6.6.5 Контроль качества упаковки и правильности маркировки проводят внешним осмотром каждой единицы потребительской тары, попавшей в выборку.

6.6.6 Контроль массы нетто молочной кислоты в каждой единице потребительской тары, попавшей в выборку, проводят по разности массы брутто и массы тары, освобожденной от содержимого. Предел допускаемых отрицательных отклонений от номинальной массы нетто молочной кислоты в каждой единице потребительской тары — по 3.3.3.

6.6.7 Приемка партии молочной кислоты по массе нетто, качеству упаковки и правильности маркировки потребительской тары

6.6.7.1 Партию принимают, если количество единиц потребительской тары в выборке, не отвечающих требованиям по массе нетто, качеству упаковки и правильности маркировки молочной кислоты, меньше или равно приемочному числу (таблица 4).

6.6.7.2 В случае, когда количество единиц потребительской тары в выборке, не отвечающих требованиям по массе нетто, качеству упаковки и правильности маркировки молочной кислоты, больше или равно браковочному числу (таблица 4), контроль проводят на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Партию принимают, если выполняется условие 6.6.7.1.

Партию бракуют и отправляют на доработку, если количество единиц потребительской тары в удвоенном объеме выборки, не отвечающих требованиям по массе нетто, качеству упаковки и правильности маркировки молочной кислоты, больше или равно браковочному числу.

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 50779.71—99.

6.6.8 Приемка партии молочной кислоты по органолептическим и физико-химическим показателям

6.6.8.1 Для контроля органолептических и физико-химических показателей молочной кислоты от общего количества единиц транспортной тары, попавших в выборку (6.6.1), проводят выборку единиц потребительской тары в соответствии с таблицей 4, из которых отбирают мгновенные пробы и составляют объединенную пробу по 7.1.

6.6.8.2 При получении неудовлетворительных результатов по органолептическим и физико-химическим показателям молочной кислоты хотя бы по одному из показателей проводят повторные испытания по этому показателю на удвоенном объеме выборки потребительской тары от этой же партии. Результаты повторных испытаний распространяют на всю партию. При повторных неудовлетворительных результатах партию бракуют и отправляют на доработку.

6.6.8.3 Органолептические и физико-химические показатели молочной кислоты в поврежденной потребительской таре, попавшей в выборку из принятой партии, проверяют отдельно. При удовлетворительных результатах испытаний их распространяют только на продукцию в этой таре.

6.7 Периодические испытания проводят по показателям безопасности молочной кислоты в соответствии с порядком, установленным в государствах-участниках Соглашения.

7 Методы контроля

7.1 Отбор проб

7.1.1 Для составления объединенной пробы молочной кислоты из каждой единицы транспортной тары, отобранной по 6.5.1 или потребительской тары, отобранной по 6.6.8.1, после тщательного перемешивания, отбирают мгновенные пробы равными порциями из верхнего, нижнего и среднего слоев.

7.1.2 Для отбора мгновенных проб используют пробоотборники или металлические трубки, изготовленные из материала, не реагирующего с молочной кислотой.

Мгновенные пробы помещают в чистую стеклянную емкость и тщательно перемешивают.

7.1.3 Объем полученной объединенной пробы должен быть не менее 1 $дм^3$.

7.1.4 Объединенную пробу делят на две части и помещают в чистые сухие плотно закрывающиеся стеклянные емкости.

7.1.5 Пробу в одной емкости опечатывают, пломбируют и оставляют в лаборатории для повторных испытаний в случае возникновения разногласий в оценке качества молочной кислоты. Эту часть объединенной пробы сохраняют до окончания срока хранения молочной кислоты.

7.1.6 Пробу во второй емкости передают в лабораторию для испытаний.

7.1.7 Емкости с пробой снабжают этикетками, на которых должно быть указано:

- наименование продукта;
- наименование и местонахождение предприятия-изготовителя;
- товарный знак изготовителя (при наличии);
- групповое наименование и индекс пищевой добавки согласно Европейской шифровой системе (Е 270);
- массовая доля молочной кислоты;
- номер партии;
- масса нетто партии;
- количество мест в партии;
- дата изготовления и упаковывания;
- дата и место отбора проб;
- фамилии лиц, отбиравших пробу;
- обозначение настоящего стандарта.

7.1.8 Подготовка проб для определения токсичных элементов — по ГОСТ 26929.

7.2 Тесты на молочную кислоту

7.2.1 Тест на молочную кислоту

Метод основан на изменении окраски кислотно-основного индикатора в присутствии кислоты.

7.2.1.1 Средства измерений, реактивы

Цилиндр 1-50-1 по ГОСТ 1770.

Пипетка градуированная 1-2-2-5 по ГОСТ 29227.

Стакан химический В(Н)-1-100 по ГОСТ 25336.

Бумага индикаторная лакмусовая синяя.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, реактивов, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающих перечисленным выше.

7.2.1.2 Подготовка к испытанию

Раствор молочной кислоты 1:10 готовят разбавлением по объему молочной кислоты (одна часть) дистиллированной водой (10 частей).

7.2.1.3 Проведение испытания

Полоску индикаторной бумаги погружают в раствор молочной кислоты, затем быстро вынимают. Цвет полоски должен быть красным.

7.2.2 Тест на лактат-ион

Метод основан на взаимодействии молочной кислоты и марганцовокислого калия с образованием уксусного альдегида, который обнаруживают по запаху.

7.2.2.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 1 мг по ГОСТ 24104.

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Стакан химический В(Н)-1-50 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-100-1 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 1-2-2-5, 1-2-2-10 по ГОСТ 29227.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, х.ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающих перечисленным выше.

7.2.2.2 Подготовка к испытанию

Раствор марганцовокислого калия массовой долей 0,1 % готовят растворением марганцовокислого калия ($KMnO_4$) в дистиллированной воде из расчета 0,1 г на 100 г раствора; хранят в емкости из темного стекла.

7.2.2.3 Проведение испытания

В химический стакан вносят 3 $см^3$ молочной кислоты и 12 $см^3$ раствора марганцовокислого калия, перемешивают и нагревают до температуры (55 ± 5) °С. Запах смеси должен соответствовать запаху уксусного альдегида.

7.3 Определение внешнего вида, цвета

7.3.1 Средства измерений

Пробирки П 1(2)-21-200 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-25-1 по ГОСТ 1770.

Часы.

Допускается применение других средств измерений, по метрологическим характеристикам не уступающих перечисленным выше.

7.3.2 Проведение испытания

Пробу испытуемой молочной кислоты перед определением взбалтывают.

В пробирку из бесцветного стекла помещают 20 $см^3$ молочной кислоты и оставляют в покое на 1 ч.

При рассмотрении в проходящем свете по диаметру пробирки жидкость должна быть прозрачной, не содержать осадка, иметь окраску не интенсивнее светло-желтой.

7.4 Определение вкуса

7.4.1 Средства измерений, реактивы

Пипетка с одной отметкой 1-2-1 по ГОСТ 29169.

Цилиндр 1-50-1 по ГОСТ 1770.

Стакан химический В(Н)-1-100 по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, реактивов, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающих перечисленным выше.

7.4.2 Проведение испытания

В химический стакан вносят 1 $см^3$ молочной кислоты и 49 $см^3$ дистиллированной воды. Смесь перемешивают и органолептически определяют вкус.

Вкус должен быть кислым.

7.5 Определение запаха

7.5.1 Средства измерений

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

Стакан химический В(Н)-1-100 по ГОСТ 25336.

Допускается применение других средств измерений, по метрологическим характеристикам не уступающих перечисленным выше.

7.5.2 Проведение испытания

Стакан наполняют на половину его вместимости молочной кислотой температурой 20 °С и органолептически определяют запах кислоты.

Запах должен отсутствовать или быть слабым, характерным для молочной кислоты.

7.6 Определение массовой доли молочной кислоты

Метод основан на нейтрализации молочной кислоты гидроокисью натрия, омылении ангидридов (лактилмолочных кислот) щелочью при нагревании и нейтрализации избытка щелочи серной кислотой и предназначен для определения массовой доли молочной кислоты в диапазоне измерений от 30 % до 70 % с пределами абсолютной погрешности ± 0,3 %.

7.6.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

Весы лабораторные с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 1 мг и не более ± 100 мг по ГОСТ 24104.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Часы песочные на 5 мин или секундомер.

Стакан химический В(Н)-1-50 по ГОСТ 25336.

Стакан фарфоровый по ГОСТ 9147.

Колбы мерные 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Колба коническая Кн-1-250-19/26 по ГОСТ 25336.

Пипетки с одной отметкой 2-2-10, 2-2-20 по ГОСТ 29169.

Цилиндры 1-50-1, 1-100-1, 1-500-1 по ГОСТ 1770.

Бюретка I-1(3)-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

Холодильник ХШ-1-200-19/26 ХС по ГОСТ 25336.

Ареометры общего назначения по ГОСТ 18481.

Капельница по ГОСТ 25336.

Трубка хлоркальциевая по ГОСТ 25336, наполненная натронной известью.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч.

Фенолфталеин (индикатор).

Спирт этиловый ректификованный.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающих перечисленным выше.

7.6.2 Подготовка к испытанию

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

Раствор серной кислоты концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 1 моль/$дм^3$ готовят по ГОСТ 25794.1 разбавлением серной кислоты массовой долей не менее 93,6 % дистиллированной водой или из стандарт-титра концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,1 моль/$дм^3$, переводя количественно содержимое одной ампулы в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и добавляя дистиллированную воду до метки.

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

7.6.3 Проведение испытания

От 1,5 до 2,0 г молочной кислоты с записью результата взвешивания до второго десятичного знака количественно переносят в коническую колбу со шлифом вместимостью 250 $см^3$, прибавляют от 70 до 80 $см^3$ дистиллированной воды. В полученный раствор молочной кислоты добавляют от 20 до 25 $см^3$ раствора гидроокиси натрия и перемешивают.

Содержимое колбы кипятят с обратным холодильником в течение 6 мин, охлаждают, закрыв пробкой с трубкой, наполненной натронной известью, добавляют три капли раствора фенолфталеина и титруют раствором серной кислоты до обесцвечивания.

Параллельно проводят контрольное определение. В коническую колбу со шлифом вместимостью 250 см^3 вносят 10 см^3 раствора гидроокиси натрия, 90 см^3 дистиллированной воды, кипятят с обратным холодильником в течение 5 мин, охлаждают, закрыв пробкой с трубкой, наполненной натронной известью, и титруют раствором серной кислоты в присутствии фенолфталеина до обесцвечивания.

7.6.4 Обработка результатов

Массовую долю молочной кислоты X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - nV_2)K0{,}09 \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где V_1 — объем раствора гидроокиси натрия, внесенный в раствор молочной кислоты, см^3;

n — отношение объемов раствора гидроокиси натрия, взятого на контрольное определение (10 см^3), и раствора серной кислоты, израсходованного на его титрование;

V_2 — объем раствора серной кислоты, израсходованный на титрование избытка гидроокиси натрия, см^3;

K — коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3. Определяют по ГОСТ 25794.1;

0,09 — масса молочной кислоты, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3, г;

100 — коэффициент пересчета содержания молочной кислоты в пробе на 100 г молочной кислоты;

m — масса навески молочной кислоты, г.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютная разность результатов двух измерений, полученных в условиях повторяемости при доверительной вероятности P = 95 %, не превышает 0,3 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютная разность результатов двух измерений, полученных в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности P = 95 %, не превышает 0,6 %.

Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

При необходимости определения изомеров молочной кислоты применяют ферментативный метод, приведенный в приложении А.

7.7 Определение массовой доли золы

Метод основан на определении несгораемого остатка молочной кислоты и предназначен для определения несгораемого остатка в диапазоне измерений от 0,1 % до 0,6 % с пределами абсолютной погрешности ± 0,03 %.

7.7.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 1 мг по ГОСТ 24104.

Электропечь камерная с диапазоном автоматического регулирования рабочей температуры от 400 °С до 1100 °С.

Тигель фарфоровый по ГОСТ 9147.

Эксикатор 1(2)-140(190) по ГОСТ 25336 с хлористым кальцием, предварительно прокаленным при температуре (300 ± 50) °С в течение 2 ч.

Баня песочная.

Щипцы тигельные.

Картон асбестовый или сетка асбестовая.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, материалов, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающих перечисленным выше.

7.7.2 Проведение испытания

От 2 до 5 г молочной кислоты с записью результата взвешивания до четвертого десятичного знака помещают в фарфоровый тигель, предварительно прокаленный до постоянной массы при температуре (650 ± 50) °С, охлажденный в эксикаторе и взвешенный.

Кислоту в тигле осторожно выпаривают на песочной бане почти досуха. Тигель с остатком помещают в электропечь и озоляют, постепенно поднимая температуру от 400 °С до 700 °С. Продолжительность

озоления — от 1,5 до 2 ч. Тигель с несгораемым остатком охлаждают в эксикаторе в течение 30 мин и взвешивают.

Прокаливание, охлаждение и взвешивание повторяют до тех пор, пока расхождение результатов между двумя последовательными взвешиваниями будет не более 0,001 г.

7.7.3 Обработка результатов

Массовую долю золы X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_2 - m_1)100}{m}, \quad (2)$$

где m_2 — масса тигля с прокаленным остатком, г;

m_1 — масса тигля, г;

100 — коэффициент пересчета содержания несгораемого остатка в пробе на 100 г молочной кислоты;

m — масса навески молочной кислоты, г.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютная разность результатов двух измерений, полученных в условиях повторяемости при доверительной вероятности P = 95 %, не превышает 0,03 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютная разность результатов двух измерений, полученных в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности P = 95 %, не превышает 0,05 %.

Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

7.8 Определение массовой доли железа

Определение проводят колориметрическим роданидным методом с визуальной оценкой результата или с построением градуировочного графика.

Метод основан на образовании в кислой среде окрашенного в красный цвет комплекса роданида железа (III).

7.8.1 Визуальная оценка

7.8.1.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 1 мг по ГОСТ 24104.

Тигель фарфоровый по ГОСТ 9147.

Электропечь камерная с диапазоном автоматического регулирования рабочей температуры от 400 °С до 1100 °С.

Эксикатор 1(2) — 140(190) по ГОСТ 25336 с хлористым кальцием, предварительно прокаленным при температуре (300 ± 50) °С в течение 2 ч.

Баня паровая.

Щипцы тигельные.

Картон асбестовый или сетка асбестовая.

Пипетки градуированные 1-2-2-1, 1-2-2-2 по ГОСТ 29227.

Пипетка с одной отметкой 2-2-1 по ГОСТ 29169.

Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1-100-1 по ГОСТ 1770.

Ареометры общего назначения по ГОСТ 18481.

Квасцы железоаммонийные (Fe,III),ч.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, х.ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, материалов, реактивов, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающих перечисленным выше.

7.8.1.2 Подготовка к испытанию

Раствор роданистого аммония массовой долей 30 % готовят по ГОСТ 4517; хранят в емкости из темного стекла.

Раствор азотной кислоты массовой долей 25 % готовят по ГОСТ 4517.

Раствор соляной кислоты 1:1 готовят разбавлением по объему соляной кислоты массовой долей не менее 35 % (одна часть) дистиллированной водой (одна часть).

Стандартный раствор железа, 1 $см^3$ которого содержит 1 мг железа (III); готовят из свежеперекристаллизованных железоаммонийных квасцов [$FeNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$] по ГОСТ 4212.

Свежеприготовленный рабочий раствор железа, содержащий 0,01 мг железа (III) в 1 $см^3$, готовят разбавлением 1 $см^3$ стандартного раствора железа дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ с доведением объема водой до метки и перемешиванием.

7.8.1.3 Проведение испытания

2 г молочной кислоты с записью результата взвешивания до второго десятичного знака озоляют по 7.7.2.

К золе добавляют 2 $см^3$ раствора соляной кислоты и осторожно выпаривают на паровой бане. Остаток растворяют в 1 $см^3$ соляной кислоты массовой долей не менее 35 %, добавляют 1 $см^3$ раствора азотной кислоты и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, добавляют 2 $см^3$ раствора роданистого аммония, дистиллированной воды до метки и перемешивают.

Одновременно готовят раствор сравнения, содержащий в том же объеме все указанные выше реактивы и 2 $см^3$ свежеприготовленного рабочего раствора железа (0,02 мг Fe).

Окраска комплекса роданида железа устойчива в течение 5 мин.

Содержание железа (III) в молочной кислоте равно или менее 0,001 % (10,0 мг/кг), если окраска анализируемого раствора будет не интенсивнее окраски раствора сравнения.

7.8.2 Метод с построением градуировочного графика (арбитражный)

Метод предназначен для определения массовой доли железа в диапазоне измерений от 0,0004 % до 0,002 % (от 4 до 20 мг/кг) с пределами абсолютной погрешности ± 0,0002 % (± 2 мг/кг).

Предварительное окисление железа (II) проводят азотной кислотой.

7.8.2.1 Средства измерений, реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 1 мг по ГОСТ 24104.

Колориметр фотоэлектрический со светофильтром длиной волны (480 ± 10) нм.

Колба коническая Кн-1-100 по ГОСТ 25336.

Пипетки градуированные 1-2-2-1, 1-2-2-5, 1-2-2-10 по ГОСТ 29227.

Пипетки с одной отметкой 2-2-1, 2-2-20 по ГОСТ 29169.

Колбы мерные 2-50-2, 2-200-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1-25-1, 1-100-1 по ГОСТ 1770.

Ареометры общего назначения по ГОСТ 18481.

Квасцы железоаммонийные (Fe, III), ч.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, х.ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, реактивов, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающих перечисленным выше.

7.8.2.2 Подготовка к испытанию

Раствор роданистого аммония массовой долей 30 % готовят по ГОСТ 4517; хранят в емкости из темного стекла.

Раствор азотной кислоты массовой долей 25 % готовят по ГОСТ 4517.

Раствор соляной кислоты 1:1 готовят по 7.8.1.2.

Стандартный раствор железа, 1 $см^3$ которого содержит 1 мг железа (III), готовят по 7.8.1.2.

Свежеприготовленный рабочий раствор железа, содержащий 0,005 мг железа (III) в 1 $см^3$, готовят разбавлением 1 $см^3$ стандартного раствора железа дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 200 $см^3$ с доведением объема водой до метки и перемешиванием.

7.8.2.3 Построение градуировочного графика

Готовят серию окрашенных растворов сравнения.

В мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ вносят 1, 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14 $см^3$ свежеприготовленного рабочего раствора железа, что соответствует содержанию железа в них 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06; 0,07 мг. В полученные растворы добавляют 3 $см^3$ раствора соляной кислоты, 1 $см^3$ раствора азотной кислоты, 2 $см^3$ раствора роданистого аммония, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор в мерной колбе вместимостью 50 $см^3$, содержащий все указанные выше реактивы, кроме железа.

Измеряют оптическую плотность растворов сравнения по отношению к контрольному раствору на фотоэлектрическом колориметре с использованием кювет толщиной поглощающего свет слоя 50 мм и светофильтра длиной волны (480 ± 10) нм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс значения массовой доли железа в миллиграммах, а на оси ординат соответствующие значения оптической плотности. Каждое значение оптической плотности находят как среднее из трех параллельных определений.

Градуировочный график проверяют не реже одного раза в три месяца, а также при замене средств измерений, реактивов.

7.8.2.4 Проведение испытания

От 2 до 4 г молочной кислоты с записью результата взвешивания до второго десятичного знака количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют 3 см^3 раствора соляной кислоты, 1 см^3 раствора азотной кислоты, 2 см^3 раствора роданистого аммония, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор так же, как при построении градуировочного графика.

Через две минуты после прибавления раствора роданистого аммония измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному раствору в кюветах толщиной поглощающего свет слоя 50 мм при длине волны (480 ± 10) нм.

По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массовую долю железа (мг) в пробе.

7.8.2.5 Обработка результатов

Массовую долю железа (III) X_2, % или мг/кг, вычисляют по формулам:

$$X_2 = \frac{m_1 100}{m 1000} \qquad (3)$$

или

$$X_2 = \frac{m_1 1000}{m}, \qquad (4)$$

где m_1 — масса железа (III) в пробе, определенная по градуировочному графику, мг;

100 — коэффициент пересчета содержания железа в пробе на 100 г молочной кислоты;

m — масса навески молочной кислоты, г;

1000 — коэффициент пересчета содержания железа из миллиграммов в граммы (3);

1000 — коэффициент пересчета содержания железа в пробе на 1 кг молочной кислоты (4).

Вычисления проводят с записью результата до первого десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютная разность результатов двух измерений, полученных в условиях повторяемости при доверительной вероятности P = 95 %, не превышает 0,0002 % (2 мг/кг).

Предел воспроизводимости R — абсолютная разность результатов двух измерений, полученных в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности P = 95 %, не превышает 0,0003 % (3 мг/кг).

Окончательный результат округляют до третьего десятичного знака (%) или до целого числа (мг/кг).

7.9 Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят фототурбидиметрическим методом или весовым методом с прокаливанием осадка сульфата бария.

Методы основаны на взаимодействии сульфат-ионов и ионов бария с образованием труднорастворимого сернокислого бария.

7.9.1 Фототурбидиметрический метод

Метод предназначен для определения массовой доли сульфатов в диапазоне измерений от 0,1 % до 0,4 % с пределом абсолютной погрешности ± 0,04 %.

Проводится оценка интенсивности опалесценции сульфата бария измерением оптической плотности исследуемого раствора и определение сульфатов по градуировочному графику.

7.9.1.1 Средства измерений, реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 1 мг по ГОСТ 24104.

Колориметр фотоэлектрический со светофильтром длиной волны (480 ± 10) нм.

Часы песочные на 1 мин или секундомер.

Стакан химический В(Н)-2-50 по ГОСТ 25336.

Колба коническая Кн-1-100 по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2-100-2, 2-200-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки с одной отметкой 1-2-1, 1-2-10, 2-2-20 по ГОСТ 29169.

Пипетки градуированные 1-2-2-5, 1-2-2-10 по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1-25-1 по ГОСТ 1770.

Ареометры общего назначения по ГОСТ 18481.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, х.ч.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166, х.ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, ч.д.а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, реактивов, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающих перечисленным выше.

7.9.1.2 Подготовка к испытанию

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

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

Раствор растворимого крахмала массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4517; применяют свежеприготовленным.

Стандартный раствор сульфатов, 1 $см^3$ которого содержит 1 мг сульфатов (SO_4), готовят из высушенного до постоянной массы при температуре (102 ± 2) °С сернокислого натрия (Na_2SO_4) по ГОСТ 4212.

Свежеприготовленный рабочий раствор сульфатов, содержащий 0,1 мг сульфатов в 1 $см^3$, готовят разбавлением 10 $см^3$ стандартного раствора сульфатов дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ с доведением объема водой до метки и перемешиванием.

7.9.1.3 Построение градуировочного графика

Готовят серию растворов сравнения. В конические колбы вместимостью 100 $см^3$ вносят 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 $см^3$ свежеприготовленного рабочего раствора сульфатов, что соответствует содержанию сульфатов в них 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9; 1,0 мг, дистиллированную воду до объема 25 $см^3$, 1 $см^3$ раствора соляной кислоты, 3 $см^3$ раствора крахмала и тщательно перемешивают в течение 1 мин. Затем добавляют 3 $см^3$ раствора хлористого бария и снова перемешивают в течение 1 мин, затем периодически через каждые 10 мин. Общий объем раствора — 32 $см^3$.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий сульфатов. Он состоит из 25 $см^3$ дистиллированной воды, 1 $см^3$ раствора соляной кислоты, 3 $см^3$ раствора крахмала и 3 $см^3$ раствора хлористого бария.

Через 30 мин, в течение которых проводят периодическое перемешивание, измеряют оптическую плотность растворов сравнения по отношению к контрольному раствору на фотоэлектроколориметре при длине волны (480 ± 10) нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс значения массовой доли сульфатов в миллиграммах, а на оси ординат соответствующие значения оптической плотности. Каждое значение оптической плотности находят как среднее из трех параллельных определений.

Градуировочный график проверяют не реже одного раза в три месяца, а также при смене реактивов или фотоэлектроколориметра.

7.9.1.4 Проведение испытания

От 1 до 3 г молочной кислоты с записью результата взвешивания до второго десятичного знака количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 или 200 $см^3$, объем доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. В коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 20 $см^3$ полученного раствора, прибавляют 5 $см^3$ дистиллированной воды, 1 $см^3$ раствора соляной кислоты, 3 $см^3$ раствора крахмала и 3 $см^3$ раствора хлористого бария. Перемешивают в течение 1 мин, затем периодически через каждые 10 мин.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность исследуемого раствора по отношению к контрольному раствору, не содержащему сульфатов, при тех же условиях, при каких строился градуировочный график.

По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массовую долю сульфатов (мг) в пробе.

7.9.1.5 Обработка результатов

Массовую долю сульфатов X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1 V 100}{m\,20 \cdot 1000}, \quad (5)$$

где m_1 — масса сульфатов в пробе, определенная по градуировочному графику, мг;
V — номинальная вместимость мерной колбы, см^3;
100 — коэффициент пересчета содержания сульфатов в пробе на 100 г молочной кислоты;
m — масса навески молочной кислоты, г;
20 — объем разбавленной молочной кислоты, взятый на испытание, см^3;
1000 — коэффициент пересчета содержания сульфатов из миллиграммов в граммы.

Вычисления проводят с записью результата до третьего десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютная разность результатов двух измерений, полученных в условиях повторяемости при доверительной вероятности P = 95 %, не превышает 0,04 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютная разность результатов двух измерений, полученных в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности P = 95 %, не превышает 0,06 %.

Окончательный результат округляют до второго десятичного знака.

7.9.2 Весовой метод с прокаливанием осадка сульфата бария (арбитражный)

Метод предназначен для определения массовой доли сульфатов в диапазоне измерений от 0,1 % до 0,4 % с пределами абсолютной погрешности ± 0,02 %.

По массе прокаленного осадка сульфата бария, навеске молочной кислоты и соотношению молекулярных масс сульфат-иона и сульфата бария находят массовую долю сульфатов в продукте.

7.9.2.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 1 мг по ГОСТ 24104.

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Стакан химический В-1-250 по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-25-1, 1-100-1 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 1-1-1-1, 1-2-2-5, 1-2-2-10 по ГОСТ 29227.

Колба мерная 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Колба с тубусом 1-500 по ГОСТ 25336.

Воронка Бюхнера 1 по ГОСТ 9147.

Воронка стеклянная по ГОСТ 25336.

Фильтр обеззоленный «синяя лента».

Палочка стеклянная.

Тигель фарфоровый по ГОСТ 9147.

Электропечь камерная с диапазоном автоматического регулирования рабочей температуры от 400 °С до 1100 °С.

Эксикатор 1(2)-140(190) по ГОСТ 25336 с хлористым кальцием, предварительно прокаленным при температуре (300 ± 50) °С в течение 2 ч.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, х.ч.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х.ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, материалов и реактивов, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающих перечисленным выше.

7.9.2.2 Подготовка к испытанию

Раствор хлористого бария массовой долей 10 % готовят растворением 10 г бигидрата хлорида бария ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$) в 90 см^3 дистиллированной воды.

Раствор азотнокислого серебра массовой долей 1 % готовят растворением 1 г азотнокислого серебра ($AgNO_3$) в 99 см^3 дистиллированной воды, подкисленной 5 каплями азотной кислоты; хранят в емкости из темного стекла.

7.9.2.3 Проведение испытания

40 г молочной кислоты с записью результата взвешивания до второго десятичного знака количественно переносят в химический стакан вместимостью 250 см^3, добавляют от 100 до 150 см^3 дистиллированной воды, перемешивают и нагревают до температуры 90 °С.

Осаждение сульфат-ионов проводят раствором хлористого бария массовой долей 10 %. Осадитель в объеме от 10 до 12 см^3 разбавляют дистиллированной водой до 50 см^3, нагревают до температуры 90 °С и осторожно по каплям при перемешивании добавляют к горячему раствору разбавленной молочной кислоты. Стакан ставят на кипящую водяную баню. Как только осадок осядет и жидкость над ним станет прозрачной, проверяют полноту осаждения сульфата бария. Для этого в раствор над осадком осторожно по палочке вносят 3 капли горячего раствора хлористого бария. Полное осаждение достигнуто, если отсутствует помутнение раствора. В противном случае добавляют еще от 0,5 до 1 см^3 раствора осадителя и вновь проверяют полноту осаждения. Суспензию сульфата бария выдерживают на кипящей водяной бане еще не менее двух часов для созревания осадка.

Декантацией и фильтрованием под разрежением отделяют осадок от жидкой фазы, используя колбу с тубусом, воронку Бюхнера, обеззоленный фильтр «синяя лента».

Осадок промывают дистиллированной водой порциями по 20 см^3.

Проверку полноты отмывания от ионов хлора проводят, используя раствор азотнокислого серебра.

Объем промывных вод должен быть не более 200 см^3.

Промытый осадок вместе с фильтром переносят в прокаленный и взвешенный тигель, подсушивают и прокаливают при температуре (650 ± 50) °С в течение 1 ч.

Прокаливание, охлаждение и взвешивание повторяют до тех пор, пока расхождение результатов двух последовательных взвешиваний будет не более 0,001 г.

7.9.2.4 Обработка результатов

Массовую долю сульфатов X'_3, %, вычисляют по формуле

$$X'_3 = \frac{m_1 0{,}412 \cdot 100}{m}, \qquad (6)$$

где m_1 — масса прокаленного осадка сульфата бария, г;

0,412 — коэффициент пересчета, выражающий соотношение молекулярных масс сульфат-иона (96) и сернокислого бария (233);

100 — коэффициент пересчета содержания сульфатов в пробе на 100 г молочной кислоты;

m — масса навески молочной кислоты, г.

Вычисления проводят с записью результата до третьего десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютная разность результатов двух измерений, полученных в условиях повторяемости при доверительной вероятности P = 95 %, не превышает 0,02 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютная разность результатов двух измерений, полученных в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности P = 95 %, не превышает 0,04 %.

Окончательный результат округляют до второго десятичного знака.

7.10 Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят фототурбидиметрическим методом или методом аргентометрии в присутствии индикатора.

Методы основаны на взаимодействии ионов хлора и ионов серебра с образованием труднорастворимого хлористого серебра.

7.10.1 Фототурбидиметрический метод

Метод предназначен для определения массовой доли хлоридов в диапазоне измерений от 0,1 % до 0,4 % с пределом абсолютной погрешности ± 0,04 %.

Проводится оценка интенсивности опалесценции хлористого серебра измерением оптической плотности исследуемого раствора и определение хлоридов по градуировочному графику.

7.10.1.1 Средства измерений, реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 1 мг по ГОСТ 24104.

Колориметр фотоэлектрический со светофильтром длиной волны (480 ± 10) нм.

Стакан химический В(Н)-2-50 по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-200-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки с одной отметкой 1-2-1, 2-2-5, 2-2-20 по ГОСТ 29169.

Пипетки градуированные 1-2-2-5, 1-2-2-10 по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1-50-1 по ГОСТ 1770.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х.ч.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х.ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, реактивов, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающих перечисленным выше.

7.10.1.2 Подготовка к испытанию

Раствор азотной кислоты массовой долей 25 % готовят по ГОСТ 4517.

Раствор азотнокислого серебра массовой долей 1,7 % готовят растворением 1,7 г азотнокислого серебра ($AgNO_3$) в 98,3 $см^3$ дистиллированной воды; хранят в емкости из темного стекла.

Стандартный раствор хлоридов, 1 $см^3$ которого содержит 1 мг хлоридов (Cl), готовят из прокаленного при температуре 500 °С до постоянной массы хлористого натрия (NaCl) по ГОСТ 4212.

Свежеприготовленный рабочий раствор хлоридов, содержащий 0,01 мг хлоридов в 1 $см^3$, готовят разбавлением 1 $см^3$ стандартного раствора хлоридов дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ с доведением объема водой до метки и перемешиванием.

7.10.1.3 Построение градуировочного графика

Готовят серию растворов сравнения. В мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ вносят 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0; 17,5; 20,0 $см^3$ свежеприготовленного рабочего раствора хлоридов, что соответствует содержанию хлоридов в них 0,025; 0,05; 0,075; 0,10; 0,125; 0,15; 0,175; 0,20 мг, разбавляют дистиллированной водой до объема 40 $см^3$, прибавляют 2 $см^3$ раствора азотной кислоты, 1 $см^3$ раствора азотнокислого серебра, доводят объемы растворов водой до метки и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий хлоридов. В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ вносят 2 $см^3$ раствора азотной кислоты, 1 $см^3$ раствора азотнокислого серебра, дистиллированную воду до метки и перемешивают.

Через 20 мин (выдержка в темноте), в течение которых проводят периодическое перемешивание переворачиванием колб, измеряют оптическую плотность растворов сравнения по отношению к контрольному раствору на фотоэлектроколориметре при длине волны (480 ± 10) нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс значения массовой доли хлоридов в миллиграммах, а на оси ординат соответствующие значения оптической плотности. Каждое значение оптической плотности находят как среднее из трех параллельных определений.

Градуировочный график проверяют не реже одного раза в три месяца, а также при смене реактивов или фотоэлектроколориметра.

7.10.1.4 Проведение испытания

От 1 до 2 г молочной кислоты с записью результата взвешивания до второго десятичного знака количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 или 200 $см^3$, объем доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ помещают 20 $см^3$ полученного раствора, 2 $см^3$ раствора азотной кислоты, 1 $см^3$ раствора азотнокислого серебра, перемешивая раствор после прибавления каждого реактива, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и вновь перемешивают.

Через 20 мин (выдержка в темноте, периодическое перемешивание) измеряют оптическую плотность раствора по отношению к контрольному, не содержащему хлоридов, при тех же условиях, при каких строился градуировочный график.

По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массовую долю хлоридов (мг) в пробе.

7.10.1.5 Обработка результатов

Массовую долю хлоридов X_4, %, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m_1 V 100}{m 20 \cdot 1000}, \qquad (7)$$

где m_1 — масса хлоридов в пробе, определенная по градуировочному графику, мг;

V — номинальная вместимость мерной колбы, $см^3$;

100 — коэффициент пересчета содержания хлоридов в пробе на 100 г молочной кислоты;

m — масса навески молочной кислоты, г;

20 — объем разбавленного раствора молочной кислоты, взятый на испытание, $см^3$;

1000 — коэффициент пересчета содержания хлоридов из миллиграммов в граммы.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютная разность результатов двух измерений, полученных в условиях повторяемости при доверительной вероятности P = 95 %, не превышает 0,04 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютная разность результатов двух измерений, полученных в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности P = 95 %, не превышает 0,06 %.

Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

7.10.2 Метод аргентометрии в присутствии индикатора (арбитражный)

Метод предназначен для определения массовой доли хлоридов в диапазоне измерений от 0,1 % до 0,4 % с пределом абсолютной погрешности ± 0,02 %.

Определяют массу азотнокислого серебра, эквивалентную содержанию хлоридов в анализируемом растворе. Используют метод обратного титрования. Ионы хлора осаждаются ионами серебра, вводимыми с избытком. Избыточные ионы серебра взаимодействуют с роданид-ионами с образованием труднорастворимого роданистого серебра. Реакция проходит в присутствии железоаммонийных квасцов в качестве индикатора.

Избыточная капля роданистого аммония приводит к взаимодействию роданид-иона (SCN^-) и иона железа (Fe^{3+}), введенного с индикатором, и образованию роданистого железа $Fe(SCN)_3$, окрашивающего раствор в розово-красный цвет.

Разность введенного количества азотнокислого серебра и установленного экспериментально его избытка соответствует требуемому для осаждения ионов хлора исследуемого раствора.

7.10.2.1 Средства измерений, реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 1 мг по ГОСТ 24104.

Стакан химический В(Н)-1-50 по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-25-1, 1-100-1 по ГОСТ 1770.

Бюретка I-1(3)-2-10-0,05 по ГОСТ 29251.

Пипетки градуированные 1-2-2-1, 1-2-2-5 по ГОСТ 29227.

Колба коническая Кн-1-100 по ГОСТ 25336.

Колба мерная 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Часы песочные на 1 мин или секундомер.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х.ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч.

Квасцы железоаммонийные (Fe, III), ч.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, х.ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, реактивов, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающих перечисленным выше.

7.10.2.2 Подготовка к испытанию

Раствор азотнокислого серебра концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.3 или из стандарт-титра; хранят в емкости из темного стекла.

Раствор азотной кислоты массовой долей 10 % готовят по ГОСТ 4517.

Раствор роданистого аммония концентрации c (NH_4CNS) = 0,1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.3 или из стандарт-титра; хранят в емкости из темного стекла.

Раствор железоаммонийных квасцов готовят растворением 30 г квасцов $[FeNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O]$ в 100 см^3 дистиллированной воды и добавлением раствора азотной кислоты до перехода коричневой окраски в темно-зеленую.

7.10.2.3 Проведение испытания

От 2 до 4 г молочной кислоты с записью результата взвешивания до второго десятичного знака количественно переносят в коническую колбу вместимостью 100 см^3, добавляют около 25 см^3 дистиллированной воды, перемешивают.

Из бюретки приливают 5 см^3 раствора азотнокислого серебра, хорошо перемешивают в течение 1 мин, прибавляют 2 см^3 раствора азотной кислоты, 1 см^3 раствора железоаммонийных квасцов и титруют при постоянном перемешивании раствором роданистого аммония до появления не исчезающего в течение 5 с розово-красного окрашивания.

7.10.2.4 Обработка результатов

Массовую долю хлоридов X'_4, %, вычисляют по формуле

$$X'_4 = \frac{(V_1K_1 - V_2K_2)0{,}0035 \cdot 100}{m}, \quad (8)$$

где V_1 — объем введенного с избытком раствора азотнокислого серебра, см^3.
V_1 = 5 см^3;

K_1 — коэффициент поправки раствора азотнокислого серебра концентрации c ($AgNO_3$) = = 0,1 моль/дм^3;

V_2 — объем раствора роданистого аммония, израсходованный на обратное титрование, см^3;

K_2 — коэффициент поправки раствора роданистого аммония концентрации c (NH_4CNS) = = 0,1 моль/дм^3.

Значения K_1 и K_2 определяют по ГОСТ 25794.1 (расчетная формула) и ГОСТ 25794.3;

0,0035 — масса хлорид-иона, соответствующая 1 см^3 раствора азотнокислого серебра концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3, г;

100 — коэффициент пересчета содержания хлоридов в пробе на 100 г молочной кислоты;

m — масса навески молочной кислоты, г.

Вычисления проводят с точностью до второго десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютная разность результатов двух измерений, полученных в условиях повторяемости при доверительной вероятности P = 95 %, не превышает 0,02 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютная разность результатов двух измерений, полученных в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности P = 95 %, не превышает 0,04 %.

Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

7.11 Проба на редуцирующие вещества

Метод основан на способности редуцирующих сахаров восстанавливать в щелочной среде соли окиси меди в закись меди красного цвета.

7.11.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

Весы лабораторные с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 1 мг и не более ± 100 мг по ГОСТ 24104.

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Часы песочные на 2 мин или секундомер.

Стаканы химические В(Н)-1-100, В(Н)-1-800 по ГОСТ 25336.

Пипетки градуированные 1-2-2-1, 1-2-2-5 по ГОСТ 29227.

Цилиндры 1-10-1, 1-500-1 по ГОСТ 1770.

Колба коническая Кн-1-50 по ГОСТ 25336.

Колба мерная 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Бумага фильтровальная лабораторная марки Ф по ГОСТ 12026.

Вата стеклянная.

Сетка асбестовая.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, х.ч.

Калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5845, ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, материалов, реактивов, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающих перечисленным выше.

7.11.2 Подготовка к испытанию

Раствор Фелинга I: 40 г сернокислой меди ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) растворяют в 500 — 600 см^3 дистиллированной воды температурой (55 ± 5) °С, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, объем доводят водой до метки, перемешивают, фильтруют, используя бумажный фильтр.

Раствор Фелинга II: 200 г виннокислого калий-натрия ($KNaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$) и 150 г гидроокиси натрия (NaOH) растворяют отдельно в дистиллированной воде, растворы охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, объем доводят водой до метки, перемешивают и фильтруют через стеклянную вату.

7.11.3 Проведение испытания

0,5 г молочной кислоты с записью результата взвешивания до второго десятичного знака помещают в коническую колбу вместимостью 50 $см^3$, добавляют 4,5 $см^3$ дистиллированной воды и по 5 $см^3$ растворов Фелинга I и Фелинга II. Смесь кипятят 2 мин (по песочным часам), отстаивают в течение 3 мин и наблюдают за появлением осадка. Красный осадок закиси меди должен отсутствовать.

Отсутствие осадка закиси меди свидетельствует о содержании редуцирующих веществ в молочной кислоте менее 0,2 %.

7.12 Проба на легкообугливаемые вещества

Метод основан на взаимодействии серной кислоты и легкообугливаемых веществ, присутствующих в молочной кислоте.

7.12.1 Средства измерений, реактивы

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

Пробирка П1(2)-14-120 по ГОСТ 25336.

Пипетка с одной отметкой 1-2-5 по ГОСТ 29169.

Цилиндр 1-10-1 по ГОСТ 1770.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч.

Допускается применение других средств измерений, реактивов, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающих перечисленным выше.

7.12.2 Проведение испытания

В пробирку из бесцветного стекла вносят 5 $см^3$ концентрированной серной кислоты и осторожно 5 $см^3$ исследуемой молочной кислоты, не допуская перемешивания. Температура процесса — не выше 15 °С.

Через 15 мин в зоне контакта двух жидкостей окраска не должна быть интенсивнее светло-коричневой.

7.13 Проба на лимонную, щавелевую, фосфорную и винную кислоты

Метод основан на образовании труднорастворимых солей кальция лимонной (цитраты), щавелевой (оксалаты), фосфорной (фосфаты) и винной (тартраты) кислот.

7.13.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 1 мг по ГОСТ 24104.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Часы песочные на 2 мин или секундомер.

Цилиндры 1-10-1, 1-50-1, 1-1000-1 по ГОСТ 1770.

Стакан химический В-1-100 по ГОСТ 25336.

Кальция гидроокись по ГОСТ 9262, ч., насыщенный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающих перечисленным выше.

7.13.2 Проведение испытания

1 г молочной кислоты с записью результата взвешивания до второго десятичного знака разбавляют в химическом стакане 10 $см^3$ дистиллированной воды, добавляют 40 $см^3$ насыщенного раствора гидроокиси кальция и кипятят 2 мин.

Раствор охлаждают. Не должно быть помутнения раствора.

7.14 Проба на цианиды

Метод основан на последовательном осуществлении химических реакций:

- взаимодействие ионов цианисто-водородной кислоты CN^- с солью железа (II) в щелочной среде при нагревании с образованием иона $[Fe(CN)_6]^{4-}$;
- взаимодействие иона $[Fe(CN)_6]^{4-}$ с солью железа (III) в слабокислой среде с образованием берлинской лазури $Fe_4[Fe(CN)_6]_3$ синего цвета.

7.14.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 1 мг по ГОСТ 24104.

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.
Стаканы химические В(Н)-2-50, В(Н)-2-250 по ГОСТ 25336.
Колба круглодонная К-2-250 по ГОСТ 25336.
Колба мерная 2-1000-2 по ГОСТ 1770.
Холодильник ХПТ по ГОСТ 25336.
Соединительные элементы (насадки, переходы) по ГОСТ 25336.
Цилиндры 1-50-1, 1-100-1, 1-500-1 по ГОСТ 1770.
Колба коническая со шлифом Кн-1-100 по ГОСТ 25336.
Пипетки градуированные 1-2-2-1, 1-2-2-5 по ГОСТ 29227.
Бумага индикаторная универсальная для определения pH 1,0—10,0.
Ареометры общего назначения по ГОСТ 18481.
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.
Железо сернокислое закисное по ГОСТ 4148, х.ч.
Железо хлорное по ГОСТ 4147, х.ч.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающих перечисленным выше.

7.14.2 Подготовка к испытанию

Раствор гидроокиси натрия массовой долей 10 % готовят по ГОСТ 4517.

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

Раствор сернокислого закисного железа массовой долей 10 % готовят растворением 10 г сернокислого железа ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$) в 90 $см^3$ дистиллированной воды.

Раствор хлорного железа массовой долей 5 % готовят растворением 5 г хлорного железа ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$) в 95 $см^3$ дистиллированной воды.

7.14.3 Проведение испытания

50 $см^3$ молочной кислоты помещают в перегонную круглодонную колбу вместимостью 250 $см^3$, соединяют с холодильником и отгоняют около 10 $см^3$ жидкости. К отгону прибавляют раствор гидроокиси натрия до сильнощелочной реакции и 3 капли раствора сернокислого закисного железа, взбалтывают, нагревают до температуры (85 ± 5) °С и после охлаждения подкисляют раствором соляной кислоты до слабокислой реакции. Не должно быть зеленого или сине-зеленого окрашивания. Добавление одной капли раствора хлорного железа не должно вызывать синего окрашивания.

7.15 Определение массовой доли свинца

Проводят по ГОСТ 26932.

8 Транспортирование и хранение

8.1 Молочную кислоту транспортируют в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на соответствующем виде транспорта.

8.2 Молочную кислоту хранят в таре изготовителя в закрытых и затемненных складских помещениях при температуре не выше 20 °С.

8.3 Срок хранения молочной кислоты — не более двух лет с даты изготовления.

9 Рекомендации по применению

9.1 Молочную кислоту как регулятор кислотности, консервант, улучшитель вкуса и структуры изделий используют при производстве хлеба, хлебобулочных и кондитерских изделий, продукции ликероводочной, пивоваренной, масложировой, консервной, мясной, молочной, маслосыродельной и рыбной промышленности.

9.2 Молочную кислоту добавляют в пищевые продукты в соответствии с действующей технической документацией на конкретные виды продукции. Для равномерного распределения в продукте молочную кислоту вносят в жидкие компоненты (воду, рассол, сироп), готовые напитки, эмульсии, в тесто при его замесе.

Молочную кислоту, предназначенную для розничной продажи, добавляют в изделия по вкусу.

Приложение А
(рекомендуемое)

Ферментативный метод определения изомеров молочной кислоты

Метод основан на окислении молочной кислоты (лактата) до пирувата коферментом $НАД^+$ в присутствии *L*-лактатдегидрогеназы (*L*-ЛДГ) или D-лактатдегидрогеназы (*D*-ЛДГ), смещении равновесия реакции в сторону образования пирувата и восстановленного НАД · Н путем преобразования пирувата в *L*-аланин под действием глутаматпируваттрансаминазы (ГПТ), фотометрическом определении концентрации образовавшегося НАД · Н, эквивалентной концентрации молочной кислоты в пробе.

А.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 1 мг по ГОСТ 24104.

Спектрофотометр диапазоном измерения, позволяющим проводить исследования при длине волны 340 нм, с допустимой погрешностью измерений коэффициента пропускания не более 1 %.

Кюветы фотометрические из оптического стекла или одноразовые полистироловые толщиной поглощающего свет слоя 1 см.

Шпатели пластмассовые или палочки стеклянные длиной от 10 до15 см.

Дозаторы пипеточные с одноразовыми пластмассовыми наконечниками объемом доз 0,02; 0,1; 0,2 и 1,0 $см^3$ или стеклянные микропипетки вместимостью от 0,1 до 0,5 $см^3$.

Колба мерная 2-250-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 1-2-2-1, 1-2-2-10 по ГОСТ 29227.

Часы песочные на 5 мин.

Набор реактивов для определения *D*- и *L*-молочных кислот фирмы Boehringer Mannheim (номер по каталогу фирмы 1112821), включающий пять емкостей и рассчитанный приблизительно на 25 определений:

емкость 1 — 30 $см^3$ глицилглицинового буфера с pH 10,0. Содержит 440 мг *L*-глутаминовой кислоты;

емкость 2 — 210 мг лиофилизованного кофермента $НАД^+$;

емкость 3 — 0,7 $см^3$ суспензии фермента глутаматпируваттрансаминазы (ГПТ), 1100 единиц активности;

емкость 4 — 0,7 $см^3$ раствора фермента *D*-лактатдегидрогеназы (*D*-ЛДГ), 3800 единиц активности;

емкость 5 — 0,7 $см^3$ раствора фермента *L*-лактатдегидрогеназы (*L*-ЛДГ), 3800 единиц активности.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, по метрологическим характеристикам не уступающих перечисленным выше.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

А.2 Подготовка к испытанию

Раствор молочной кислоты готовят разбавлением исходной молочной кислоты дистиллированной водой в 2500 раз (коэффициент разбавления $F = 2500$). Для этого в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$ вносят 0,1 $см^3$ молочной кислоты, доводят объем раствора водой до метки, тщательно перемешивают.

Раствор кофермента $НАД^+$. Перед использованием в емкость 2 добавляют 6 $см^3$ дистиллированной воды. Приготовленный раствор кофермента $НАД^+$ стабилен в течение трех недель при температуре плюс 4 °С или двух месяцев при минус 20 °С.

Растворы, вносимые в кюветы, должны иметь температуру (20 ± 2) °С.

А.3 Проведение испытания

Используют схему анализа, приведенную в методических рекомендациях фирмы Boehringer Mannheim [1].

Масса *D*- и *L*-молочных кислот в растворе, внесенном в кювету для фотометрирования, должна составлять от 0,3 до 20,0 мкг.

В фотометрические кюветы — контрольную и опытную пипеточными дозаторами вносят по 1 $см^3$ буферного раствора (емкость 1), по 0,2 $см^3$ раствора кофермента $НАД^+$ (емкость 2, после разбавления), по 0,02 $см^3$ суспензии фермента ГПТ (емкость 3). Затем в контрольную кювету вводят 1 $см^3$ дистиллированной воды, а в опытную — 0,1 $см^3$ разбавленного анализируемого раствора молочной кислоты и 0,9 $см^3$ дистиллированной воды.

Содержимое кювет перемешивают шпателями или стеклянными палочками, выдерживают 5 мин и сразу проводят измерение оптической плотности растворов в контрольной и опытной кюветах ($A_{1к}$, $A_{1оп}$) относительно воды при длине волны 340 нм.

Далее в эти же кюветы добавляют по 0,02 см^3 раствора *D*-ЛДГ (емкость 4), перемешивают, выдерживают содержимое кювет 30 мин при комнатной температуре и измеряют оптическую плотность растворов в контрольной и опытной кюветах ($A_{2к}$, $A_{2оп}$) относительно воды при длине волны 340 нм для определения массовой доли D-молочной кислоты.

Затем в кюветы немедленно добавляют по 0,02 см^3 раствора *L*-ЛДГ (емкость 5), перемешивают и через 30 мин измеряют оптическую плотность растворов ($A_{3к}$, $A_{3оп}$) относительно воды для определения массовой доли *L*-молочной кислоты.

А.4 Обработка результатов

Разность значений оптических плотностей $\Delta A_{D\text{-молочная кислота}}$ и $\Delta A_{L\text{-молочная кислота}}$ находят по формулам:

$$\Delta A_{D\text{-молочная кислота}} = (A_{2оп} - A_{1оп}) - (A_{2к} - A_{1к}); \quad (A.1)$$

$$\Delta A_{L\text{-молочная кислота}} = (A_{3оп} - A_{2оп}) - (A_{3к} - A_{2к}), \quad (A.2)$$

где $A_{1к}$, $A_{2к}$, $A_{3к}$ и $A_{1оп}$, $A_{2оп}$, $A_{3оп}$ — оптическая плотность растворов в контрольной (к) и опытной (оп) кюветах относительно воды после последовательного внесения в них растворов из емкостей 1, 2, 3 — ($A_{1к}$, $A_{1оп}$), емкости 4 — ($A_{2к}$, $A_{2оп}$), емкости 5 — ($A_{3к}$, $A_{3оп}$).

Если значения $\Delta A_{D\text{-молочная кислота}}$ и $\Delta A_{L\text{-молочная кислота}}$ меньше 0,100 или больше 1,000, то раствор анализируемого образца готовят заново с меньшим или большим коэффициентом разбавления соответственно.

Массовые доли изомеров молочной кислоты $X_{D\text{-молочная кислота}}$, %, $X_{L\text{-молочная кислота}}$, %, и их сумму X, %, вычисляют по формулам:

$$X_{D\text{-молочная кислота}} = \frac{V_1 MF\Delta A_{D\text{-молочная кислота}}}{EdV\rho 10^4}; \quad (A.3)$$

$$X_{L\text{-молочная кислота}} = \frac{V_2 MF\Delta A_{L\text{-молочная кислота}}}{EdV\rho 10^4}; \quad (A.4)$$

$$X = X_{D\text{-молочная кислота}} + X_{L\text{-молочная кислота}}, \quad (A.5)$$

где V_1 — конечный объем раствора в кювете при определении *D*-молочной кислоты, см^3; V_1 = 2,24 см^3;

M — молярная масса *D*- и *L*-молочных кислот, г · моль$^{-1}$; M = 90,08 г · моль$^{-1}$;

F — коэффициент разбавления, рассчитываемый как отношение объема разбавленного раствора к объему молочной кислоты, взятому для разбавления;

$\Delta A_{D\text{-молочная кислота}}$ — разность значений оптических плотностей при определении *D*-молочной кислоты, рассчитанная по формуле (А.1);

E — коэффициент оптической плотности НАД · Н при длине волны 340 нм, дм^3 · ммоль$^{-1}$ · см$^{-1}$; E = 6,3 дм^3 · ммоль$^{-1}$ · см$^{-1}$;

d — толщина поглощающего свет слоя кюветы, см;

V — объем раствора молочной кислоты, израсходованный на разбавление, см^3;

ρ — плотность раствора молочной кислоты, г · см$^{-3}$;

10^4 — коэффициент пересчета содержания изомеров молочной кислоты в пробе на 100 г молочной кислоты;

V_2 — конечный объем раствора в кювете при определении *L*-молочной кислоты, см^3; V_2 = 2,26 см^3;

$\Delta A_{L\text{-молочная кислота}}$ — разность значений оптических плотностей при определении *L*-молочной кислоты, рассчитанная по формуле (А.2).

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютная разность результатов двух измерений, полученных в условиях повторяемости при доверительной вероятности P = 95 %, не превышает 0,6 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютная разность результатов двух измерений, полученных в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности P = 95 %, не превышает 0,9 %.

Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

Приложение Б
(справочное)

Нормативные документы, действующие на территории Российской Федерации

ГОСТ Р 50779.71—99 (ИСО 2859-1—89)	Статистические методы. Процедуры выборочного контроля по альтернативному признаку. Часть 1. Планы выборочного контроля последовательных партий на основе приемлемого уровня качества AQL
ГОСТ Р 51196—98 (ИСО 8069—86)	Молоко сухое. Метод определения молочной кислоты и лактатов
ГОСТ Р 51652—2000	Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия
СанПиН 2.1.5.980—2000	Гигиенические требования к охране поверхностных вод
СанПиН 2.1.6.1032—2001	Гигиенические требования к обеспечению качества атмосферного воздуха населенных мест
СанПиН 42-128-4690—88	Охрана почвы от загрязнения бытовыми и промышленными отходами
ГОСТ Р 50779.10—2000 (ИСО 3534-1—93)	Статистические методы. Вероятность и основы статистики. Термины и определения
ГОСТ Р 51074—2003	Продукты пищевые. Информация для потребителя. Общие требования

Библиография

[1] Методы ферментативного анализа биологических объектов и пищевых продуктов. Семинар. Введение в методики ферментативного анализа./Боенрингер Манхайм. — Германия: 1997, с. 90—91 (Methods of enzymatic bioanalysis and food analysis. Seminar. Introduction into procedures of enzymatic analysis/Boehringer Mannheim.— Germany: 1997, c. 90—91).

УДК 661.733.2:006.354 МКС 67.220.20 Н91 ОКП 91 9944

Ключевые слова: пищевая молочная кислота, органолептические показатели, физико-химические показатели, методы контроля, требования безопасности, правила приемки, рекомендации по применению

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 21.12.2006. Подписано в печать 22.01.2007. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 3,72. Уч.-изд. л. 3,40. Тираж 650 экз. Зак. 48. С 3608.

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.

Изменение № 1 ГОСТ 490—2006 Кислота молочная пищевая. Технические условия

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29.05.2015 № 77-П)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 10894

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

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

Наименование стандарта изложить в новой редакции:

«Добавки пищевые. Кислота молочная Е270. Технические условия»; «Food additives. Lactic acid E270. Specifications».

Содержание. Наименование пункта 7.15 изложить в новой редакции: «7.15 Определение токсичных элементов».

По всему тексту стандарта заменить слова: «молочная кислота» на «пищевая молочная кислота», «тара» на «упаковка».

Раздел 1. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку — молочную кислоту Е270 (далее — пищевую молочную кислоту), получаемую сбраживанием углеводсодержащего сырья молочнокислыми бактериями рода *Lactobacillus,* синтезирующими *D*(–)-, *L*(+)-, *DL*-молочные кислоты, и предназначенную для использования в пищевой промышленности как регулятор кислотности пищевых продуктов»;

второй, третий, четвертый абзацы исключить.

Раздел 2. Для ссылок на ГОСТ 1277—75, ГОСТ 3118—77, ГОСТ 4108—72, ГОСТ 4147—74, ГОСТ 4148—78, ГОСТ 4165—78, ГОСТ 4166—76, ГОСТ 4204—77, ГОСТ 4233—77, ГОСТ 4328—77, ГОСТ 4461—77, ГОСТ 5845—79, ГОСТ 9262—77, ГОСТ 10163—76, ГОСТ 20490—75 и ГОСТ 27067—86 наименование после обозначения стандарта дополнить словом: «Реактивы»;

заменить ссылку: ГОСТ 1770—74 на ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80); ГОСТ 2184—77 на ГОСТ 2184—2013; «ГОСТ 10117.1—2001 Бутылки стеклянные для пищевых жидкостей. Общие технические условия» на «ГОСТ 32131—2013 Бутылки стеклянные для алкогольной и безалкогольной пищевой продукции. Общие технические условия»;

для ГОСТ 4212—76 заменить слово: «Приготовление» на «Методы приготовления»;

исключить ссылки:

«ГОСТ 2263—79 Натр едкий технический. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования»;

дополнить ссылками:

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

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

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

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

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

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

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

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

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

---

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2016—01—01.

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*6»;

для ГОСТ 7376—89 наименование дополнить знаком сноски: **;

для ГОСТ 7933—89 наименование дополнить знаком сноски: ***;

для ГОСТ 10117.2—2001 наименование дополнить знаком сноски — *4;

для ГОСТ 13516—86 наименование дополнить знаком сноски — *5;

раздел 2 дополнить сносками — * — *6:

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

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 52901—2007 «Картон гофрированный для упаковки продукции. Технические условия».

*** В части картона для изготовления потребительской тары для пищевой продукции действует ГОСТ 32096—2013 «Картон тароупаковочный для пищевой продукции. Общие технические условия».

*4 На территории Российской Федерации в части венчика типа КПМ-30 (рисунок 46) действует ГОСТ Р 53846.1—2010 «Бутылки стеклянные. Венчики горловин. Типы и размеры. Часть 1. Венчик типа КПМ-30».

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

*6 На территории Российской Федерации действует 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».

Пункты 3.1.1, 3.1.2 изложить в новой редакции:

«3.1.1 Пищевая добавка Е270 представляет собой смесь свободной молочной кислоты ($C_3H_6O_3$) и ее эфиросвязанной формы — лактилмолочной кислоты ($C_6H_{10}O_5$). Лактилмолочная кислота гидролизуется с образованием свободной молочной кислоты при разбавлении водой и/или при нагревании.

Молекулярная масса — 90,08 а.е.м.

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

Пункт 3.1.4. Таблица 2. Графа «Наименование показателя». Заменить слова: «Тест на» на «Тесты на пищевую»; второй абзац изложить в новой редакции: «Массовая доля пищевой молочной кислоты, %»;

в графе «Характеристика» заменить значение: 47,5 на «От 76,0* до 84,0* включ.»;

дополнить наименованием показателя: «Проба на цианиды»; графу «Характеристика» дополнить словами: «Выдерживает испытание»;

таблицу 2 дополнить сноской:

«* В соответствии с [1] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт».

Пункт 3.1.5 изложить в новой редакции:

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

Пункт 3.2.1. Седьмой абзац. Исключить слова: «АВ-17-8 или»;

восьмой абзац. Исключить слова: «КУ-2-8», «или КУ 23»;

девятый абзац. Исключить слова: «натр едкий технический по ГОСТ 2263 или»;

десятый абзац после слова «техническая» дополнить словами: «марки А»;

одиннадцатый абзац изложить в новой редакции:

«- вода питьевая по ГОСТ 2874».

Пункт 3.2.2 изложить в новой редакции:

«3.2.2 Допускается применение других видов сырья, по показателям безопасности соответствующего требованиям [2] или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего стандарт, а также материалов, обеспечивающих получение пищевой молочной кислоты в соответствии с требованиями настоящего стандарта и разрешенных к применению в пищевой промышленности на территории государства, принявшего стандарт».

Подпункт 3.3.1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 10117.1 на ГОСТ 32131.

Подпункты 3.3.1.1, 3.3.1.2, 3.3.2.2. Заменить слова: «в порядке, установленном в государствах — участниках Соглашения» на «в соответствии с требованиями [3] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт».

Пункт 3.4.1 изложить в новой редакции:

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

Пункт 3.4.2 исключить.

Пункт 3.4.3 изложить в новой редакции:

«3.4.3 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».

Подпункт 3.4.3.2 исключить.

Пункт 4.5 изложить в новой редакции:

«4.5 При работе с пищевой молочной кислотой контроль воздуха рабочей зоны должен осуществляться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005».

Раздел 4 дополнить пунктами — 4.6, 4.7:

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

4.7 Помещения лаборатории должны соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009».

Пункт 5.1. Заменить слова: «предельно допустимых концентраций (ПДК) вредных веществ» на «допустимых выбросов вредных веществ (ПДВ)»; «в государствах — участниках Соглашения» на «на территории государства, принявшего стандарт».

Пункты 5.1—5.4. Заменить слова: «государств — участников Соглашения» на «действующих на территории государства, принявшего стандарт».

Пункт 6.1. Второй абзац изложить в новой редакции:

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

Пункт 6.2 исключить.

Подпункты 6.5.1, 6.6.1, 6.6.4 после слов «равном 6,5*» дополнить словами: «по ГОСТ ISO 2859-1».

Пункт 6.7 изложить в новой редакции:

«6.7 Периодические испытания пищевой молочной кислоты проводят по показателям безопасности (содержание мышьяка, свинца и ртути). Порядок и периодичность контроля показателей устанавливает изготовитель в программе производственного контроля».

Подпункт 7.1.7. Пятый абзац изложить в новой редакции:

«- полное наименование пищевой добавки и ее Е-номер».

Подпункт 7.2.1.1. Наименование изложить в новой редакции: «Средства измерений, посуда, материалы, реактивы»;

последний абзац после слов «средств измерений,» дополнить словами: «посуды, материалов».

Подпункты 7.2.2.1, 7.3.1, 7.4.1, 7.5.1, 7.6.1, 7.7.1, 7.8.1.1, 7.8.2.1, 7.9.1.1, 7.9.2.1, 7.10.1.1, 7.10.2.1, 7.11.1, 7.12.1, 7.13.1, 7.14.1. Наименование после слов «Средства измерений» дополнить словом: «посуда».

Подпункты 7.2.2.1, 7.3.1, 7.4.1. 7.5.1, 7.6.1, 7.8.1.1, 7.8.2.1, 7.9.1.1, 7.9.2.1, 7.10.1.1, 7.10.2.1, 7.11.1, 7.12.1, 7.13.1, 7.14.1. Последний абзац после слов «средств измерений» дополнить словом: «посуды».

Подпункты 7.2.2.1, 7.14.1. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами абсолютной допускаемой погрешности ± 0,01 г».

Пункт 7.6 после слов «в диапазоне измерений» изложить в новой редакции: «от 70 % до 85 % с пределами абсолютной погрешности ± 0,5 %».

Подпункты 7.6.1, 7.7.1, 7.8.1.1, 7.8.2.1, 7.9.1.1, 7.9.2.1, 7.10.1.1, 7.10.2.1, 7.11.1, 7.13.1. Первый абзац изложить в новой редакции:

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

Подпункт 7.6.2. Первый абзац дополнить словами: «Коэффициент поправки водного раствора гидроокиси натрия молярной концентрации *c* (NaOH) = 1 моль/дм^3 определяют по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.2.3)».

Подпункт 7.6.4. Последний абзац исключить.

Подпункты 7.6.4, 7.7.3, 7.8.2.5, 7.9.1.5, 7.9.2.4, 7.10.1.5, 7.10.2.4. Формулы (1) — (8). Экспликацию для множителя 100 изложить в новой редакции:

«100 — коэффициент пересчета результата в проценты».

Подпункт 7.7. Первый абзац. Заменить значение: «0,03 %» на «0,04 %».

Подпункт 7.7.1. Последний абзац после слова «материалов» дополнить словом: «посуды».

Подпункт 7.7.2. Первый абзац. Заменить слова: «до четвертого десятичного знака» на «до третьего десятичного знака».

Подпункт 7.8.1.1 дополнить абзацем (перед последним):

«Кальций хлористый обезвоженный, массовой долей основного вещества не менее 97,0 %, ч.».

Подпункты 7.8.1.1, 7.10.2.1 после слов «Квасцы железоаммонийные (Fe, III),» изложить в новой редакции: «массовой долей основного вещества не менее 99,0 %, х. ч.».

Подпункт 7.8.2. Первый абзац. Заменить значение: «до 0,002 %» на «до 0,0020 %».

Подпункт 7.8.2.5. Второй абзац изложить в новой редакции:

«Вычисления по формуле (3) проводят с записью результата до пятого десятичного знака, по формуле (4) — до первого десятичного знака»;

последний абзац изложить в новой редакции:

«Окончательный результат, полученный по формуле (3), округляют до четвертого десятичного знака, по формуле (4) — до целого числа».

Подпункты 7.10.1.5, 7.10.2.4. Последний абзац. Заменить слова: «до первого» на «до второго».

Подпункт 7.10.2.2. Первый абзац дополнить словами: «Коэффициент поправки раствора определяют по ГОСТ 25794.3 (пункт 2.2.3)»;

третий абзац дополнить словами: «Коэффициент поправки раствора определяют по ГОСТ 25794.3 (пункт 2.1.3)».

Подпункт 7.12.1 дополнить абзацем (после первого):

«Часы электронно-механические по ГОСТ 27752».

Подпункт 7.13.1 дополнить абзацами (перед последним):

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

Колба с тубусом 1-250 по ГОСТ 25336.

Воронка Бюхнера 2 по ГОСТ 9147.

Колба мерная 1-250-1 по ГОСТ 1770.

Бумага фильтровальная лабораторная марки ФМ по ГОСТ 12026».

Подраздел 7.13 дополнить подпунктом — 7.13.1а:

«**7.13.1а Подготовка к испытанию**

Насыщенный раствор гидроокиси кальция температурой (21±3) °С готовят, смешивая по массе гидроокись кальция (одна часть) и дистиллированную воду (333,3 части). Смесь энергично взбалтывают, и взбалтывание повторяют неоднократно в течение 1 ч. Нерастворившийся остаток отделяют фильтрованием через фильтровальную бумагу марки ФМ. Фильтрат должен быть прозрачным».

Пункт 7.14.1. Шестнадцатый, семнадцатый абзацы изложить в новой редакции:

«Железо (II) сернокислое 7-водное по ГОСТ 4148, х. ч.

Железо (III) хлорид 6-водный по ГОСТ 4147, ч. д. а.».

Пункт 7.14.3. Заменить слова: «раствора сернокислого закисного железа» на «раствора 7-водного сернокислого железа (II)»; «раствора хлорного железа» на «раствора 6-водного хлорида железа (III)».

Подраздел 7.15 изложить в новой редакции:

«**7.15 Определение токсичных элементов**

7.15.1 Массовую долю свинца определяют по ГОСТ 30178 или по ГОСТ 26932 с предварительной минерализацией пробы по ГОСТ 26929.

7.15.2 Массовую долю мышьяка определяют по ГОСТ 26930 или по ГОСТ 31628.

7.15.3 Массовую долю ртути определяют по ГОСТ 26927».

Пункт 8.3. Заменить слово: «хранения» на «годности». Приложение А исключить.

Элемент «Библиография» изложить в новой редакции:

«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».

(ИУС № 9 2015 г.)

gost.e-ecolog.ru